

2023/4/7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。貴重品管理は各自で行う
- 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<sup>+</sup>イオンビームはEBSDカメラを抜いた状態で利用する
- マニュアルに記載のないソフトウェアの設定項目について、勝手に変更しないこと。特にキャリブレーション設定は弄らないこと
- 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メモリを利用する。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。汚した場合は備品を利用して自分で洗浄する
- 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
- 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
- 20 kV 以上の加速電圧を使用する場合はいきなり上げず、10→15→20→25→26→27→28→29→30と徐々に昇圧すること

# 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も常時立ち上げです。それぞれディスプレイ電源をOnにして下さい。測定時は「APEX EBSD」を立ち上げて下さい

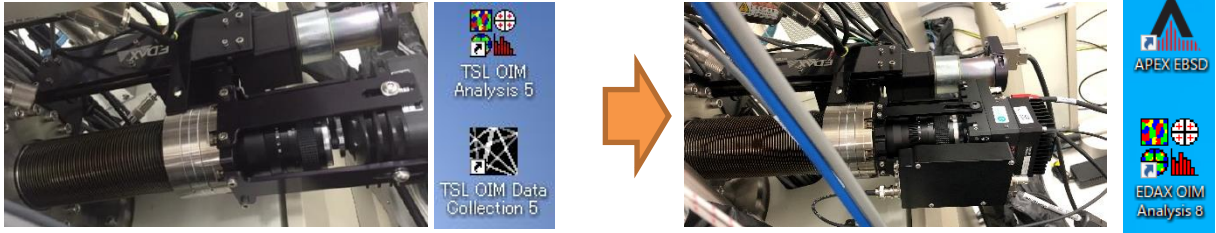


EBSD解析用PC

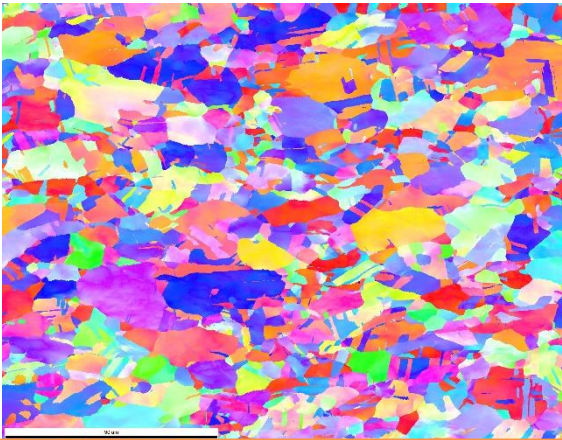
EBSD解析用PCにEBSDの解析用ソフトウェア「EDAX OIM Analysis 8」がインストールされています。測定後、データをデータ移動用USBメモリで解析用PCに移動させて、解析することが出来ます。解析用PCは予約なしでご自由に使用して下さい

# これまでのEBSDとの違いについて

2023年3月に、EBSDのカメラがCCDタイプからCMOSタイプにアップグレード(製品名ORION)しました。また測定用ソフトウェアは[TSL OIM Data collection 5]から[APEX EBSD]へ、解析用ソフトウェアは[TSL OIM Analysis 5]から[EDAX OIM Analysis 8]に変わりました



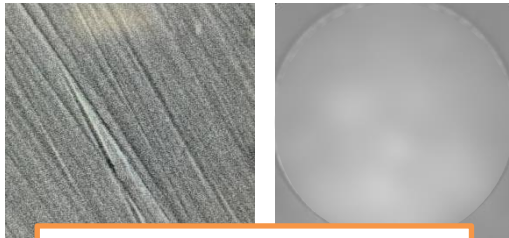
EBSD測定ではこれまで3~4万点のマッピング測定で10分ほどの時間を要しました。ORIONでは最速の設定で1700点/秒の測定が可能で、100万点ほどのマッピング測定が10分で済みます。Analysis 8では再スキャンが実施出来るようになり、パターンデータを保存しておけば、Hough設定やPhase設定をやり直して再指数付け出来るようになりました。そのほか、使用にあたっての主な変更点・注意点は以下の通りです



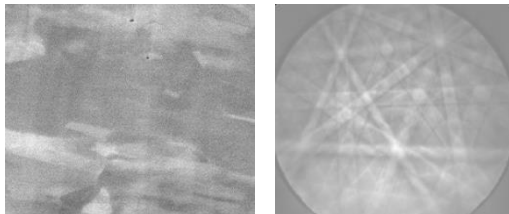
Cu試料の500万点のIPFマップ  
測定時間:50分  
照射電流量:30 nA  
CI値0.1以上:96.47%

- 照射電流量の最適値は30 nA です。電流が大きいと測定が早く済みますがSEMの分解能がかなり落ちます。1 nA ~ 50 nA 程度が良いです。S/N比が悪くパターンが見辛い場合はExposureを大きく取る必要があります、測定スピードは遅くなります
- WDは27~32 mmにしてください。標準は27 mmです
- データの管理は測定データ1つずつではなく、プロジェクト単位になりました。測定したものは自動でプロジェクトに追加されます
- データサイズがかなり大きくなりやすいです。例えば100万点測定のパターンデータを保存した場合、15GB程度になります。プロジェクトデータも測定数が増えるとかかなり重くなります
- APEXの測定データはそのままでは Analysis 7では開けません。Analysis 8からexportでversion4.5のoscファイルに変更する必要があります
- PRIAS測定というEBSDカメラに映った信号を利用した反射電子像ライクな画像が得られるようになりました。上手く使えば相分離に応用出来ます
- Phaseは従来のbmtファイルもロード出来ますが、ソフトウェア内蔵のPhaseから選択する形式です 4

# 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(30~50 nm)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10 nm 以下に制御する必要があります



研磨切断機



自動研磨機

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  $\mu\text{m}$  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 $\text{Ar}^+$ 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

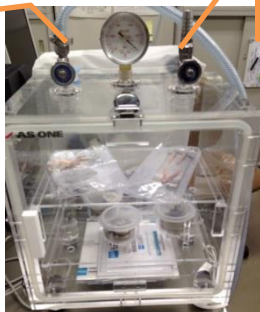


ハンディ  
ラップ

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 $\text{Ar}^+$ 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4 mm × 12 mmφ 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



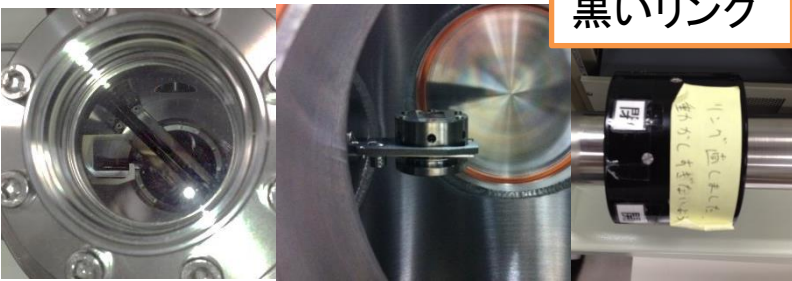
フォーク



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



導入室の上から中が覗けます

回しすぎない

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**」を上にして

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

PENNING GAUGE



試料導入室真空計

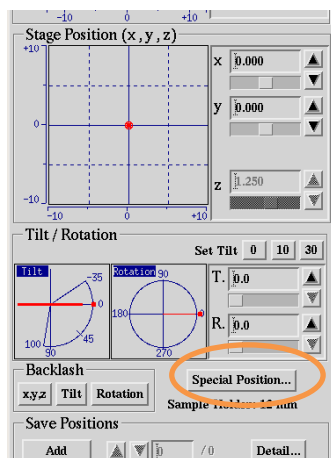
↑これはまだ真空が引けません

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

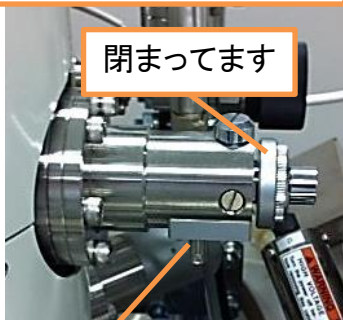
# 試料の導入



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

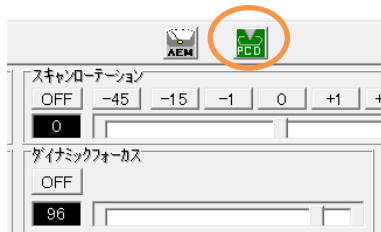
## ビームシャッター



閉まっています

下についてる棒を回す

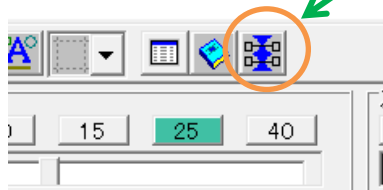
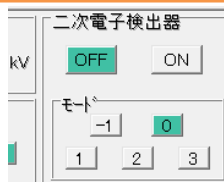
PCDアイコン  
緑色In 灰色Out



- ・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

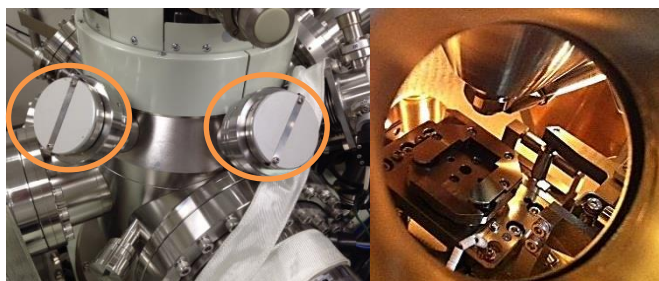
SEMのコントロール画面が消えてる場合  
はこのアイコンをクリック

## 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



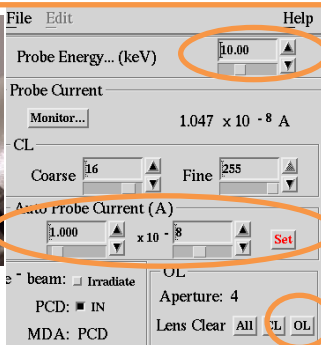
分析室の真空度を確認します。真空度が  $5.0 \times 10^{-6}$  Paより悪い場合、試料を回収して導入室で真空を引き直してください

$5.0 \times 10^{-6}$  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

開いています

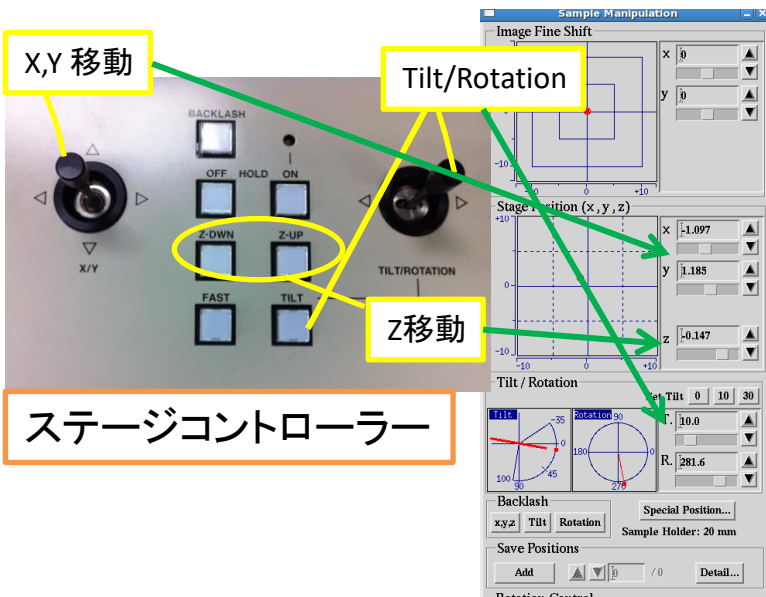
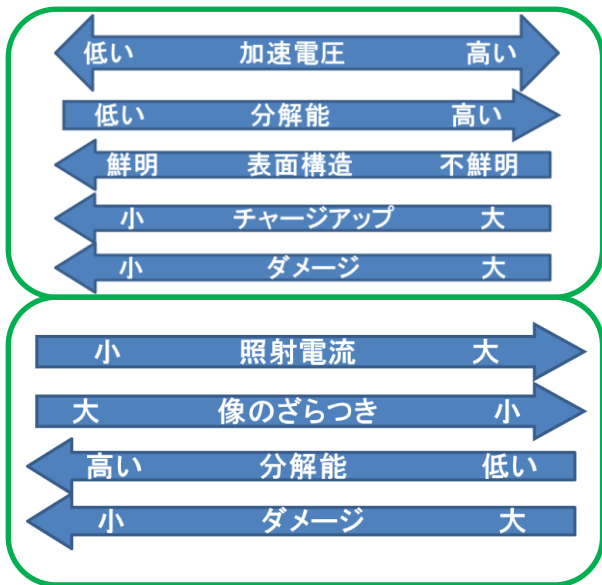
probe condition



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、Lens ClearのOLボタンをクリック。次に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

EBSD測定において推奨する値は加速電圧10 kV ~ 20 kV、電流値は30 nAです

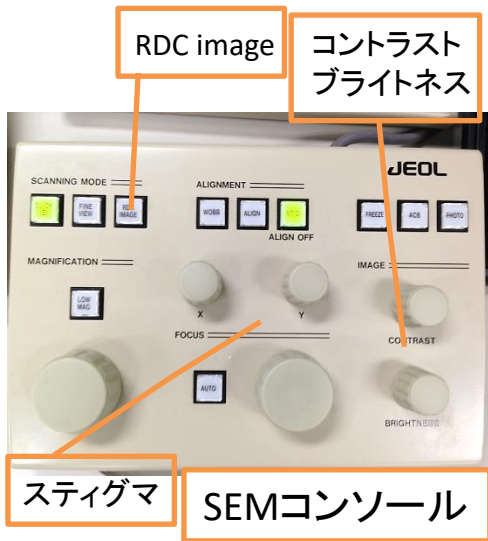
- 重金属系は電圧強め、菊池パターンの信号が弱い場合は電流強めが良いです。結晶粒が100nm程度に小さい場合は電圧は小さめが推奨です。30 nAより大きくする場合は対物絞りを小さい番号に変える必要があります(p.11参照)。SEMの分解能を求める場合は電流値を下げる必要がありますが測定スピードが落ちます
- 20 kVよりも電圧を昇圧したい場合は、10→15→20→25→26→27→28→29→30と、徐々に数値を上げるようにして下さい。いきなり30kVに設定するのは禁止です。



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で移動します

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

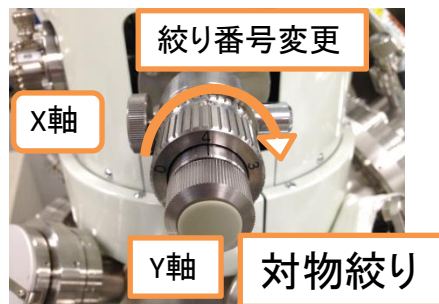


電子ビームの軸合わせを行います。観察箇所  
でスキャンモードをRDC imageに切り替えて、倍  
率・フォーカス・コントラスト・ブライツネスを調整  
5千倍以上での観察の場合、さらにスティグマ  
XYの調整します

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

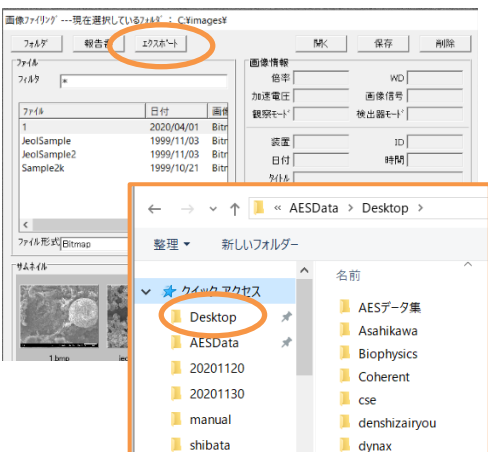
**FINE VIEW**: 遅いスキャンスピードで精細な像が取れま  
す。スピードは2段階あり、ボタンを押すと切り替わります

**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

PHOTOボタンで撮影した際は、AES-PC内に自  
分のフォルダを作成して保存します。左図のエ  
クスポートをクリックし、クイックアクセスから  
Desktopを選択し、自分のフォルダを選択して保  
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



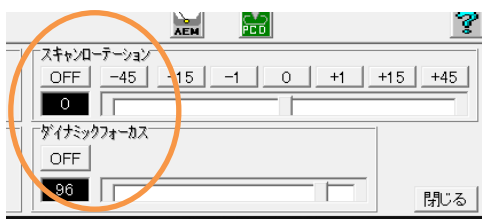
# 試料観察で使う機能

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

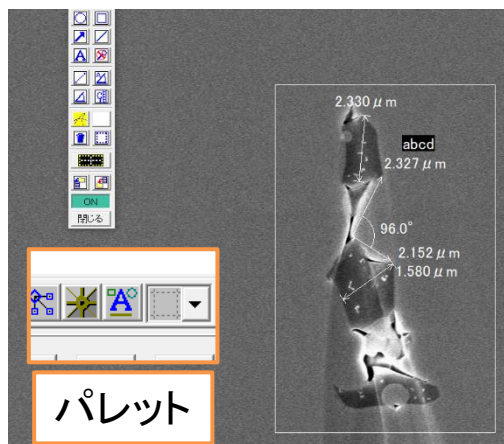


SEMモード番号

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

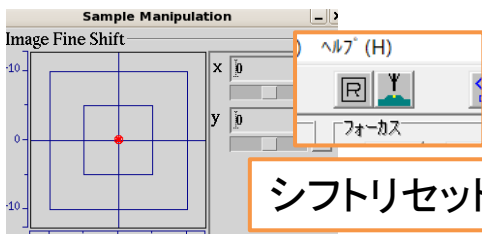


パレットボタンをクリックするとSEM像上にテキスト書き込みや、ルーラーで物のサイズなどを測って保存出来ます



パレット

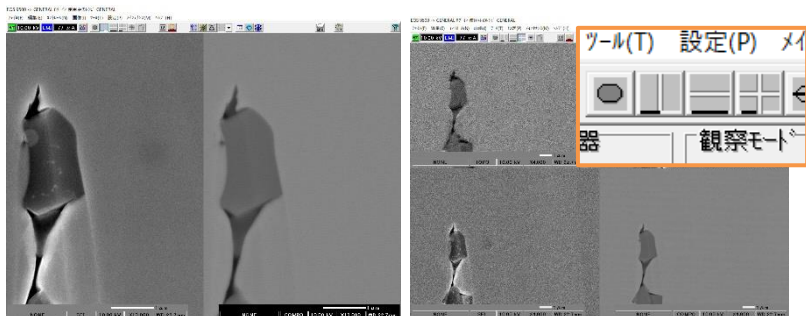
ステージ移動せず、SEM像上でマウスドラッグして像を動かす事が出来ます。動かせる範囲はSample ManipulationのImage Fine Shiftの範囲までです(上下左右10μm程度)。初期値(原点)に戻す場合は、←左図のアイコンをクリックします



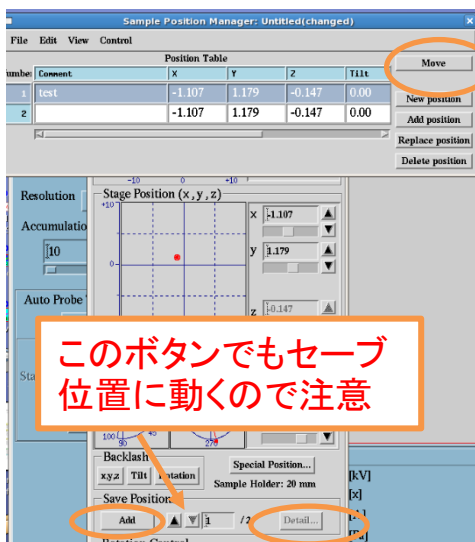
シフトリセット

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

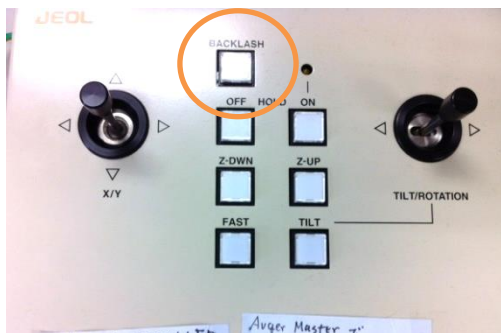


現在のステージ位置を記憶させたい場合は、**Save Positions**のAddをクリック。複数のポイントを記憶出来ます。呼び出す際はDetailをクリックし、テーブル中のNumberを選択し、Moveをクリックします

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！

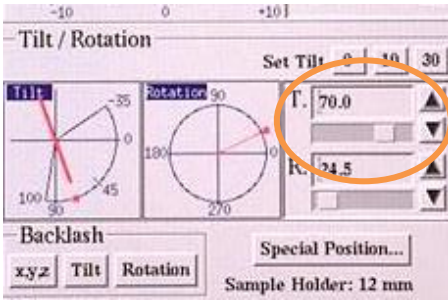


BACKLASHボタン

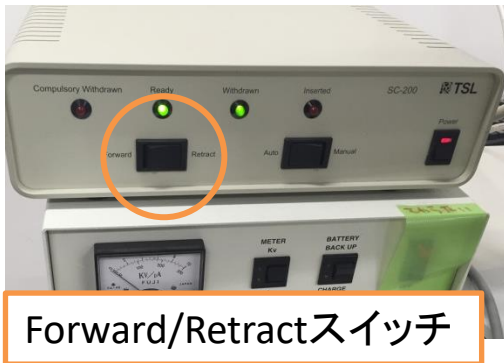
## 試料を観察中に像が動いてしまう場合

- 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



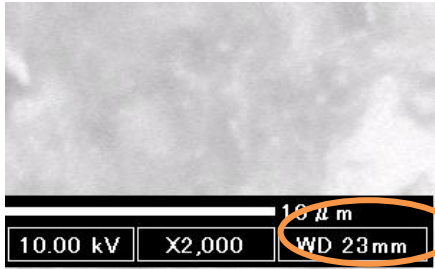
5. 分析室内の状態に問題がないのを確認出来たら窓蓋を付け直し、二次電子検出器ON



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

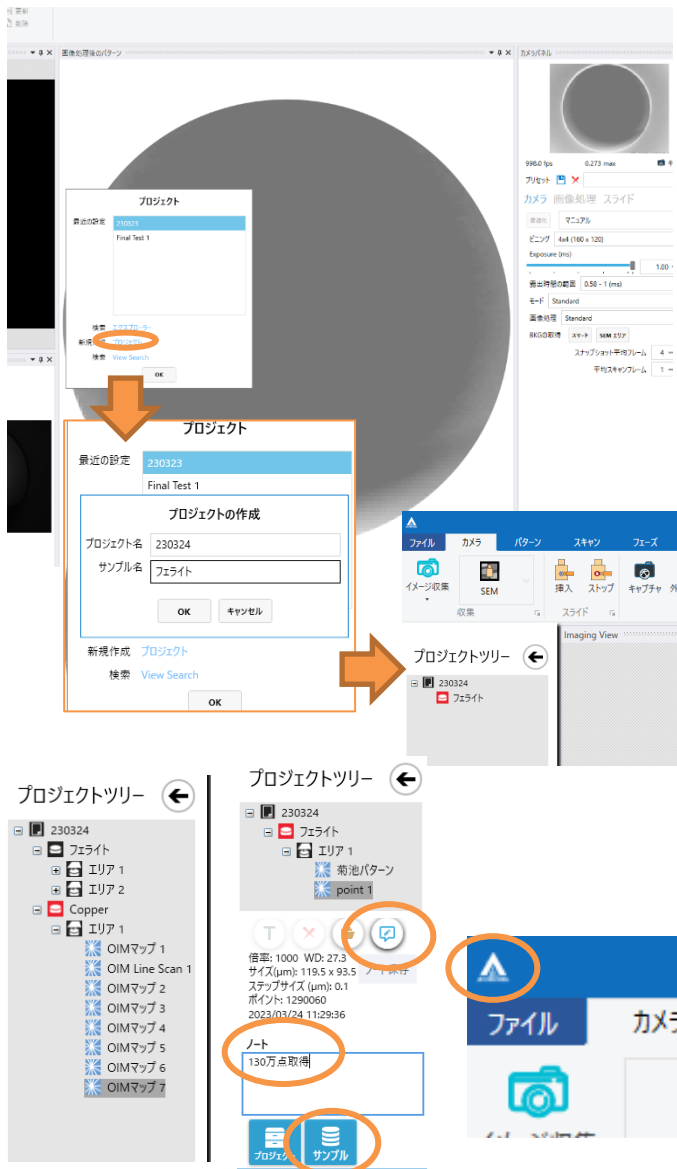


このWDだと失敗します

EBSD測定では、観察場所でフォーカスを合わせた時にSEMのWDが27~32 mm (WD27 mm 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

WD 32 mm に近い方が菊池パターン全体がEBSDカメラの中央に映りやすくなります

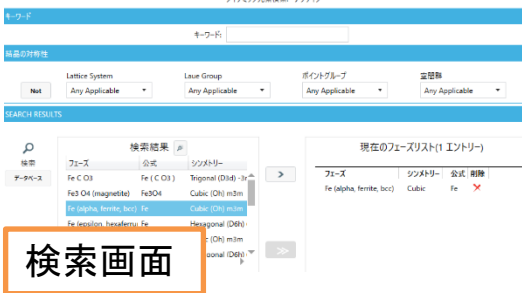
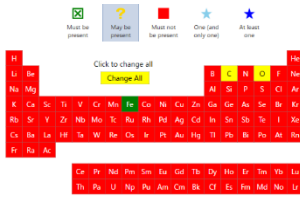


初めて使用する場合はプロジェクトを作成して下さい。測定データはプロジェクトデータ (.edaxh5) で一括管理されます。継続の場合は既存のプロジェクトを選択します

画面左端にプロジェクトツリーが表示されます。測定したデータは自動でプロジェクトに追加されます。データを右クリックで名前の変更が出来ます。ツリーの下側ではデータノートの記載やサンプル階層を追加することが出来ます

プロジェクトツリー横の「←」をクリックするとプロジェクトツリーを隠すことが出来ます。呼び出す時は画面左上端のAPEXアイコンをクリックして下さい

# Phase設定

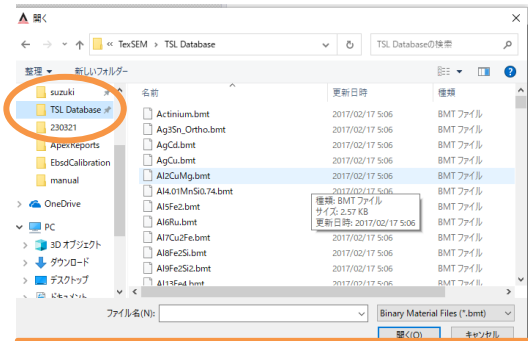


検索画面

フェーズタブに切り替え、試料の結晶構造を設定します

デフォルトではFCCとBCCのPhaseが設定されています。「検索」から周期表で元素を選択すると、ソフトウェアのデータベースからフェーズの候補が出現するので、その中からリストに追加していきます。いらないものはチェックを外して下さい。「クリア」はリスト全削除です

または「ロード」から「TSL Database」bmtファイルを開くことでもフェーズを呼び込めます

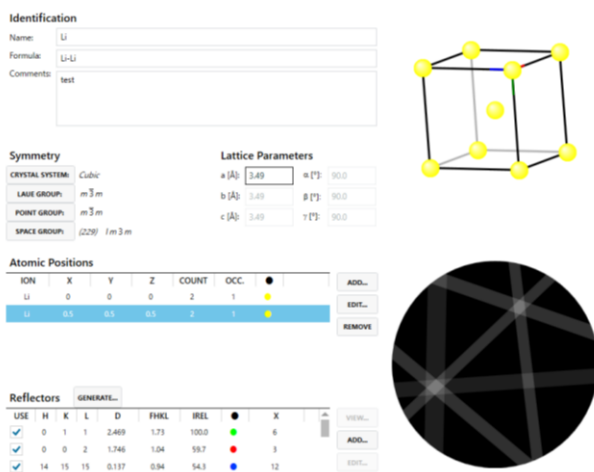


クイックアクセス→TSL Database

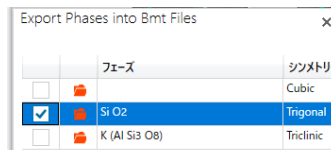
フェーズデータがない場合は、「Atom Work (<http://crystdb.nims.go.jp/>)」や「COD (<http://www.crystallography.net/cod/>)」などのサイトで試料の結晶構造のcifデータを探してダウンロードし、EBSD-PCに入れて「ロード」から呼び込むことが出来ます(上手いかわない場合はcifファイルの設定が合っていない)

cifファイルを読み込んだフェーズやReflectorsの設定を変更したフェーズなどは、エクスポートからbmtファイルを出力して、自身でファイルを管理して下さい。エクスポート先はデスクトップ下の「ExportedBmtFiles」です

また、「作成」からフェーズを自分で作成することも可能です。空間群番号や原子の配置、格子定数などの情報が必要です



フェーズ作成



エクスポート画面



# カメラ設定

カメラタブに切り替え、カメラ設定を調整し、バックグラウンド(BKG)を取得して画像処理をします。オート設定もありますがマニュアル設定が推奨です

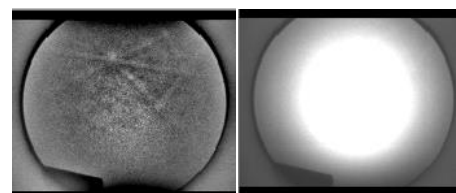
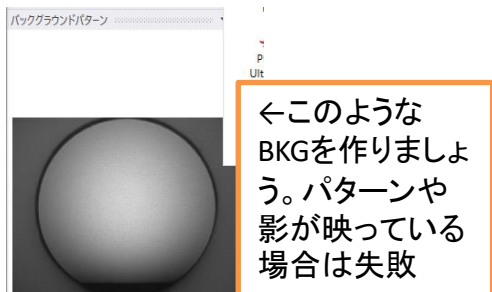
1. SEMで測定視野に倍率やフォーカスを調整
2. 画像処理をNoneに変更
3. カメラ設定を調整
4. BKG取得。BKG画像が問題ないか確認
5. 画像処理をStandardかEnhancedを選択

設定項目は以下の通りです

- **ピニング** 4x4が標準です。パターンが細かい場合は少し小さくしてください
- **Exposure** モードと合わせて、適切な輝度になるよう調整して下さい。カメラ画面下の数値が「0.800 ~ 0.900 max」ほどになるのが望ましいです。時間を増やせばS/N比が上がり、パターンが明瞭になりますが測定スピードは遅くなります。最速の設定だと「1700 fps」まで出ます。パターンの認識が問題なく出来るレベルで、可能な限り露出時間を減らすのがベターです
- **モード** StandardかHighspeedの2択です。輝度があまり稼げない場合はHighspeedを選んでください。ゲインが上がりますがノイズも増えます
- **画像処理** StandardかEnhancedを選んでバックグラウンド処理を行います。Enhancedの方が明瞭ですが若干測定スピードが落ちます。
- **BKGの取得** BKG画像を取得します。「スマート」は現在の倍率より1/2に引いてBKGを取得します。「SEMエリア」は今の視野でBKGを取得します。ある程度視野内に様々な結晶方位があれば「SEMエリア」で問題ないです。視野内の方位が偏り過ぎているとBKG画像自体にパターンが映り込んでしまい、処理が失敗します。また試料ではないものが映り込んでいる場合も失敗しやすいです
- **スナップショット平均フレーム** Houghタブやパターンタブでカメラの画像に積算をかけてパターンを見やすく出来ます。100回ぐらい積算した方がいいです
- **平均スキャンフレーム** スキャン測定時にカメラ画像を積算します。その分かなり測定スピードが遅くなります。Exposureをどんなに増やしてもS/N比が上げられない場合に増やしましょう



オート設定



## ↑失敗例

- BKGにパターンが見えている
- 暗すぎ、明るすぎ
- カメラ下部に影が見えている  
CP断面試料などは取り込めるエリアが小さいため、BKG取得が上手い出来ない場合があります。その場合、試料外(ホルダー)で似たようなコントラストで作れそうなところを選んでBKGを作成しましょう

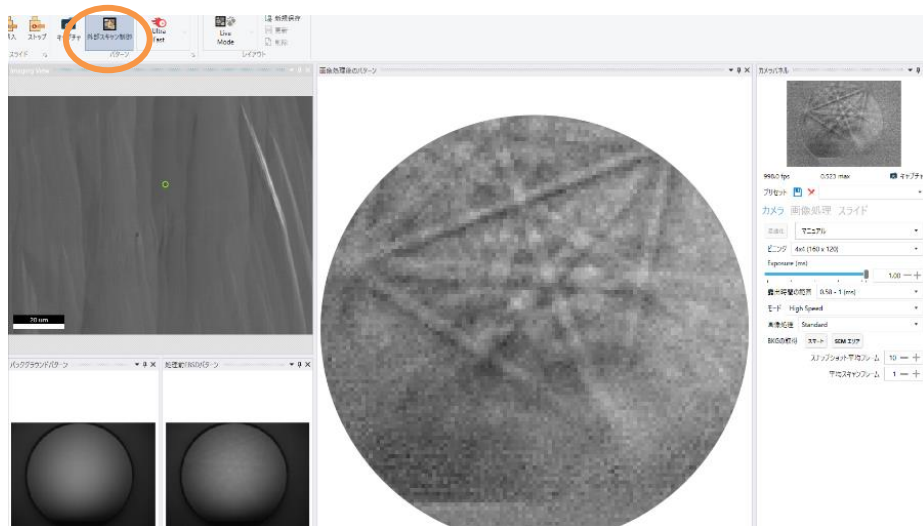
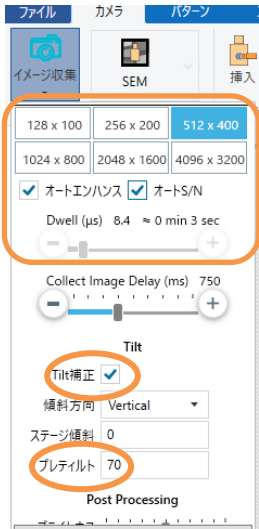
# 画像取得

カメラタブの「イメージ収集」から取込設定の調整をして、アイコンをクリックしてSEM像を取り込みます

画素数、オートエンハンス、オートS/N、Dwell、Tilt補正について設定して下さい。Tilt補正にチェックがついている場合、Tilt0度の画像に変換してくれます(取得範囲がその分狭くなります)

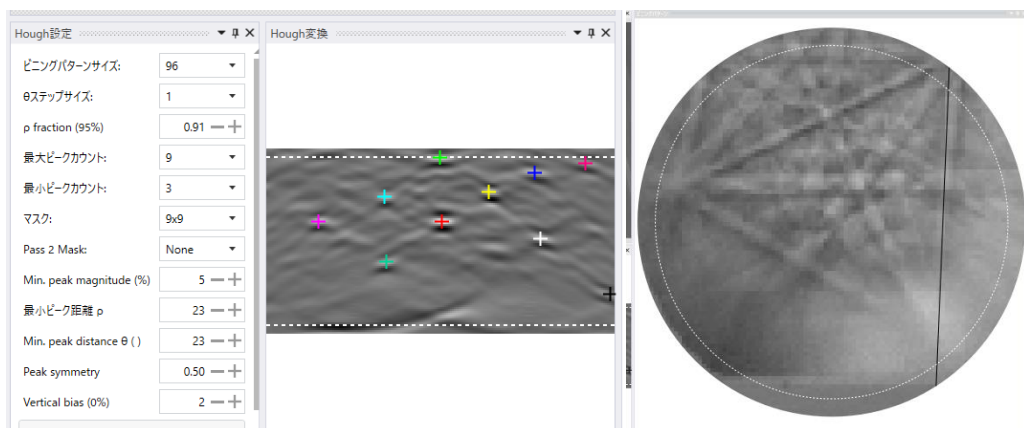
プレティルトはステージ傾斜と同じく70度に設定します。もしステージ傾斜を75度や80度で測定したい場合はこの値も調整して下さい。変更した場合、元に戻して下さい

取り込んだSEM像内でクリックすると、その点のBKG画像処理後のパターン画像が見えます。見えない場合はカメラ設定をやり直してみてください。取込後はSEMが使用出来なくなります。SEMのコントロールを復帰する場合は「外部スキャン制御」をクリックして下さい



パターンが確認出来たら、Houghタブに切り替え、Hough設定を調整します。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。検出すべきバンドが検出されるようにHough変換の各項目の調整をします

# Hough空間の調整



↑一般的な条件設定

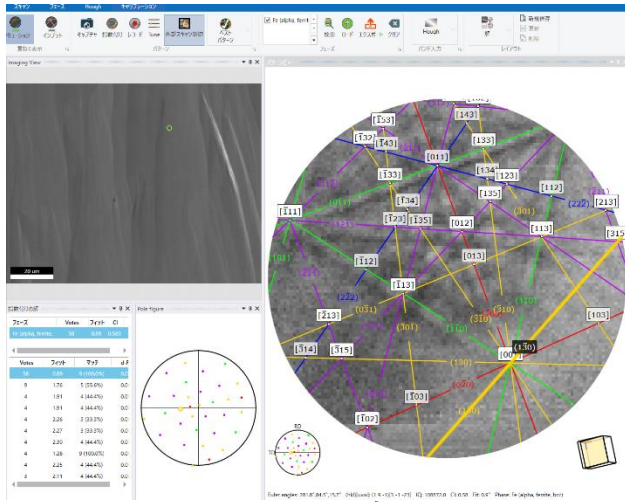
## Hough設定の主な調整の方針は以下の通りです

Hough空間、カメラ画像上でマウスクリックorドラックするとお互いの対応する点とバンドが表示されるので、確認しながら調整しましょう

カメラパネルのスナップショット平均フレームの数値を100ぐらいに設定すると画像が積算されてパターンが見やすくなります

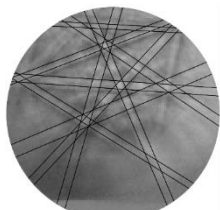
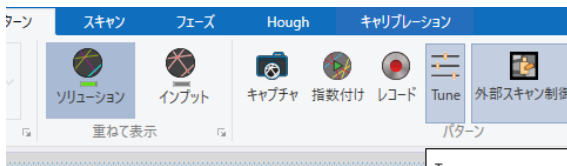
- **ビンングパターンサイズ** 通常96~120ぐらい、バンド幅が広い場合は小さ目、狭い場合は大き目が良い
- **θステップサイズ** 1が推奨。横方向のステップサイズです
- **p fraction** Hough空間の上下部分をカットする。EBSD像に遮蔽物による影がある場合は大きめが良い。端にバンドがたくさんあるなら小さめ
- **最大ピークカウント** 検出するバンド数の指定。対称性の悪い結晶は多めが良い。FCC・HCPは最低7本。BCCは最低8本。15本程度が上限。多いと測定スピードが遅くなります
- **最小ピークカウント** 3で固定
- **マスク** 9x9が推奨。バンド幅が広い場合は大き目、狭い場合は小さ目
- **Pass 2 Mask** Noneが推奨。2回目のマスク処理をします
- **Min. peak magnitude** 検出するピークの強度を指定。大きくすると小さい輝点を取らないようになる
- **最小ピーク距離ρ** 1つのピークを検出したらその点から指定値まで縦方向に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。通常は23ぐらい
- **Min. peak distance θ** 最小ピーク距離ρと同じ意味で、横方向バージョン
- **Peak symmetry** 数値を上げるとHough空間上の輝点の対称性が良いものを拾う。Hough空間の端のものを拾いたければ低めに設定
- **Vertical bias** バンドの検出位置を変える事が出来る。普通は0。Hough空間の高い位置にバンドが集中しているなら上げる

# 菊地パターンの確認



Q: 108872.0 Cl: 0.58 Fit: 0.9° Phase: Fe (alpha, ferrite, bcc)

これはまあまあ良い感じ



インプット表示

パターンタブのアイコンには以下のものがあります

- **ソリューション** 方位の解のパターンを表示します
- **インプット** Houghで検出したバンドを表示します
- **キャプチャ** 現在のカメラ信号をパターンビューに更新します
- **指数付け** 現在のパターンビューのバンドを指数付けします
- **レコード** 指数付けしたパターンビュー画像をプロジェクトツリーに保存します
- **Tune** 現在のパターンに合わせてキャリブレーションを微調整します。fit値が悪い場合、SEM像中心付近で実施してみてください

フェーズ	Votes	フィット	CI
Fe (alpha, ferrite, bcc)	58	0.89	0.583

Votes	フィット	マッチ	d-F
58	0.89	9 (100.0%)	0.0
9	1.76	5 (55.6%)	0.0
4	1.91	4 (44.4%)	0.0
4	1.91	4 (44.4%)	0.0
4	2.26	3 (33.3%)	0.0
4	2.27	3 (33.3%)	0.0
4	2.30	4 (44.4%)	0.0
4	1.28	9 (100.0%)	0.0

指数付けの解

パターンタブの左下では指数付けの解が確認出来ます。2位以下のVote数の解を確認したい場合はここから選択して下さい

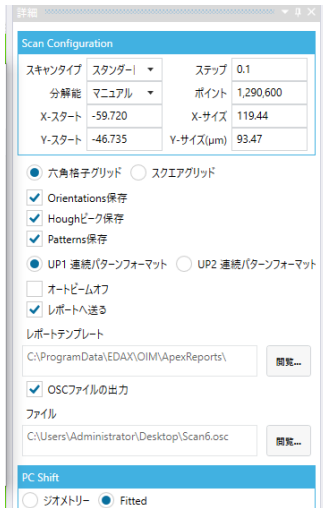
パターンタブに切り替え、検出したバンドとフェーズのパターンとを照合して方位を算出します。SEM画像でクリックするとその点の指数付け結果が現れます

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来ています(立方晶系の場合)

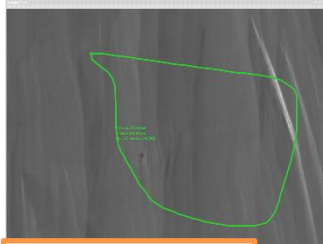
上手く方位解析が出来ていない場合は「測定結果が良くない場合」を参照して下さい

# スキャン設定

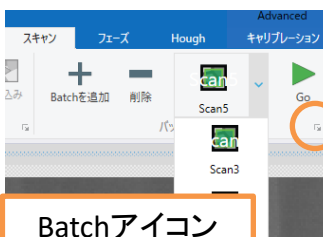
菊地パターンが確認出来て、CI値fit値が良好であればスキャンタブに切り替え、詳細を設定し、スキャンを実行します



- **Scan Configuration** スキャンタイプはスタンダードかフリーフォームを選択出来ます。分解能ではコースやファインなどが選べますが基本マニュアルで調整しましょう。ステップを指定し、ポイント数を確認して下さい。範囲は数値入力か画像からマウスドラックで指定します
- **グリッド** 六角格子を指定して下さい
- **Orientations保存** チェックして下さい
- **Houghピーク保存** チェックして下さい
- **Patterns保存** 各ピクセルのパターン画像が保存して、Analysis 8で再指数付けが出来るようになります。必ず「UP1連続パターンフォーマット」を選択して下さい。データはかなり重く、100万点でおおよそ15GBほどのデータサイズになります。必要な時だけチェックしましょう
- **オートビームオフ** チェックは外して下さい
- **レポートへ送る** チェックして、各種のレポートテンプレートを選択すると、測定終了後にテンプレートに沿った解析結果をwordで出力してくれます
- **OSCファイルの出力** チェックして保存先を指定すると測定終了後にOSCファイルを出力してくれます
- **PC Shift** デフォルトではジオメリーが選択されていますが必ず「Fitted」を選択して下さい



フリーフォーム



Batchアイコン

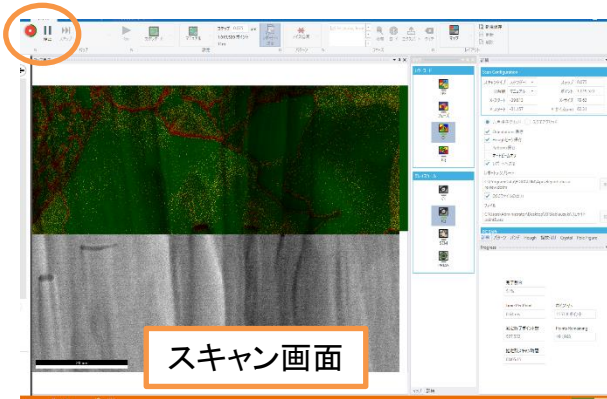
設定出来たら「取込」で測定が開始されます。Batch機能もあり、複数エリアを指定して連続測定することも可能です。バッチリストはバッチメニュー右下から開けます



データ貼付け  
ツールバー

SEM画面上で右クリックから取込エリア付きのSEM像の保存や、「データ貼付けツールバー」で画像に矢印やスケールなどを貼付けすることも出来ます

# EBSD測定



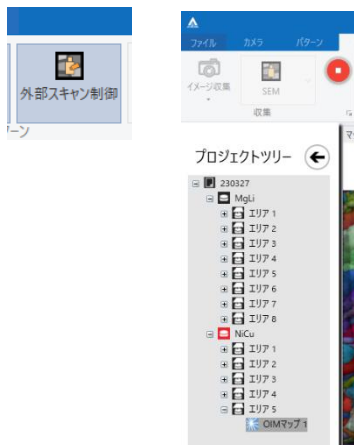
測定の中断、中止は左上のアイコンで行います。進行中、カラーとグレースケールで各種情報を見ることが出来ます。カラーは緑色が値が高く、赤色が低いことを示します



測定中に確認出来るグレースケールに「PRIAS」というものがあります。これはカメラに入る反射電子の信号強度自体でコントラストを作る機能で、「Top」だとCOMPO像ライク、「下」だとTOPO像ライクなコントラストで表現される画像です。はっきりとしたコントラスト差がつけば、Analysis 8でこの像を相分離に使用することが出来ます



測定終了時に統計情報が現れます。DONEをクリックして下さい



続けて測定する時は「外部スキャン制御」をクリックしてSEMコントロールを復帰させて、視野を移動して「画像取得」または「カメラ設定」からやり直してください

測定データは自動でプロジェクトツリーに追加されるので、全ての測定が終了した際はそのままソフトウェアを閉じて問題ありません

# 終了の仕方

## • まず初めに

1. APEXソフトウェア上でマニュアルに記載のない設定項目を変更した場合、全て初めの状態に戻す(加速電圧は10 kVに戻す)
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

## • Ar<sup>+</sup>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OFF、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. APEXソフトウェア終了。データ移動用USBを使用してデータ回収
5. EBSD-PC、オージェ-PC、SEM-PCのディスプレイOFF
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

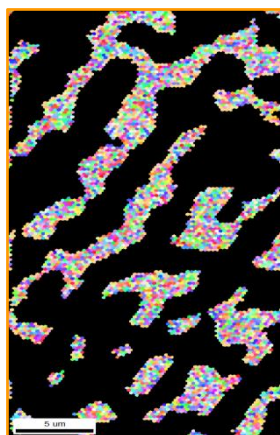
菊地パターンが原因の場合は、

- ・ 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

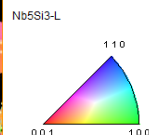
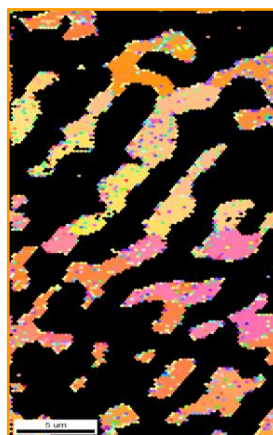
などが考えられます

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。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<sup>+</sup>エッチングの利用法」を参照してください

加工について、CPでの加工をお勧めします。特にアモルファス化しやすい試料の場合は低加速電圧での加工をお勧めします



Ar<sup>+</sup>エッチングで  
変質層を除去





# 測定結果が良くない場合(続き)

指数付けが原因の場合は、

- フェーズが不適切
- Reflectorsで指定している結晶面が不適切
- 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
- 相判定の組み合わせが悪い

などが考えられます

指数付けは、測定した菊地パターンを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。パターンタブやフェーズ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、試料のフェーズが不適切、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になる事もある

**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

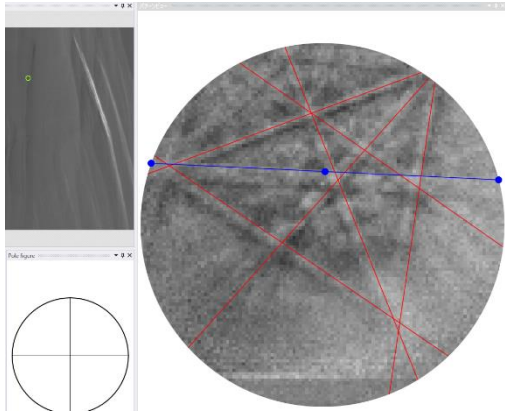
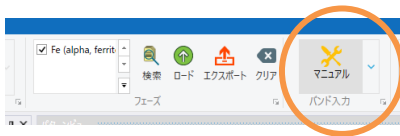
**OverAll CI値:** 複数のフェーズを指定している場合、正解として選んだ相の票数と次に票数の大きい相の差を組み合わせの総数で割った値

**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 $1.0^{\circ}$ 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

**Rank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

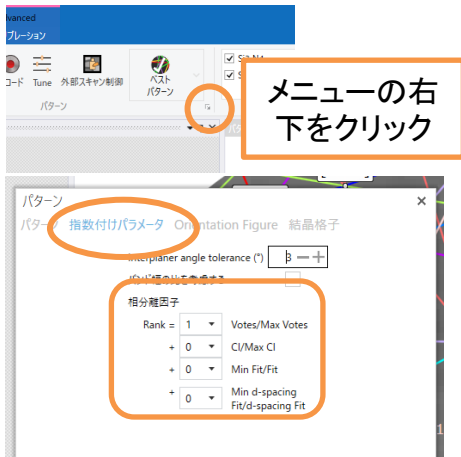
**WDとステージ位置の設定:** CCDカメラに映る菊池パターンが全体的にカメラの上の方にある場合、ステージZ軸とY軸を調整し、さらにWDの値を大きく取りましょう。通常WDは27 mmが良いですが、さらに大きく取る事でカメラに映るパターンの位置を下げる事が出来ます。カメラで一番光っている位置がカメラの中央よりちょっと下辺りになるのがベスト

# 測定結果が良くない場合(続き)



パターンタブ内ではバンドのマニュアル指定と指数付けの相分離因子の設定、フェーズタブ内ではReflectorsの登録変更が行えます

- バンドのマニュアル指定  
パターン画像について、Hough設定が上手くいかずに指数付けが出来ていない場合、画像上でマウสดラックし、マニュアルでバンドを指定して指数付けすることが出来ます。最低3本指定すれば指数付けが可能です



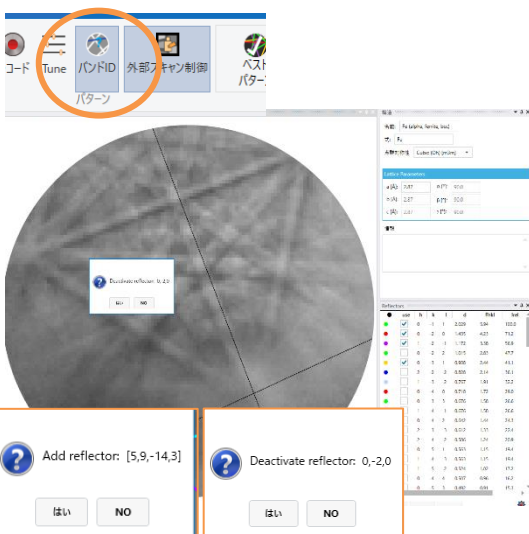
- 指数付けの相分離因子(Rank指数)  
指数付けの際の相分離は通常Vote数によって決定しますがVote数で上手く相分離出来ない場合、CI値やFit値も重み付けして分離に使うことが出来ます

変更したら必ず元に戻して下さい。他の項目は弄らないで下さい

- Reflectorsの登録変更

指数付けではReflectorsでチェックがついている結晶面だけを照合にかけます。パターンが見えていてHough空間でもバンドを捉えているのに、そのバンドの結晶面が照合出来ない場合、Reflectorsを調整して下さい。「バンドID」をクリックし、パターン画像上をマウสดラックするとそのパターンに当たりそうな面指数が表示され、登録がなければ追加、登録されていれば削除が選択出来ます

Reflectors設定を変更して引き続き使用していきたい場合はそのフェーズはマテリアルファイル(bmtファイル)としてエクスポートして下さい

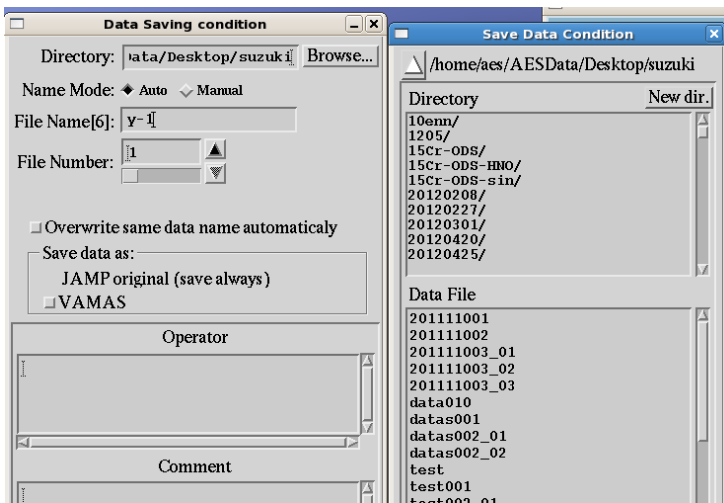


# オージェ分析 wide scan

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**

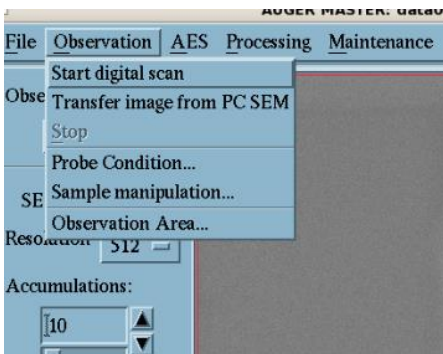
オージェの測定データはAES-PCに保存されます



## 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



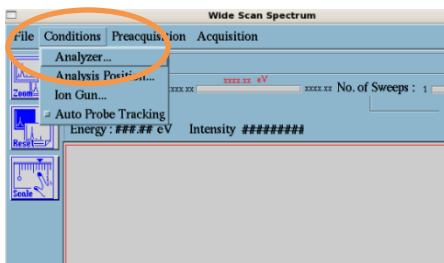
## 1. 分析エリアの取り込み

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

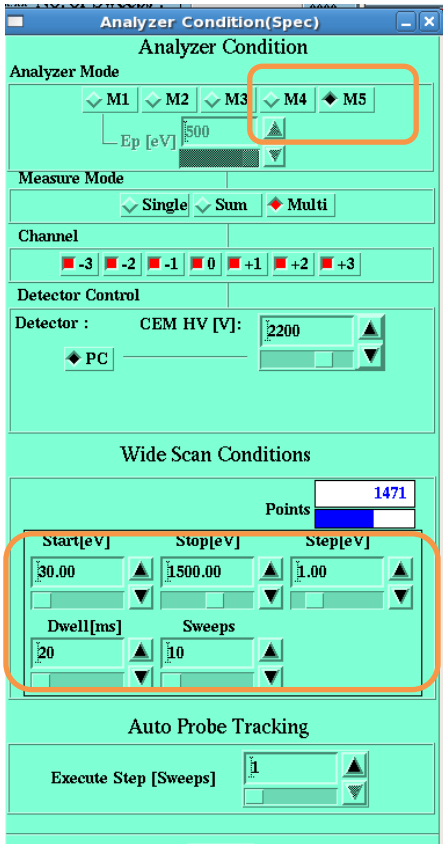
## 2. 分析条件の設定

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)

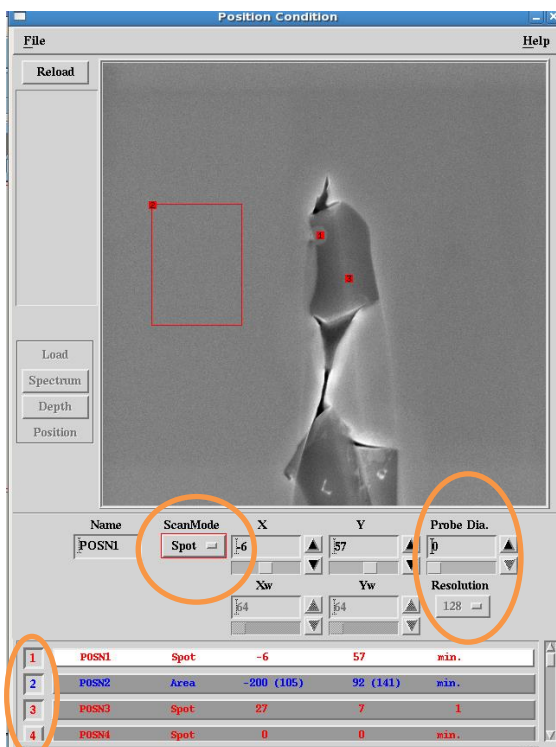


▪ Analyzer mode 選択  
M5を選択してください

▪ 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

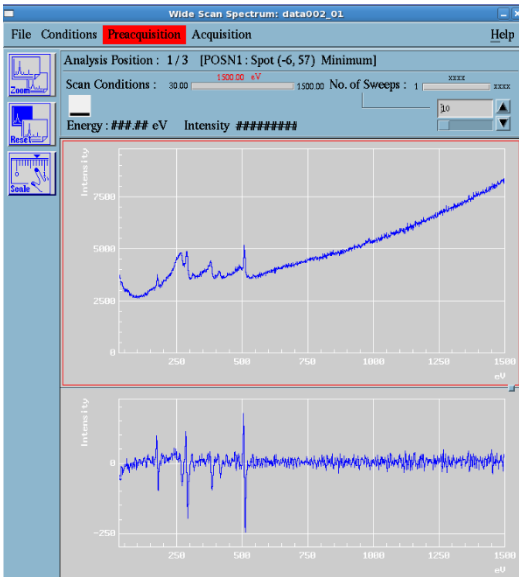
Wide scan Spectrum → Condition →  
Analysis Position でオージェマスターに取り  
込んだ画像から分析箇所を指定する



## ▪ 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  $\mu\text{m}$ )

# オージェ分析 wide scan (続き)



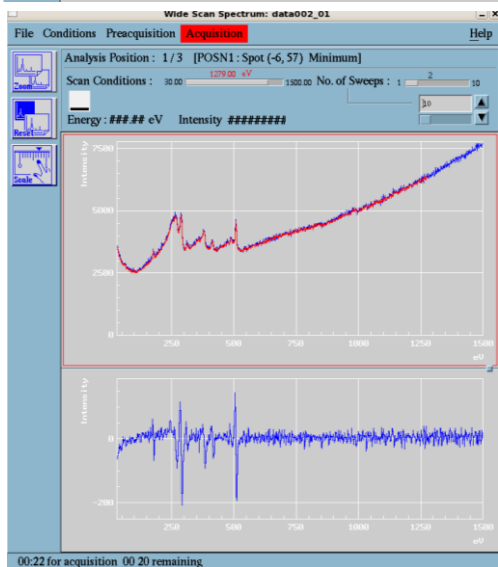
## 7. 予備測定

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

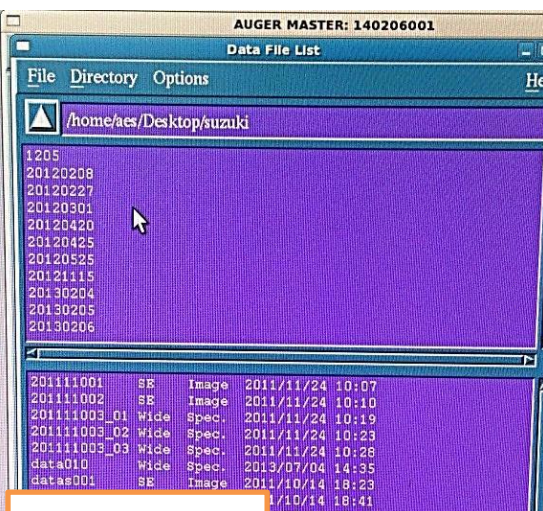


## 8. 本測定

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



Data File List

# Ar+エッチングの利用法

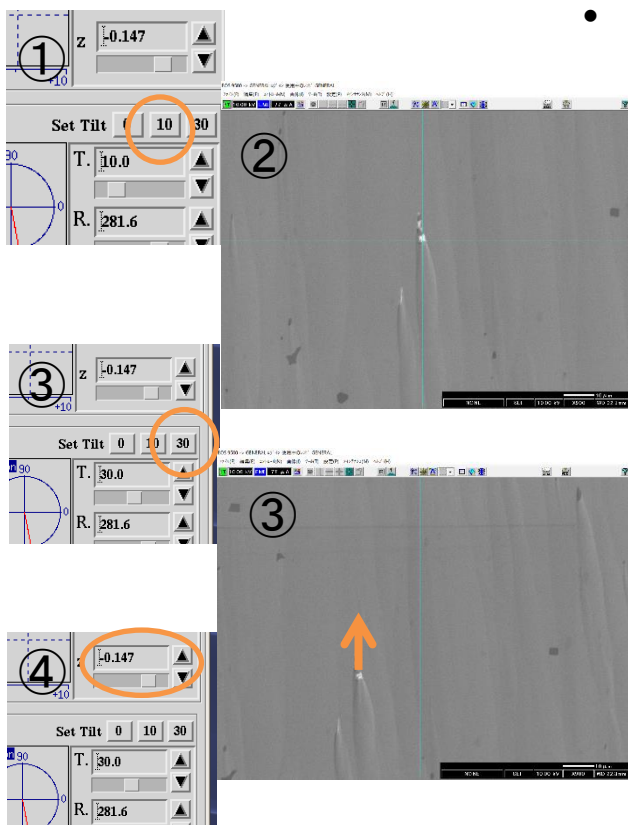
EBSDの前にAr+イオンガンを使って表面のコンタミや酸化膜層・アモルファス層・研磨による歪み層を取り除くと、菊池パターンが鮮明に出る場合があります。EBSD分析の精度を向上させます。SEM画面を中心として1 mm × 1 mm の範囲が削れます

- ・ユーセントリック位置への移動
- ・Arガス導入
- ・Ar<sup>+</sup>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<sup>+</sup>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)

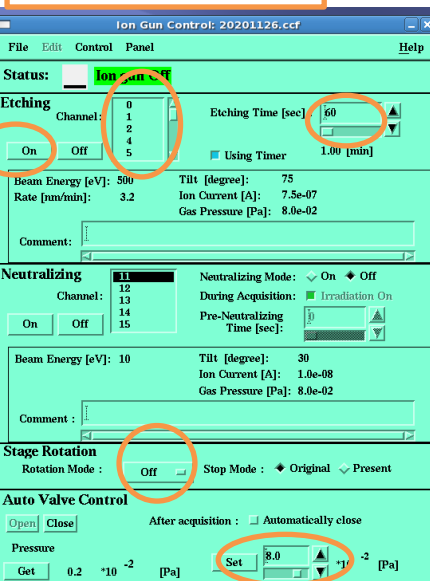


イオン化室真空計



Arガスバルブ

オートバルブ  
コントローラー  
On/Offスイッチ



## ・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  
 $10.0 \times 10^{-2} \text{Pa}$ 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<sup>+</sup>イオンを照射

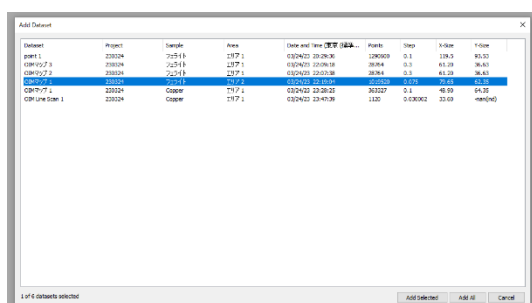
1. 「Etching」でエッチング時間を指定

2. 「Etching」のOnボタンで照射開始

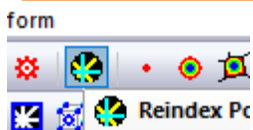
観察位置を中心におおよそ1×1 mmの範囲が削れます

# パターンの再指数付け

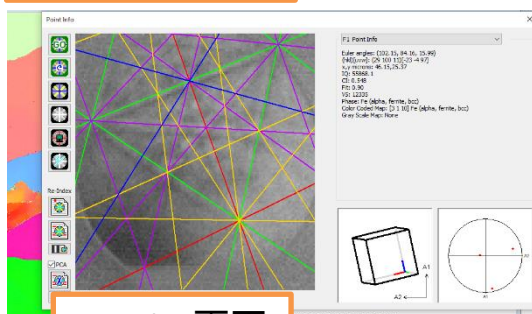
解析用ソフトウェアのOIM Analysis 8では、測定時にパターン画像(up1ファイル)を保存しておけばソフトウェア内で再指数付けが可能です。フェーズのやり直し、Hough設定のやり直しの他、PRIAS像での相分離などが行えます。その他解析メニューの一般的な説明はTSL SolutionsのOIM Analysis 7/8 簡易取扱説明書を確認して下さい



プロジェクト(edaxh5)ファイル



Reindexアイコン



Reindex画面



Houghデータの場合  
(フェーズの再設定は可能)

Analysis 8でoscファイルまたは edaxh5ファイルを開きます。edaxh5ファイルの場合、プロジェクト内のどのファイルを開くか指定します

スキャンデータからIPFマップやIQマップなどを作成しておきます。Reindexアイコンをクリックしてからマップ上をクリックすると、そのピクセルの保存したパターンが確認出来ます。パターンを保存していない場合はHough空間で選ばれたバンドが現れます

画面右上のドロップダウンリストから各項目を確認、調整が出来ます

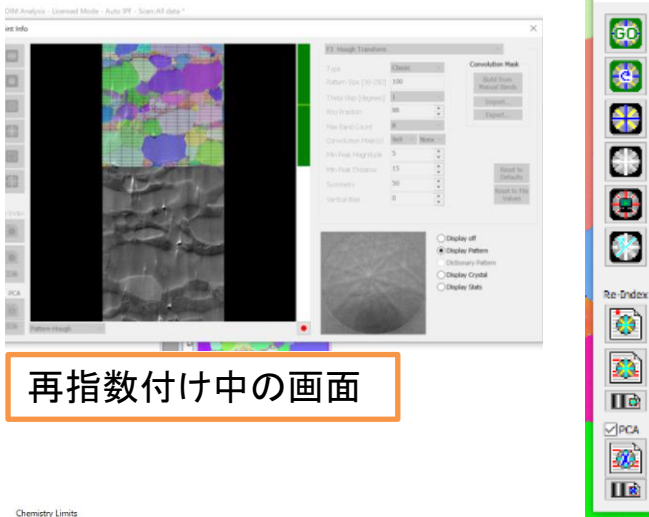
- Point Info** 再指数付けしたCI値やFit値が見れる
- Hough Transform** Houghの再設定
- Indexing** Rank指数の重み付け設定
- Phase** フェーズとReflectorsの再設定
- Solutions** 指数付けの解の確認
- Image Processing** 再度画像のBKG処理をします



# パターンの再指数付け(続き)

画面左端のアイコンは上から

- 今のパターン画像の再指数付け
- Undoボタン
- 指数付けの表示ON/OFF
- Houghで読んだバンド表示ON/OFF
- Houghのバンドとマニュアルバンド指定の切り替え
- バンドIDボタン
- Re-Index(今のpointだけ)
- Re-Index(全部scan)
- Re-Indexのバッチ処理
- 主成分分析(PCA)を用いた相分離
- 相分離のバッチ処理

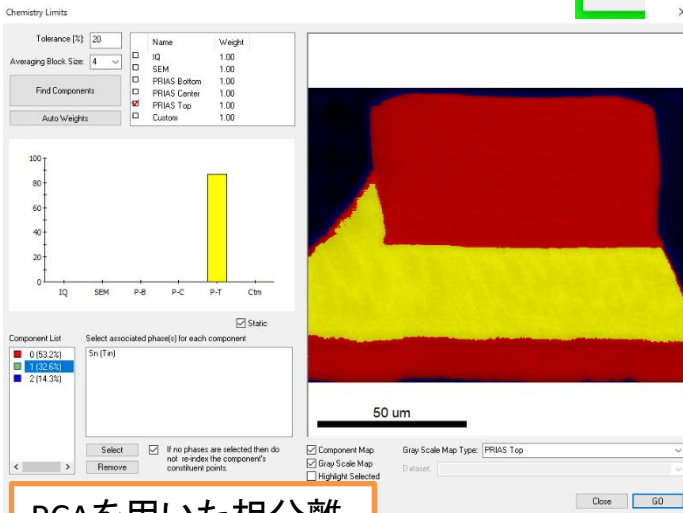


再指数付け中の画面

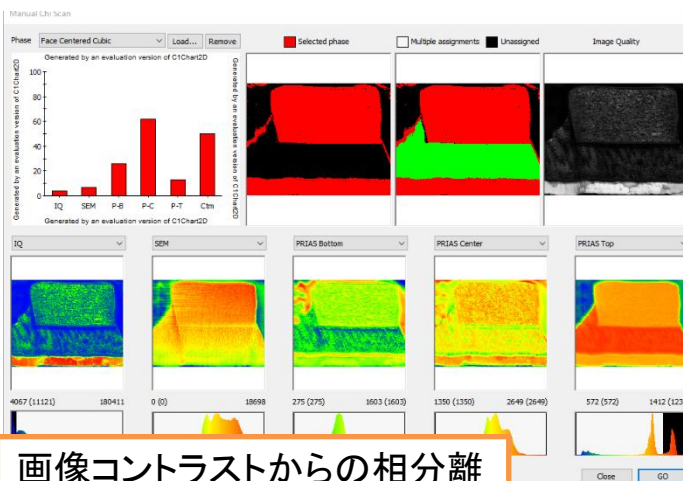
です。再指数付けしたデータはプロジェクトツリーに追加されます

同じ結晶構造で複数相存在する場合、指数付けが上手くいきません。再指数付けでは主にスキャンで得たPRIAS画像やIQ像、SEM像を使用して相分離処理が行えます。PCAでは使用する画像を選択し、Toleranceなどの値を調整してGoで相分離を実施します。分離した結果に対して相を指定してあげると、その相として指数付けをします。PCAのチェックを外すと各種画像コントラストに閾値を設定して相分離することができます

複数相に対して、何かの信号のコントラストが明確についている場合に使用出来ますが、あまりうまく分離できません。上手く分離出来たところだけを切り抜いて扱う方がいいと思います



PCAを用いた相分離



画像コントラストからの相分離