

2023/9/4更新

オージェマイクロプローブ (AES)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
- ステージの移動操作時、ステージ位置稼働制限を守る。動かし過ぎると試料が検出器などにぶつかり、故障します
- ソフトウェア、ハードウェア上のパラメータを変更した場合、装置使用後に必ず設定を元に戻す
- 装置PCに直接自分のUSBメモリ等の記録メディアを差し込まない。当研究室専用のUSBメモリを利用し、解析用PCを経由してデータを取り出す
- 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職員に連絡を取って講習を受けること
- 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
- トランスファーベッセルを使用する場合、必ず施設職員に連絡し許可を取る
- 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



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 $10^{-7} \sim 10^{-8}$ Pa

: イオン化室 0.1×10^{-2} Pa

AESのPC・ソフトウェアは常時立ち上げたままになっています。ディスプレイの電源だけをつけてください

SEMソフトウェア、オージェマスターが消えている場合は立ち上げ直してください



AES解析用PC

AES解析用PCと装置PCはネットワーク接続しています。デスクトップ上の「AES-PCショートカット」アイコンから開いてデータを回収して下さい。デスクトップ上の「VMware Workstation」を開き、Linux OS上で「Auger master processing」を開けば、装置PC内のデータ編集などが実施出来ます。装置PC内データのアドレスは「home/aes/AESData/Desktop」です。

試料の準備



超音波洗浄器



オージェ分析ではコンタミ(試料汚染)が分析に強く影響を与えます。出来るだけ清浄な表面を用意して下さい

- 出来るだけ大気非暴露な環境で保存
- 超音波洗浄(純水、エタノール、アセトンなど)を行い、エアガンなどで即座に乾燥。さらにホットプレートなどで加熱する
- 断面観察の場合はクロスセクションポリッシャ(CP)で平滑で清浄な断面を出す
- 埃やゴミはブロワーでよく飛ばす
- 利用するホルダーも洗浄や加熱を行うとコンタミ除去に有効です

AES試料ホルダーは真空デシケーターに保管してあります。ポンプは常時稼働なので、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

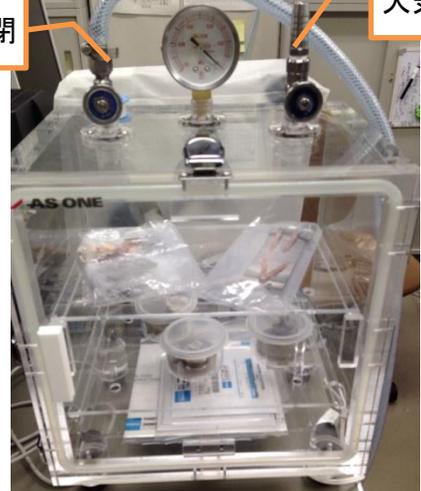
ホルダーは以下の三種類↓

- 小型ホルダー(試料サイズ:厚み4mm×12mmφ以下)
- 大型ホルダー(試料サイズ:厚み5mm×20mmφ以下)
- 断面観察用ホルダー(試料サイズ:厚み7mm×11mm×10mm以下)

大型・断面ホルダーはチルト角度制限があり、55度までしか傾けられません。EBSD測定の際は小型を選択

ポンプ側:閉

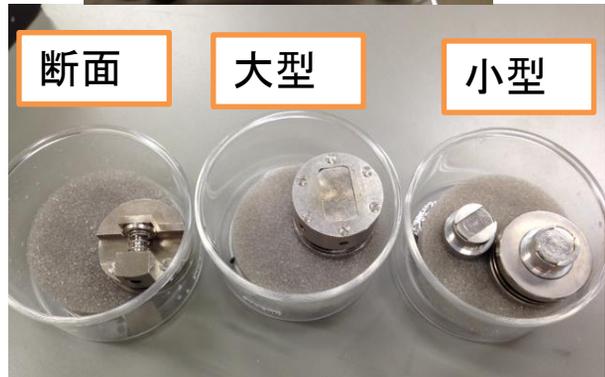
大気側:開



断面

大型

小型



試料の準備



小型ホルダー

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

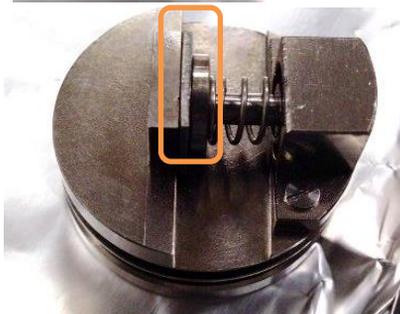
- 固定したらホルダーを振ってみて固定出来ているか確認
- ネジ類はしっかり固定、ネジはなくなさないように



大型ホルダー蓋



大型ホルダーも分解可能です。蓋は3種類あります



断面観察用ホルダーは試料を左図のように挟み込みます。ホルダー下部に試料を接地した方が安定します

- サンプル断面をホルダーより少し迫り出して固定

固定が不十分な場合、または粉末試料などはカーボンテープなどで固定してください。
使用後はホルダーを洗浄して下さい

- 試料のドリフトが気になる場合はペストを使ってください。使用時間真空引きする事
- カーボンテープ他、銀ペスト、カーボンペスト、銅テープ、普通の両面テープ、瞬間接着材などがあります



試料の導入



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



ホルダーの**下の溝**にフォークを差し込みます



導入室内のフォークにホルダーの**上の溝**を差し込んで、マグネットリングを回して「**CLOSE**」を上にし

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

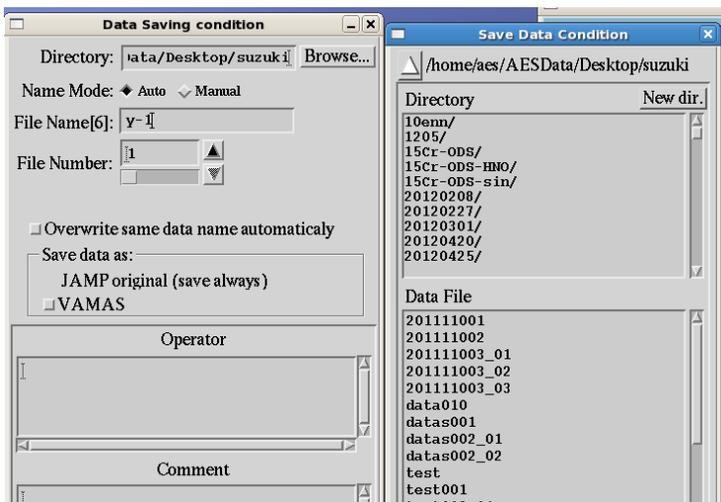


導入室でしばらく真空に引き続けます
目安: 金属板一枚なら30分、粉末試料なら2時間ほど

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

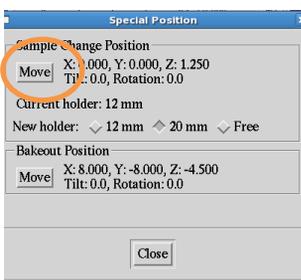
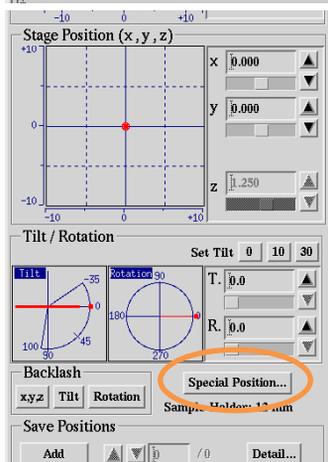
これはまだ真空が引けます↑

試料の導入



真空を引いている間に、
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



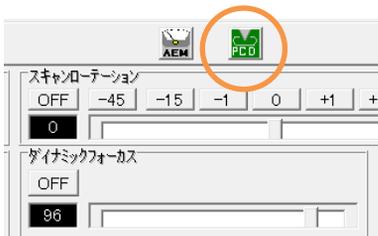
オージェマスター → observation →
sample manipulation を選択
Special Position をクリック
立ち上がったウィンドウから
Sample Change Position の Move をク
リック。New holder からホルダーの
種類を選択し、Close

小型 → 12mm 大型・断面 → 20mm

ビームシャッター



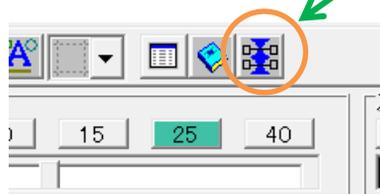
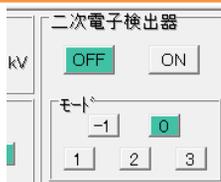
PCDアイコン
緑色In 灰色Out



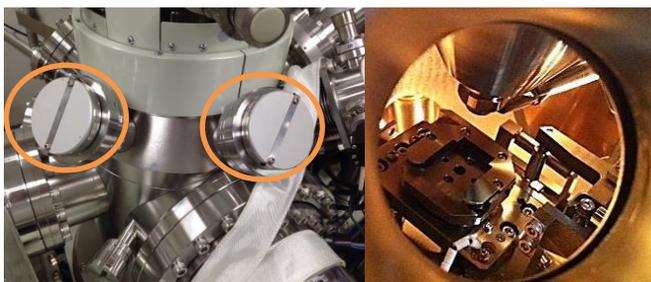
- ビームシャッターが閉じている
- PCDが入っている
- 二次電子検出器がOFF
を確認

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



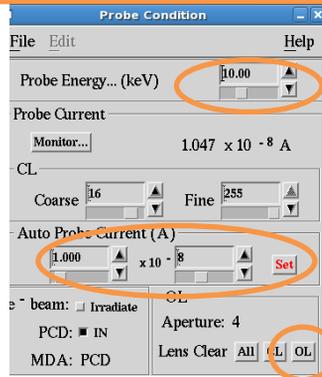
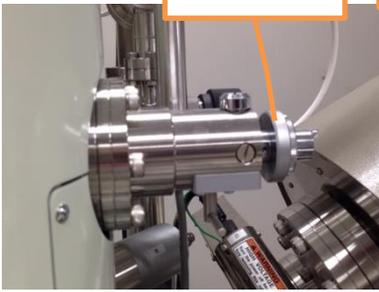
分析室の真空度を確認します。真空度が 5.0×10^{-6} Paより悪い場合、試料を回収して導入室で真空を引き直してください

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

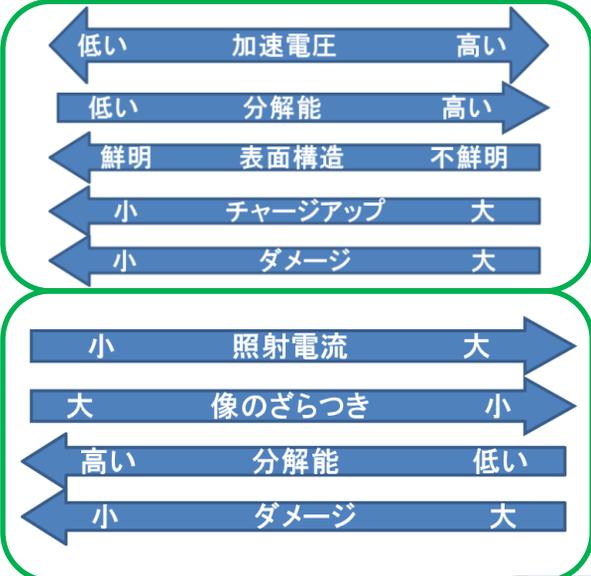
開いてます

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 選択、OL→Lens Clear→OLをクリックして消磁

電磁レンズのヒステリシスを消磁してま
す。ヒステリシスが残っていると軸合わせや
オージェ分析に支障が出ます



Probe Energyに電子ビームの加速電圧、Auto Probe Currentに電流値を入力し、Setボタンをクリック

- 普通に使う場合は10 kV ,10 nA 推奨
- 20 kV 以上に昇圧する場合、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
- 電流値が大きいとオージェ分析でS/N比向上します
- EBSD時は15~20 kV 推奨、電流値大き目
- 20 nA 以上にする場合は対物絞り番号の変更が必要
- 微小領域を観察する際は電流値下げる

電圧・電流値の設定後、PCDをOut、二次電子検出器をOn

検出器Onと同時に分析室真空計はOffになります
SEM像が観察出来ます

観察したい場所へステージを移動

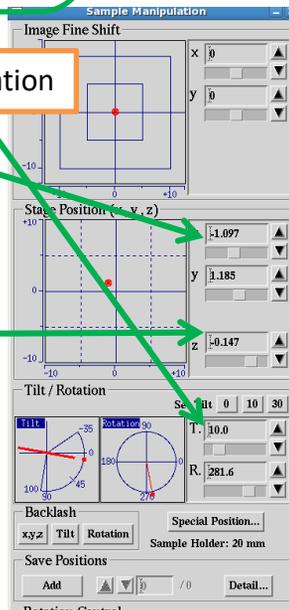
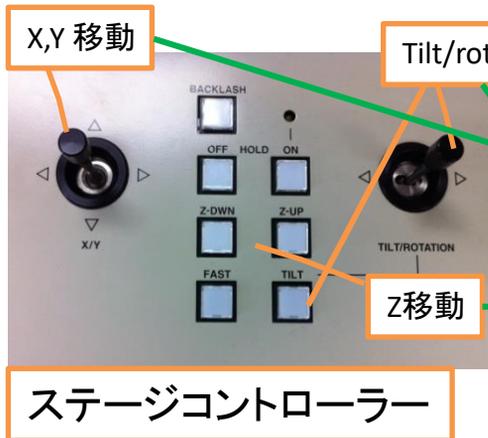
大きく移動する場合、サンプルが中で何かにつつかないよう細心の注意を払う事

X,Y 移動

Tilt/rotation

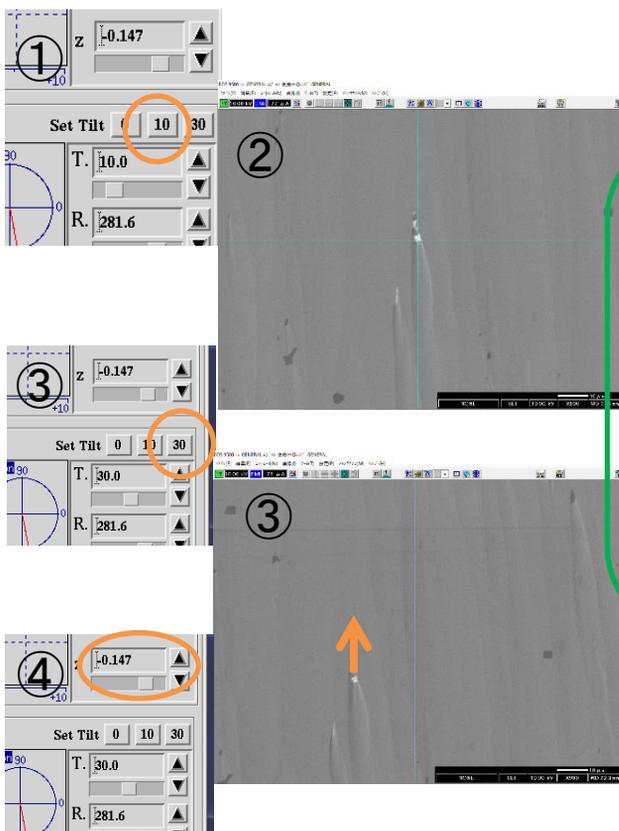
Z移動

ステージコントローラー



試料の観察

オージェ分析を行う場合 or Ar+イオンガンを使う場合
・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 観察する場所でターゲット(見やすいもの)を画面中心に移動させる(xy操作で)
- 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
- 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)

- ・ 観察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
- ・ ユーセントリック位置からずれてるとAr+イオンガンでうまく削れません。オージェ分析の強度も落ちます

・反射電子検出器の使い方(COMPO・TOPO像観察)

留めネジ緩める



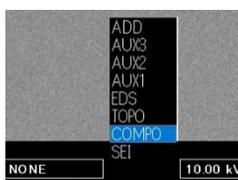
反射電子検出器導入バルブ

Tilt軸0度の状態で二次電子検出器Offにし、ステージを覗きながら装置後部の反射電子検出器導入バルブを、留めネジを緩めてからIN側へ止まるところまで回す。検出器が入るのを目視確認する。以降Tilt操作禁止。ぶつかります

2次電子検出器をOnにし、SEMソフトウェアの右下、SEIの表示をクリックして、COMPOかTOPOを選択

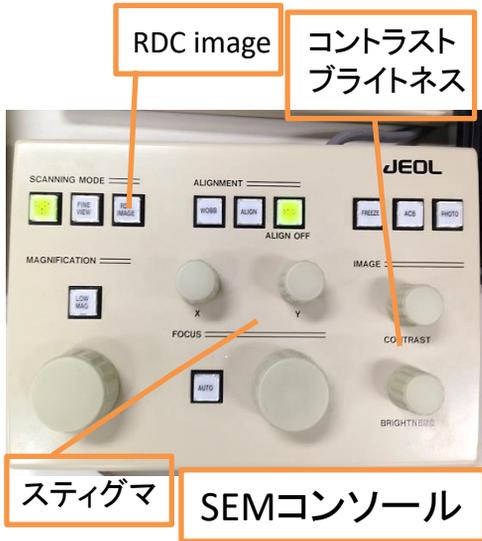


反射電子検出器



- ・ 利用後は必ず撤収する。入れた事を忘れないで下さい
- ・ 電流値1nA程度がお勧め。大体数100nmの深さを見てます
- ・ TOPO像は画面の上に光源があるような陰影が付きま
- ・ COMPO像は重い組成が明るく、軽い組成が暗く見える

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・ブライトネスを調整

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

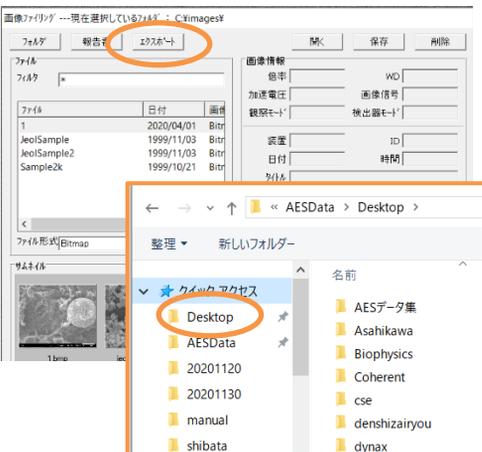


・SEMコンソールの説明

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

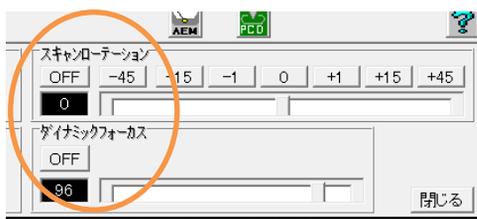
試料観察で使う機能

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

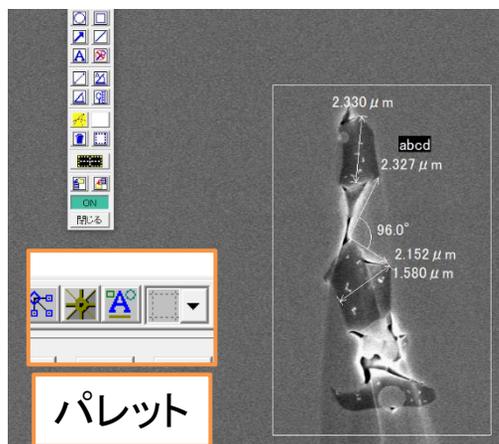


SEMモード番号

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



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

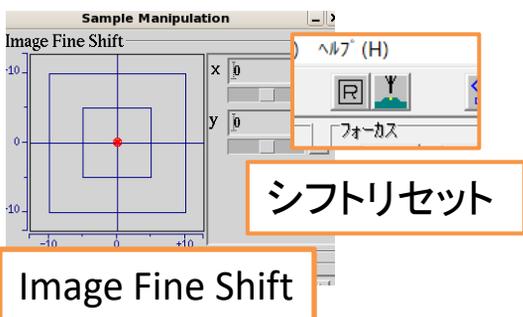
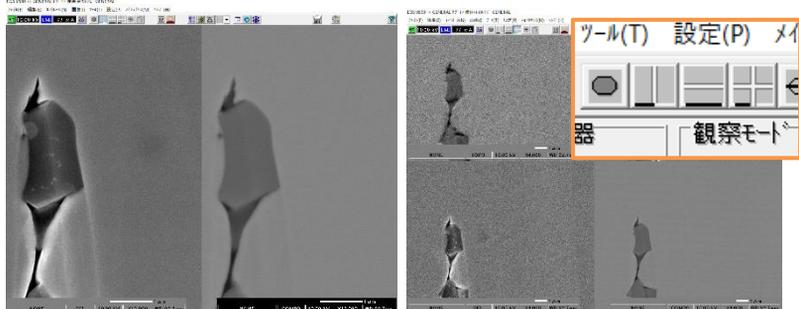
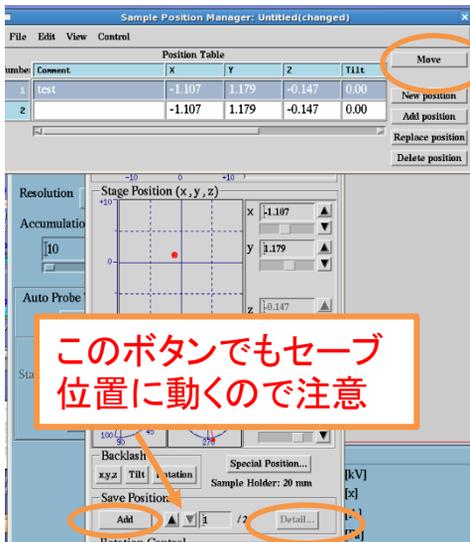


Image Fine Shift

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

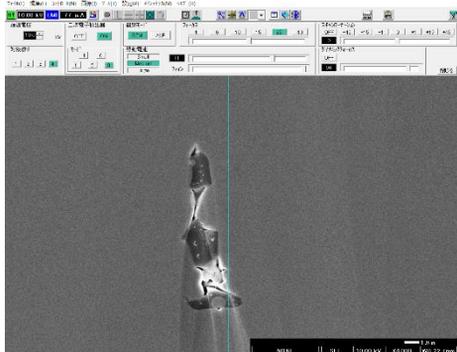


試料観察で使う機能



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。注意して使用すること



スポットボタンを押すと青色の十字が像上に出てきます。もう一度押すと十字が黄色に変わり、ビームがスキャンモードからスポットモードに変わります。十字の中心部のみビームを照射します。その間、像はフリーズします

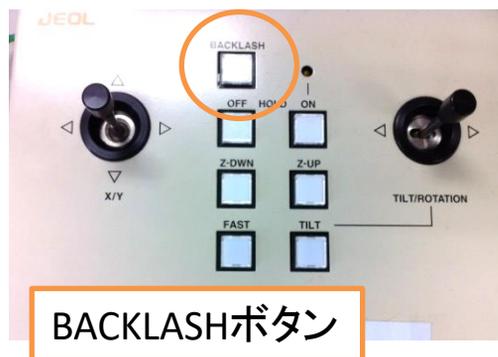
低倍率だとスポット位置が指定位置から若干ズレます。スポットモードでビームを照射しながら簡易的にオーギュの点分析をかける事が出来ます→分析点指定をscanに変更、分析したい箇所に十字を動かす



スポットボタン

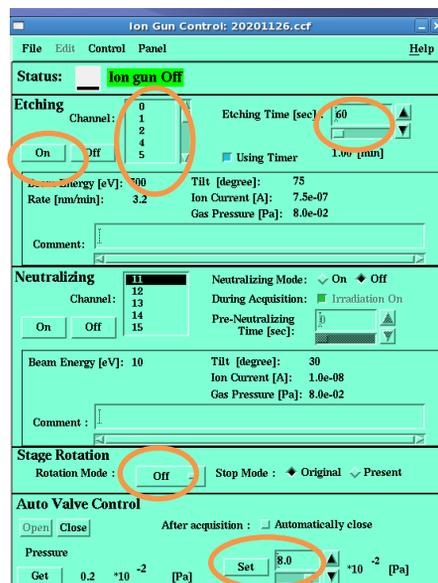
試料を観察中に像が動いてしまう場合

- 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



BACKLASHボタン

Ar⁺エッチング



Ar⁺イオンビームを照射し、試料のコンタミ除去や酸化膜除去が行えます。分析だけでなくSEM観察にも効果的です

化学状態分析を行いたい場合にはビーム照射の影響で材料の還元、アトミックミキシングなどが起こるため、利用しない方が良いでしょう

- EBSDのカメラや反射電子検出器を導入している場合は使用禁止
- ユーセントリック位置にいないとイオンビーム照射位置が観察位置からズレます

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 10.0×10^{-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 1×1 mmの範囲が削れます

帯電しやすい試料について

試料の導通が取れないような試料の場合、電子ビームの照射により試料表面が一般にはマイナス電位に帯電します。SEM像及びスペクトルの取得が困難になります。オージェでは分析深さが非常に浅い故に、カーボンや金の蒸着も分析上困難な為、他の手で帯電を緩和する方法を取ります



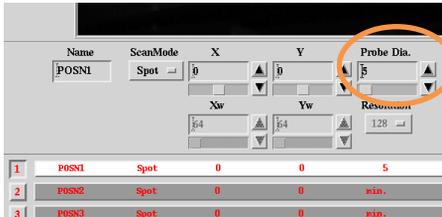
アルミホイルでマスク

試料やステージのセッティング

- カーボンテープやペーストを利用して試料の導通が取れる固定を行う
- アルミホイルで分析箇所以外をマスクする
- 絶縁体のゴミや過度な凹凸を除去する
- ステージを高傾斜(tilt80度ぐらい)する事で2次電子の放出量を増やし、一電位を緩和する

照射電流、スペクトル取得の設定

- 出来るだけ電圧、電流量を下げる
- スペクトルを取る際はプローブ径を大きくするか、電子線をデフォーカスして測定
- スペクトルが帯電によりチャージシフトを起こしているか、安定しているか予備測定で細かくチェックする



プローブ径の設定(μm)

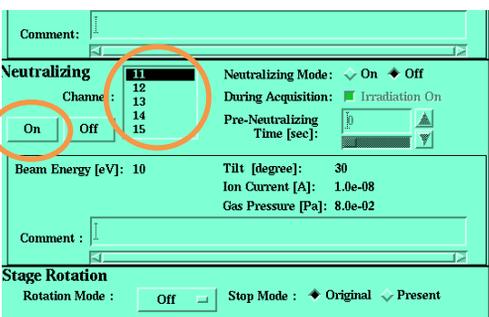
中和電子銃を利用する

低速のAr⁺イオンを照射する事で分析箇所周囲の一電位を緩和します

「Ar⁺エッチング」を参照にArガスの導入、ガス圧調整を行ってから、Neutralizingメニューで中和電子銃のChannelを設定し、Onボタンをクリック

照射したままスペクトルを取得します

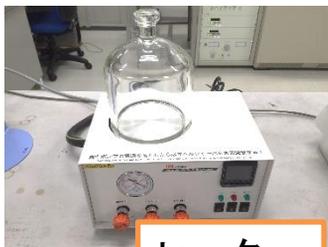
分析箇所周囲の帯電を抑えるのに有効ですが、分析箇所の帯電についてはステージ傾斜が有効です



Ch11からCh14まで各種ビーム設定の用意があります。Ch14は少し削れます

酸化、汚染しやすい試料について

試料が酸化しやすい、コンタミが付着しやすい場合、分析中でもピーク強度などに変化が生じてしまいます。対策として、汚染源・水分の付着があるホルダーの洗浄と加熱が有効です。試料も洗浄や加熱が可能であれば併せて実施して下さい



ヒーター



ヒートガン

- ホルダーをエタノールで超音波洗浄（ホルダーを超純水で超音波洗浄）
- ブロワーなどで乾燥させた後、ヒーター、ヒートガンなどでホルダーを100度以上に加熱(出来るなら試料も搭載)
- 冷える前に温かいまま試料準備室へ導入(冷えるとまた水分などが付着します)
- 分析時、コンタミ(炭素)の増加や酸素の増加傾向を予備測定などで確認

電子線照射に弱い試料について

熱に弱い試料などでは電子線照射により、表面形状が崩れたり、ピーク強度に変化が生じる場合があります。試料準備の段階、または分析条件を調整して影響を緩和させます。アルカリ金属、アルカリ土類金属、ハロゲン類は電子線照射の影響でピークが減衰する事が多いので、予備測定や繰り返し測定で影響の度合いを確認しましょう



カーボンコーター

- 電子線条件を変更。基本的に電圧・電流値を下げていく。電圧は目的のピークエネルギーの10倍程度に設定しておくともS/N比が良いです
- Probe dia.を設定し、プローブを広げて分析、またはエリア測定にする
- カーボンコートを薄く実施したり、目的面以外を導電性コーティングするなどして、熱を逃がすような工夫をする

オージェ分析

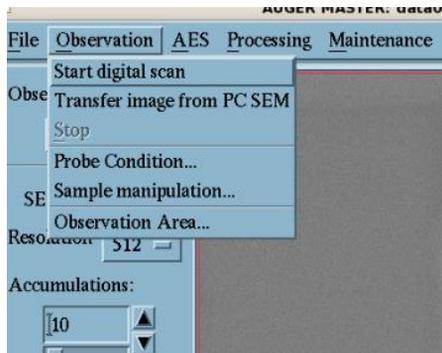
分析方法には主に以下のような種類があります

- **wide scan** — 広いエネルギー範囲でスペクトルを取得、主に元素分析用
- **split scan** — 特定元素のエネルギーエリアだけを測定、主に状態分析用
- **line profile** — 線分析。特定元素のpeakとbackgroundの強度を取得し、ラインプロファイルを作成
- **spectrum line profile** — 線分析。特定元素のエネルギーエリアを測定し、強度を計算、ラインプロファイルを作成
- **depth profile** — 深さ方向分析。Ar⁺エッチングとスペクトルスキャンを繰り返す
- **auger image** — 特定元素のpeakとbackgroundの強度を取得し、元素マッピング
- **spectrum image** — 視野内の全ピクセルがスペクトルデータを持つデータキューブを作成。マッピング画像を再構築する

分析の為に設定しなければならない事、やっておかなければならない事は主に以下の項目です

1. **分析エリアの取り込み** — オージェマスターで分析エリアを取り込む
2. **分析条件の設定** — 分析モード、測定するエネルギー範囲、ステップ、積算時間、積算回数、オートプロブトラッキング間隔を指定
3. **分析箇所の設定** — 分析する場所をpointかareaで指定。分析時のビームのスポットサイズも指定出来ます
4. **ROIの設定** — 測定する元素の指定やpeak&backgroundを指定する
5. **イオン銃の設定** — イオンビームの出力や照射時間を設定、帯電時に使用する中和銃を設定する
6. **Auto probe trackingの設定** — 測定中に分析箇所の画像を取得し、取込時の画像と比べてずれている場合にビームシフトを行い、元の測定位置に修正します。試料が動きやすいor高倍率or長時間での測定の場合に使います
7. **予備測定** — 本測定の前にスペクトルを収集し、スペクトルが安定しているか確認します。データには残りません
8. **本測定** — 積算をかけてスペクトルを取得します。積算回数などを途中で変更する事が出来ます

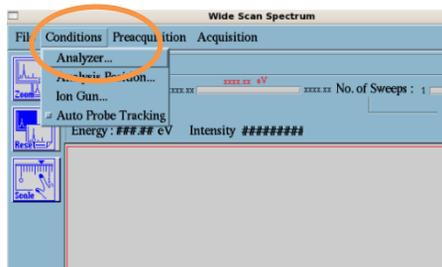
オージェ分析 wide scan



1. 分析エリアの取り込み

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

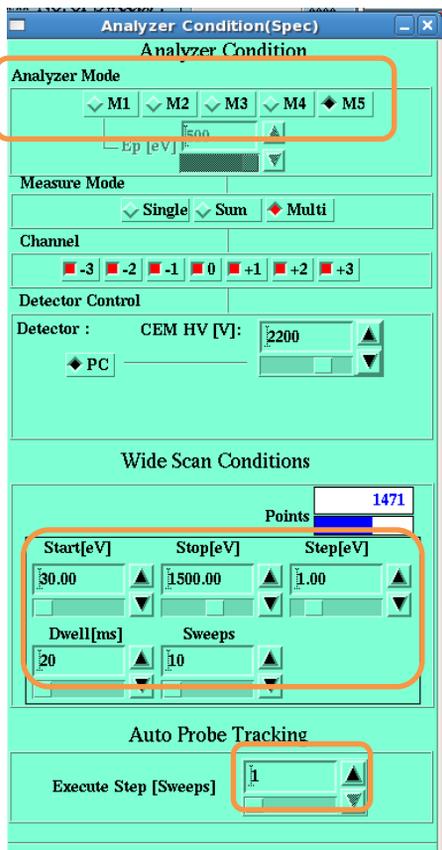
解像度、積算回数、取り込み範囲をオージェマスター左のメニューで変更できます



2. 分析条件の設定

AES → Spectrum → Wide Scan Spectrumでwide scanのウィンドウが立ち上がります

Wide scan Spectrum → Conditions → Analyzerを選択



▪ Analyzer mode選択

M1: エネルギー分解能が測定エネルギー値によらず一定、パスエネルギーを指定する。値が小さいほど分解能良い。基本使わない
M2~M5: エネルギー分解能が測定エネルギー値に比例して下がる。M2が0.05%、M3が0.1%、M4が0.35%、M5が0.5%となり、番号順で悪くなるが逆に強度は高くなる。M2,3は主に化学状態分析時、M4,5は組成分析時に使用

▪ Wide Scan Conditions設定

測定したいエネルギー範囲指定

ステップ間隔、積算時間、積算回数指定

積算回数は測定中に変更可能

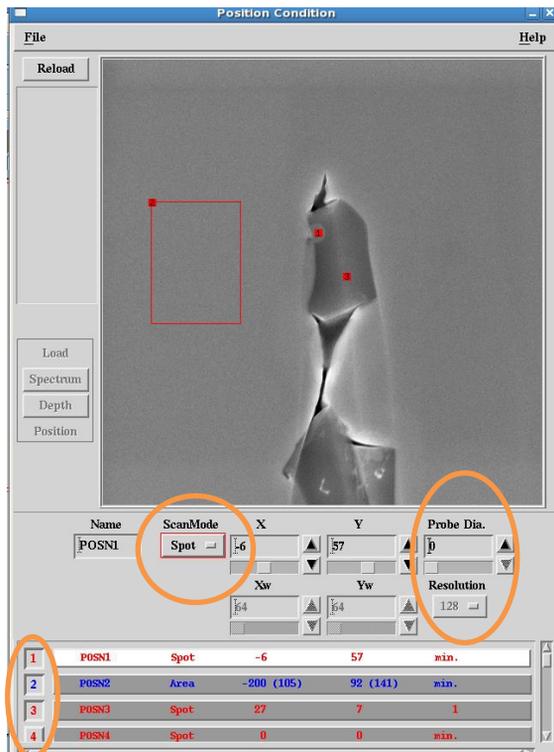
ステップは組成分析時: 1.0 eV 化学状態分析時: 0.2 eV 推奨

▪ Auto Probe Tracking設定(利用時)

Probe trackingを何回ごとに行うか設定

設定が終了すると測定時間がWide Scan Spectrumウィンドウ左下に表示されます

オージェ分析 wide scan



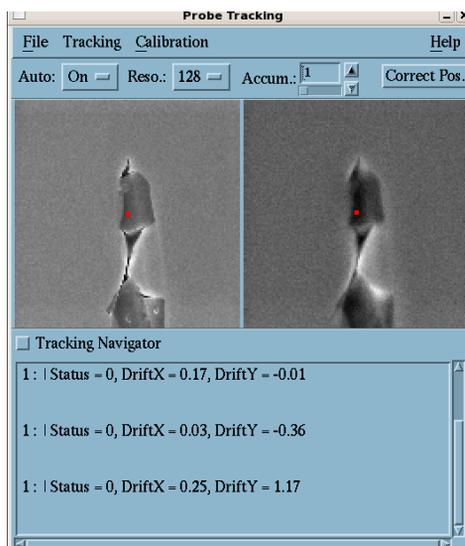
3. 分析箇所の設定

Wide scan Spectrum → Condition → Analysis Position で取り込んだ画像から分析箇所を指定

・分析箇所の指定

1. 画面下1~20番のチェックボックスを押す
2. Scan mode選択
Scanを選び、SEMでスポットモードを使ってSEM画像中でスポット位置を操作する事で、簡易的に分析箇所を指定出来ます
3. 分析箇所を指定
4. Probe Dia.とResolutionの指定

probe dia.を0にしているが一番小さいビーム径になります(大体10 nm)。それ以外の値を入れると指定したビーム径(μm)に広がり、広範囲に分析する事で平均的で安定したスペクトルが取得出来ます。ビーム径を広げる場合は事前にSEMコンソール中央上の「wobb」ボタンを押し、OLウオブラ(HTウオブラではない)をかけながら対物絞りXYを調整すると、ビームが広がった際に位置ズレがおきにくくなります



6. Auto probe trackingの設定(利用時のみ)

Image Fine Shiftを利用して測定中、試料の位置ズレを補正します。1万倍程度で分析位置を細かく指定する分析では利用して下さい。予め、Image Fine Shiftを原点に戻してオージェマスターへのSEM像取得を行っておくこと、初めからImage Fine Shiftが動けるエリアぎりぎりの位置にいると上手く使えません

AES → Probe tracking control を選択

File → Reload でSEM像を取り込む

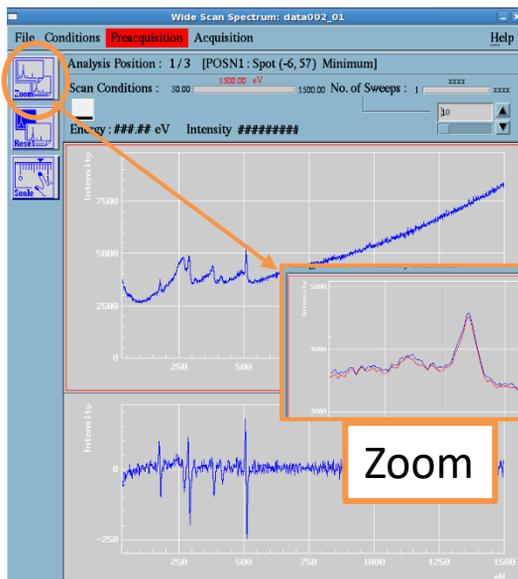
AutoをOnに切り替える

解像度と積算回数を適当な値に指定

Correct Pos.を押して正常に働くか確認

左: 元画像 右: 取得画像

オージェ分析 wide scan



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。出来れば全ての分析点を予備測定して確認してください。Preacquisition → Restartから分析点を変更出来ます

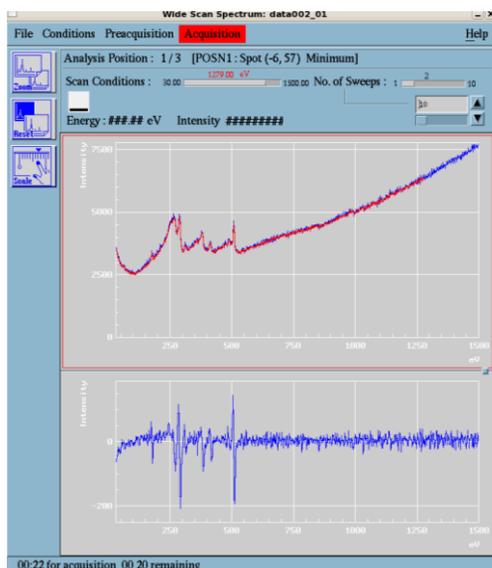
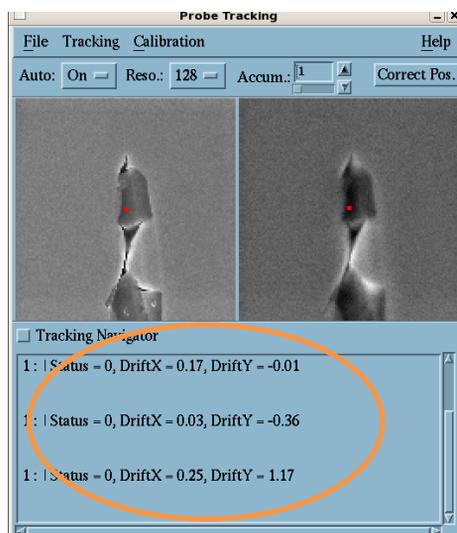
・スペクトルがいつまでも安定しない場合

- ✓ 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

・Auto probe trackingを使う場合

予備測定中にもProbe trackingが働くので、どのくらい位置ズレが起きているか確認

狙っている分析エリアに対して測定中の移動量が多い場合、トラッキングを仕掛ける間隔を早くして下さい。(左のシフト量単位は μm です)



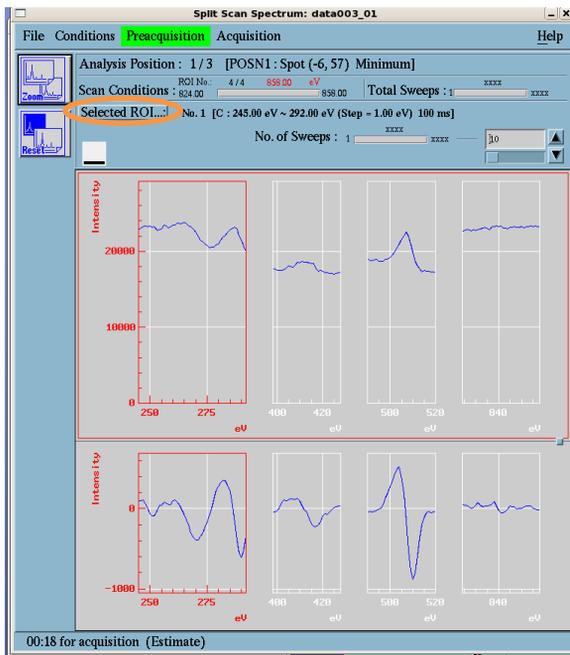
8. 本測定

Wide Scan Spectrum → acquisition
→ Startで本測定が開始します

途中で止める場合はStopを選択。Pauseで止めると電流量やステージ位置などのパラメータを変更後、再開出来ます

装置にもたれかかったり、大声で騒いだりすると分析位置がずれます。静かにしましょう

オージェ分析 split scan



Selected ROIをクリックすると各元素の測定回数を変更出来ます

以下の項目以外はwide scan参照

2. 分析条件の設定

AES → Spectrum → Split Scan
SpectrumでSplit scan ウィンドウが立ち上がります。Analyzer Conditionの設定はwide scan参照

4. ROIの設定

Split Scan Spectrum → Conditions → ROI Condition(split)でROIウィンドウが立ち上がります。一つ前に取ったWideスペクトルが表示されます。下のROIテーブルから測定したい元素を指定or入力し、番号のボタンをクリックします。スペクトル上に測定範囲が水色で表示されます

ROIテーブル内容を更新登録する際はEnterボタンをクリックして下さい

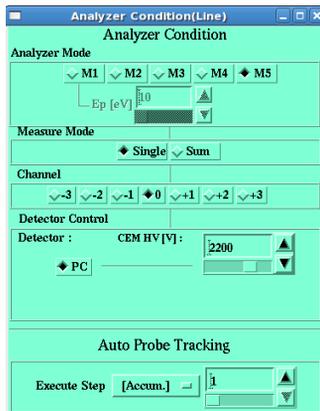


ROIテーブル

表示のスペクトルを確認しながら各元素の測定範囲を調整します。他、積算時間やスイープ回数、Step幅も指定します

スペクトルの表示拡大はResizeをクリックしてからマウスで拡大が出来ます。ROIの設定に戻る場合はROIをクリックします。また別のスペクトルを参照したい場合はFileからデータを指定して開き直せます

オージェ分析 line profile



以下の項目以外はwide scan参照

2. 分析条件の設定

AES → Line Profile → Line ProfileでLine Profileウィンドウが立ち上がります。Analyzer modeとAuto Probe Trackingを設定します

4. ROIの設定

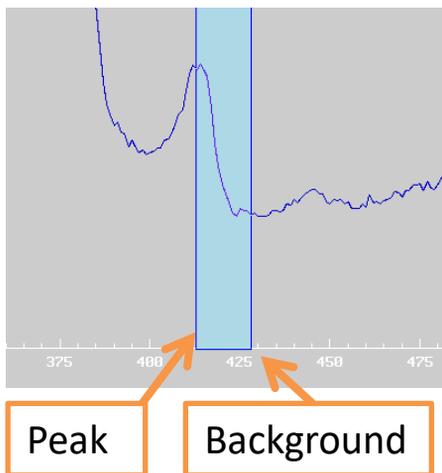
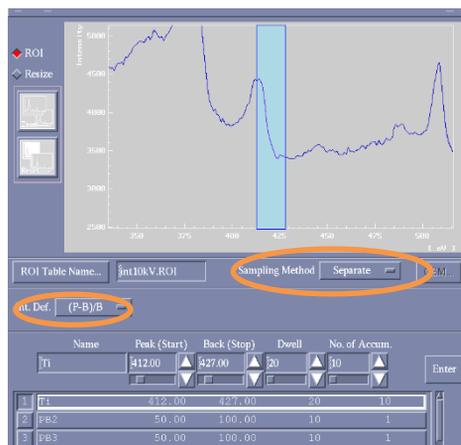
基本的な操作はsplit scanを参照

ここではLine Profileの強度を作るPeakとBackgroundを2つの方法で設定します。強度の定義についてはInt.Def.から選択します。基本(P-B)/Bで問題ありません

Bで割る事で、分析箇所の凹凸による影響を緩和してます

・PB別(Separate)法

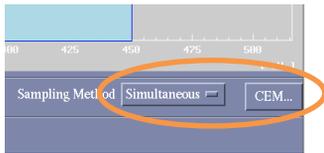
指定したピークとバックグラウンドのエネルギー値の強度をそれぞれ測定します



Sampling MethodでSeparateを指定し、測定元素を設定後、各元素についてピークとバックグラウンドのエネルギー値を指定します。スペクトル上の水色表示のバーでは左側バーがピーク、右側バーがバックグラウンドです

PB同時法に比べて設定が楽です。ピークが見えていれば問題なく取れますが、PB同時法より測定時間がかかります。Pが小さく、右上がりのBよりも強度が低い場合などは取れません。またPとBの設定を後から変更する事が出来ません

オージェ分析 line profile



・PB同時(Simultaneous)法

PとBを別個に測定せず、7つある検出器にそれぞれPとBの担当を決めさせて、同時に取得します

Sampling MethodでSimultaneousを指定、元素を指定後、CEMボタンをクリックするとP/B Simultaneous Conditionが立ち上がります



CEM

・CEMの設定

測定する元素のピークが見えやすいように表示の幅を調整

analyzer ModeをM1に変更し、Epの値をRangeがPeakとBack両方が-3chから3chの間に収められる幅になるよう整える

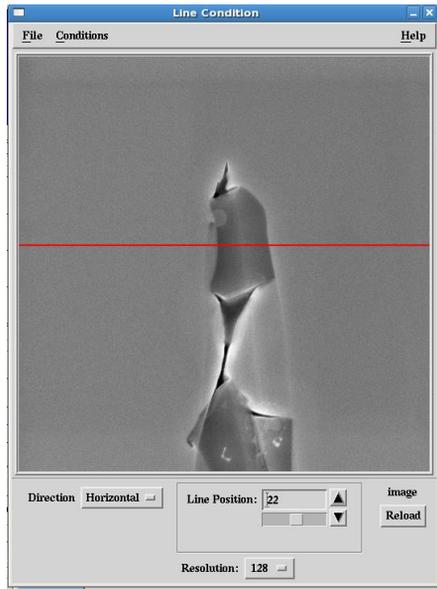
-3chから3chまでの7channelは各検出器の名称です。下の数値は各検出器が測定するエネルギー値です。Ep(パスエネルギー)を変えると7つの検出器が測定する全体のRange(エネルギー幅)が変わり、測定するエネルギー値もそれぞれ変わります

各チャンネルのエネルギー値を整えてそれぞれPeak担当、Back担当を割り振る。Gain value calculation energyにBack(3ch)のエネルギー値を指定

順次、各元素でCEMを設定する

上の例では-3chと3chをBと指定、他をPと設定しています。基本的に0chをピーク中心に持ち込み(スペクトル上のバーを動かす事で指定出来ます)、Epに適切な値を入れて-3chと3chをBに届くようにすると良いでしょう。ピークが低エネルギー側に裾野を広げるタイプの場合は高エネルギー側だけをBにして残りをPにすると良いです。またP/Bの他Noneを指定して測らないという事も設定出来ます

オージェ分析 line profile



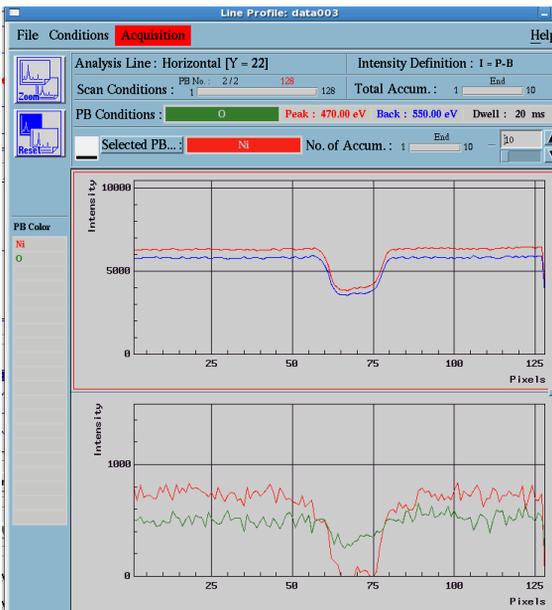
3. 分析箇所の設定

Line Profile → Condition → Analysis Position で取り込んだ画像から分析するラインを指定します

Directionで縦軸か横軸かを指定し、Resolutionで解像度を指定します

例えばSEM像全体が5 μm ほどの幅で解像度を256に設定すると1stepあたりが20 nm ごととなります。オージェの分析径はおおよそ10~20 nm なのでstep幅はこれ以上小さくしてもあまり精度が上がリません

画面端から端まで分析する場合、分析エリアの取り込みは**倍率300倍以上**にして下さい。それより広域になると画面中央と端で信号感度が大きく変わり過ぎて結果に影響します



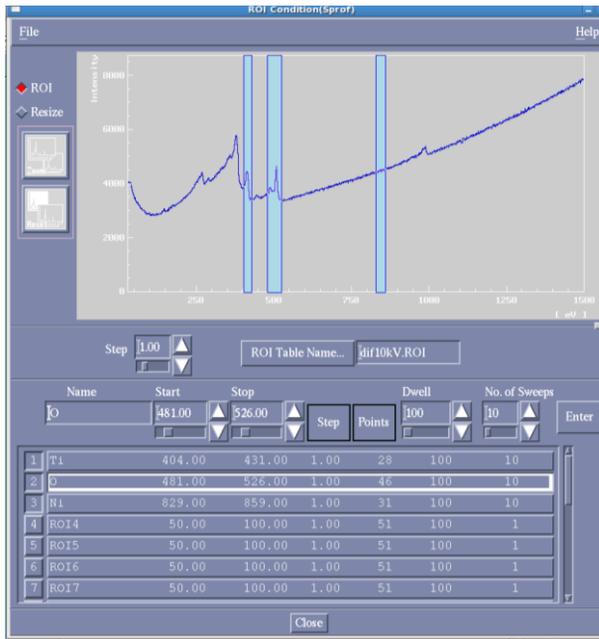
上: P/B intensity
下: Line profile
横軸はどちらもPixels

あとはwide scanと同じです。予備測定はありません

Select PBをクリックすると積算回数を各元素ごとに変更出来ます

例えば(P-B)/BはPB同時法ではBを2点以上で取っている場合、Bで一次線形関数を作成し、各Pの強度を差し引いた後、Bの平均値で割り算しています。その結果をスキャン度に積算しています。Processingでデータを読み込む時とinvestigatorでデータを読み込む時でマッピングの絵の様相が変わる場合がありますが、これはprocessingでは上記の計算とは異なり、PBそれぞれの全積算の合算とチャンネル数比を用いた強度算出をしている為です。Investigatorでは測定度にBの一次線形関数の作成を行っている強度計算をしており、試料凹凸の影響をきちんと補正した結果を表出しやすいです。またInvestigatorでは、ノイズレベルの信号だと閾値で判断されたピクセルを強度0として像を作ります

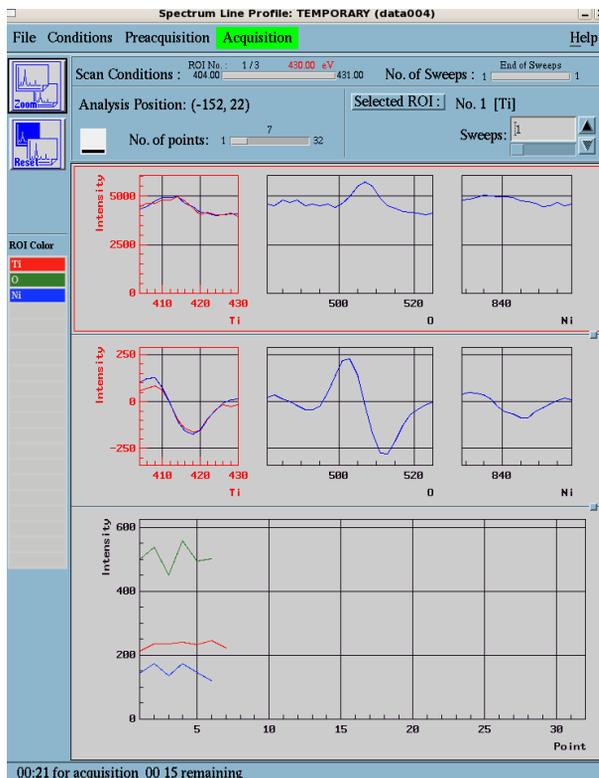
オーディエ分析 spectrum line profile



Spectrum Line ProfileはLine Profileと異なり、PとBだけを取得するのではなく、各元素のスペクトルを収集後、微分形からピークの強度を読み取り、各ピクセルの分布を表示します

スペクトルを取得する為、時間がかかります
PとBの指定が困難である場合(スペクトルが安定しない、ピーク強度が小さいなど)、スペクトルを波形分離にかけて線分析する場合などはこちらを使います

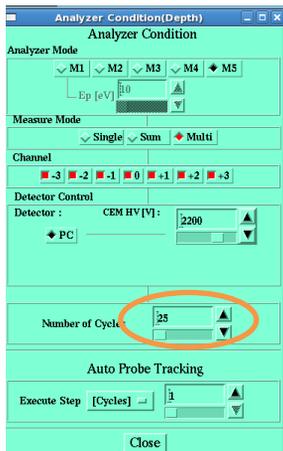
- 1~3. wide scan, Line profile 参照
- 4. ROIの設定はsplit scanを参照
- 6~8. wide scan参照



上段が取得しているスペクトル
中段がスペクトルの微分形
下段が微分形を元にした強度/ピクセルのline profileグラフで、左側のピクセルから徐々に線分析が進んでいきます

スペクトル中の微分形の極大-極小値の差分が強度になります

オージェ分析 depth profile



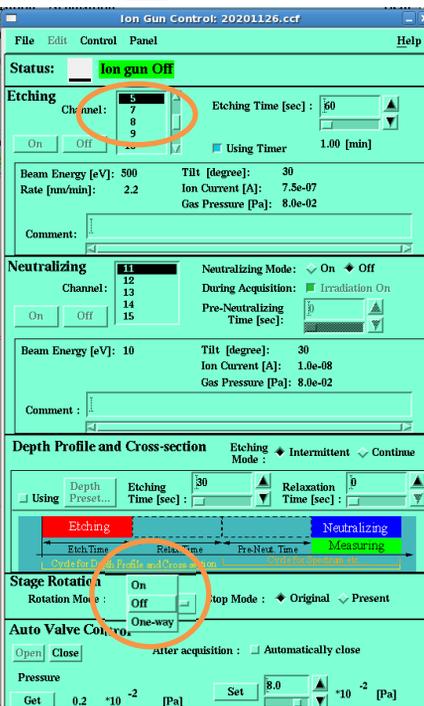
1. 分析エリアの取り込み

wide scan参照。必ずユーセントリック位置に合わせてください

2. 分析条件の設定

オージェマスター→AES→Depth profile→Depth profileでウィンドウが立ち上がります。Analyzer ConditionでAnalyzer mode, Number of Cycles, Auto Probe Trackingを設定 (利用時)

- Number of CyclesはAr⁺エッチングと分析のセットを何回行うかです。なお、初回は必ずAr⁺エッチングなしの分析になります
- Auto Probe Trackingはステップの種類をCycles, ROI, Sweepsから選択出来ます。動きすぎない時間間隔に指定してください
- どのくらいの深さ間隔で削って分析していくべきかですが、オージェは表面から2 nm ほどの深さから出てくる電子がスペクトル全体の9割を占めています。そのため、2 nm 刻みでデプスプロファイルを実行出来ればほぼ取りこぼしが無いと言えます。各チャンネルエッチングレートと材料のエッチングレートを勘案してCyclesやetching timeなどを適切に指定してください
- またAr⁺エッチングを用いて深さ方向に対する化学状態の変移を見たい場合はAr⁺エッチングによる影響での化学状態の変化がないかどうか検証した方がいいでしょう



3. 分析箇所の設定 wide scan参照

4. ROIの設定 split scan参照

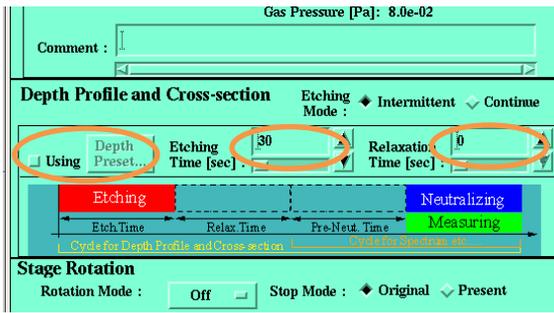
5. イオン銃の設定

Ar⁺エッチングを参照してArガスの導入、ガス圧の調整を行います
Depth profile→Conditions→Ion Gun Controlでエッチング設定ウィンドウを立ち上げます。上部のEtchingメニューでエッチング条件のChannel番号を選択します

Stage RotationでOffかOne-wayのどちらかを選択

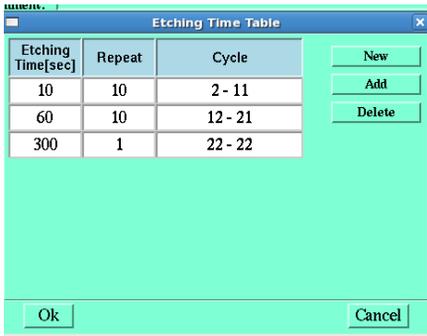
Ar⁺エッチングを一方向から照射し続けると表面が荒れやすい為、ステージを回転させながら照射する事で荒れを軽減させます。回転後に位置ズレが起きやすいので細かい分析位置を指定している場合はOff推奨

オージェ分析 depth profile

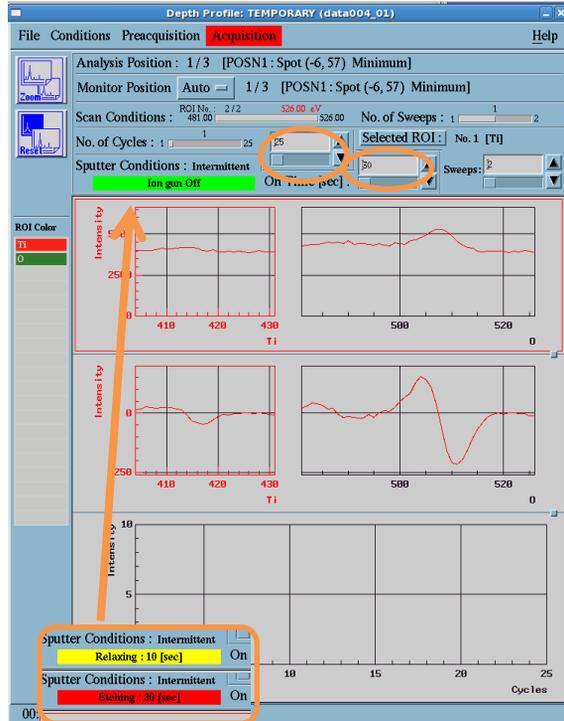


中段にあるDepth Profile and Cross-sectionでEtching TimeとRelaxation Timeを入力

Relaxation TimeはAr+エッチング後に用意される緩和時間です(表面電場に対する)。大体10秒ほどに設定してください



UsingをOnにし、Depth PresetをクリックするとEtching Time Tableが現れます。Cycleごとに個別のエッチング時間を設定する事が出来ます



6. Auto probe trackingの設定

wide scanを参照、ステージを回していると画が追えない可能性が高いです

7. 予備測定

wide scanを参照。エッチングは行われません

8. 本測定

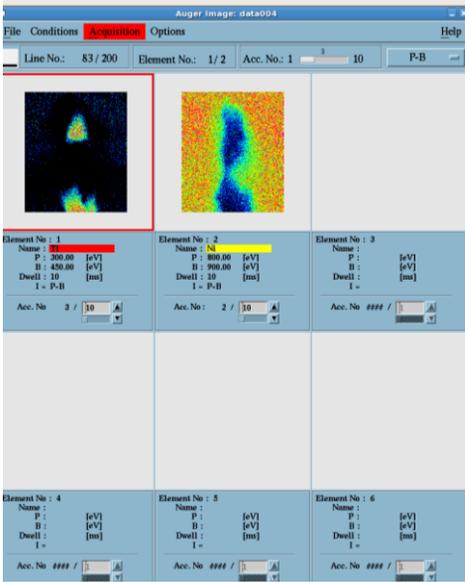
Acquisitionでstartします。上段に各ROIのスペクトル、中段に微分形、下段に各ROIが色付けされてIntensity/cycleのグラフが出てきます

Sputter ConditionsにはAr+イオンガンの状態が表示されます

測定中に上部メニューでCycle、各ROIのSweep、エッチング時間を変更する事が出来ます



オージェ分析 auger image



1. 分析エリアの取り込み

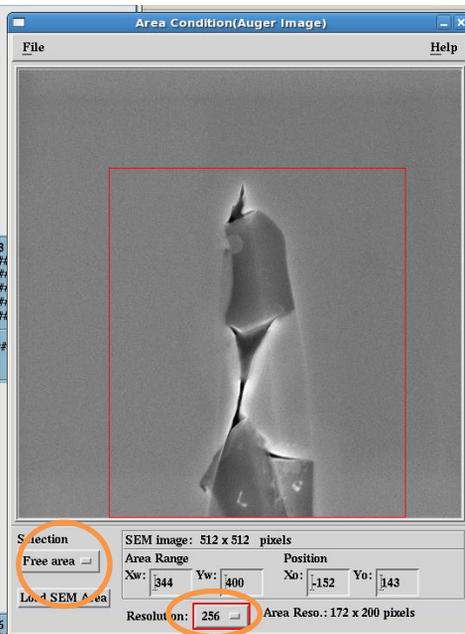
長時間測定になるのでSEMの取り込みはImage Fine Shiftを初期値に戻してAuto probe trackingの機能が万全に使えるようにしてから行ってください

2. 分析条件の設定

AES → Auger Image → Auger Imageでウィンドウが立ち上がります。Analyzer modeとAuto Probe Trackingを設定します(wide scan参照)

3. 分析箇所の設定

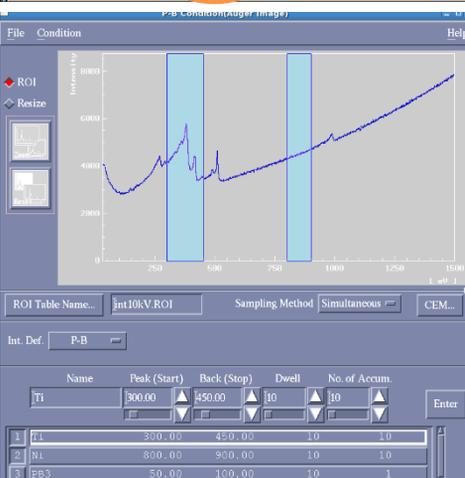
Auger Image → Condition → Analysis areaで取り込んだ画像から分析位置を指定します。Selectionで全体か領域指定を選びます。指定する場合はマウスでドラックします。Resolutionで解像度を指定します
解像度を倍にすると測定時間は4倍です



4. ROIの設定

split scan, line profileを参照
PとBを取得して強度の定義に従い、画を作ります。PとBの取得方法はPB別法、PB同時法から選べます

PB別法よりPB同時法をお勧めします。PB別法は倍の時間がかかるので長時間測定になります。またマッピングのPB同時法による測定だとimage investigatorであとから各チャンネルのP及びBの設定を変更する事が可能であり、analyzer modeの違いによるピーク、バックグラウンドのズレによるP,Bの取得ミスのある程度修正出来ます



6. Auto probe trackingの設定 wide scan参照

8. 本測定

各元素のスキャンの一回目が終わってからデータを操作する事が出来ますので、PBの設定が問題ないかどうかimage investigatorで確認してください(PB同時法の場合)

オージェ分析 spectrum image

spectrum imageはAuger masterに新たに追加されたマッピング用の測定法です。前頁で紹介した従来のauger imageと異なり、視野内の全ピクセルでスペクトルを順次測定します。スペクトル情報を持ったキューブデータからマッピング像作成や指定視野のスペクトル抽出などの再構築が行えます。ドリフト補正やノイズ除去機能が優秀です。スキャンを続けて測定するため点分析時よりもビームダメージを抑える事も可能です。測定には時間がかかりますが、視野全体の情報を1度に網羅することが出来ます。測定したキューブデータは「EFSEMviewer」というwindows上のソフトウェアで再構築を行います



Online用

Offline用

開始前にWindows上でSpectrumAlign(Online)が立ち上がっている事を確認して下さい。なければWindowsのスタート画面から立ち上げて下さい。このソフトウェアがキューブデータを自動で作成します。SpetrumAlign(Offline)もあるので間違えないで下さい

1. 分析エリアの取り込み

長時間測定になるのでSEMの取り込みはImage Fine Shiftを初期値に戻してAuto probe trackingの機能が万全に使えるようにしてから行ってください

2. 分析条件の設定

AES → Spectrum Image → Spectrum Imageでウィンドウが立ち上がります。Conditions → AnalyzerからAuto Probe Trackingのみ設定します(wide scan参照) 基本的にFrames単位で仕掛けて下さい

3. 分析箇所の設定

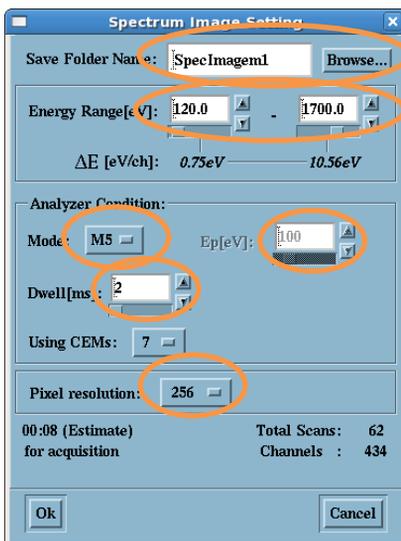
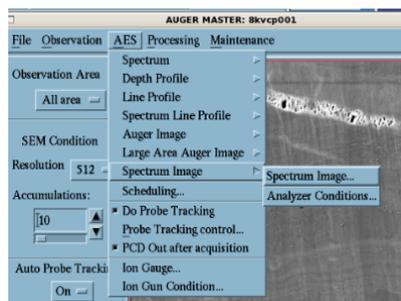
分析箇所の設定はありません。取込画像が分析箇所になります

4. ROI(Spectrum condition)の設定

データの保存先と名前をBrowseから指定します。指定したディレクトリには各RangeのAuger Image(.Aの拡張子)が格納され、それらを統合したキューブデータが最終的に指定した名前(.jampの拡張子)で指定したディレクトリと同階層に作成されます。

Energy Rangeでスペクトルの取得範囲を設定します。Analyzer ConditionからMode、Ep(M1使用時)、Dwellを設定します。Pixel resolutionを設定します

仕掛けを作ると測定にかかる予測時間が更新されます



オージェ分析 spectrum image

4. Spectrum conditionの設定(続き)

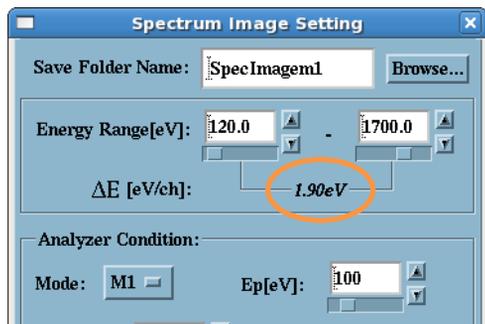
この測定では指定したRangeを順次、指定したModeのエネルギーステップと7つの検出器で測定します

・M1の場合

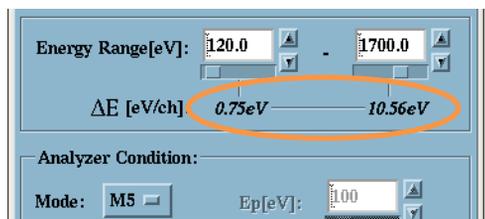
Epの設定でエネルギーステップが決まり、測定エネルギーには依存せず、等間隔のエネルギー幅で走査します。高エネルギー側を細かく刻んで測定したい場合に向いています

・M2~M5の場合

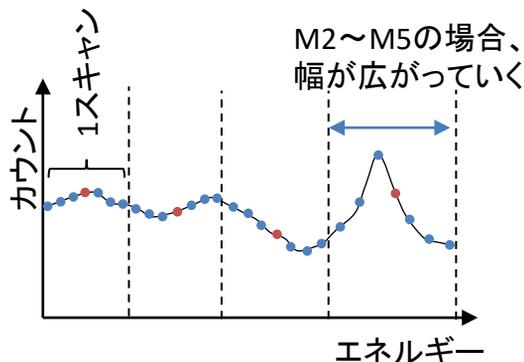
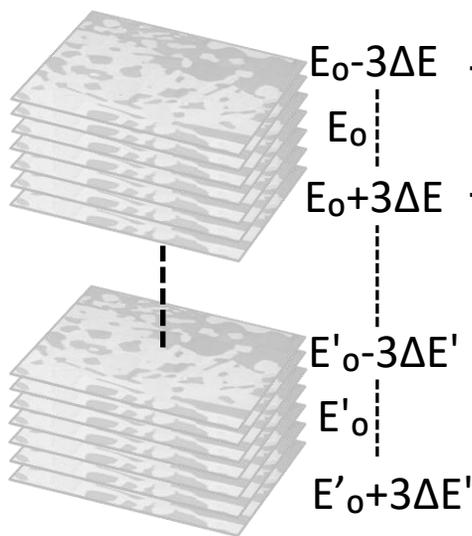
測定エネルギーに依存し、不等間隔のエネルギーステップで走査します。M5がもっともエネルギー幅が広く、高感度で測定します。M2がもっともエネルギー幅が狭く、感度が落ちます。基本M5で測定し、高エネルギー側でピークが隣接しているなど、エネルギー分解能を求める場合にはRangeを絞って小さいモード番号を使うのが良いです



M1の場合



M5の場合



データ取得のイメージ

5. イオン銃の設定

中和電子銃を照射しながら測定を行いたい場合はP14、15を参照して照射して下さい

6. Auto probe trackingの設定

wide scan参照。高倍率では使用しましょう

8. 本測定

Acquisitionでスタートします。予備測定はありません。中断した場合、そこまでのデータでキューブデータが作成されます

トランスファーベッセル(利用時は確認する事)

トランスファーベッセルを利用して試料導入を大気非暴露で行う事が出来ます。使用する場合は必ずスタッフに連絡して下さい



トランスファーベッセル
(輸送ケース装着)



大気非暴露用
試料ホルダー



ストッパー

ガイドピン

グローブボックス内での作業

1. 試料をホルダーに固定する
2. 輸送ケースのストッパーを外してトランスファーベッセルを輸送ケースから取り出す
3. トランスファーベッセル開閉ノブを回してOPENにする
4. トランスファーベッセルに試料ホルダーを設置
5. トランスファーベッセル開閉ノブを回してCLOSEにする
6. ガイドピンを合わせてトランスファーベッセルを輸送ケースに装着し、ストッパーを締める

真空に引く部分は汚さないで下さい



固定用つまみ



CLOSE状態



ブランクフランジ
ストッパー

AESでの作業

1. 試料導入室をVENT
2. ブランクフランジの固定用つまみを緩め、ストッパーを外側にスライドさせ、ブランクフランジを取り外す
3. 外したフランジはアルミホイルで包む

トランスファーベッセル(利用時は確認する事)



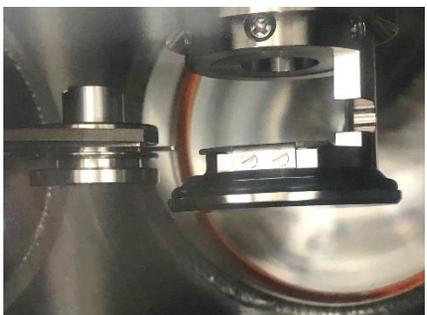
トランスファーベッセル
取り付け



試料準備室真空計



TMP OFFボタン



AESでの作業

4. 輸送ケースからトランスファーベッセルを取り出し、ガイドピンを合わせて試料準備室上部に取り付ける。ストッパーを内側に寄せて再度設置する
5. 試料準備室の扉を閉めてVENTボタンを押して真空引きを行う
6. 装置のオペレータ板を外して試料準備室の真空計を確認。 1×10^{-4} Paまで待つ
7. **TMP OFFボタンを押す。マグネットリングが後退していることを確認**
8. **ベッセルの開閉ノブを時計方向に回してベッセルを排気できる程度に慎重に開く(必ずTMP停止してから開くこと)**
9. TMP OFFボタンをもう一度押して再排気を始める。真空計の針が完全に0に到達するまで真空を引く
10. ベッセルをOPENまで開き、窓から覗きながらマグネットリングを操作して試料ホルダーを取り出す。マグネットリングを後退させ、ベッセルをCLOSEまで締める
11. 通常の試料導入手順に沿って、分析室に試料ホルダーを送る
12. もう一度、ベッセルをOPENまで開く

トランスファーベッセル(利用時は確認する事)

分析後、取り付けたままのベッセルに試料を回収する場合

1. OPEN状態のベッセルを締めてCLOSEに変更する
2. 通常の終了手順に則って試料導入室まで試料ホルダーを取り出す
3. ベッセルを開閉ノブでOPENに変えてMGLを操作し、ベッセルに試料ホルダーを設置
4. ベッセルをCLOSEまで締める
5. 試料導入室をVENTする
6. 試料導入室上部の固定用つまみを緩め、ストッパーを外側にスライドさせ、ベッセルを取り外す
7. ブランクフランジを取り付けてストッパーを設置して固定する
8. 試料導入室の扉を閉めてロックしてからVENTボタンを押して真空引きを行う。他は終了手順参照

終了の仕方

- まず初めに

ハードウェア・ソフトウェア上の各パラメータを始めの状態に戻します
(・加速電圧10kV・対物絞り4番・SEMモード番号0番・Analyzer Mode M5
・Auto Probe Tracking Off・ダイナミックフォーカス Offに戻す など)

- 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

- ・オートバルブコントローラーのスイッチをOff
- ・Arガスバルブを時計回りに1/4回転回す(9時方向)
- ・冷却時間として3分待つ
- ・Arガスバルブを時計回りに3/4回転回す(6時方向)

- 反射電子検出器を利用またはEBSD測定をしている場合

ステージの試料交換位置への移動の前に反射電子検出器及びEBSDカメラを抜いて元に戻して下さい。特にEBSDカメラは必ず先にカメラを抜いて下さい。ステージを先に戻すとカメラと衝突します

- ステージを試料交換位置へ移動

導入時と同様にsample manipulation →special positionを選択し、Moveをクリックしてホルダー選択

- 試料の取り出し前

2次電子検出器はOFF、PCDはIN、ビームシャッターは閉じます。分析室の窓蓋を外し、中を覗けるようにする

- 試料の取り出し

V2ボタンを押してV2バルブ解放、マグネットリングを前方へ押し出し、ホルダーをキャッチ。マグネットリングをOpen→Closeへ回してからリングを一番後ろまで引き抜き、再びV2ボタンを押します。必ず分析室内を目視確認する事。試料導入室のロックを外し、VENTボタンで大気圧へ戻します。分析室の窓蓋を再びつける

- 試料の取り出し後

VENTボタンをもう一度押して、試料導入室を必ず真空に引き直す。ホルダーは洗浄後、デシケーターへ。データはオージェ解析用PCのネットワークからアクセスして回収して下さい。装置PCはSEMソフトウェア、オージェマスターは開いたまま、ディスプレイの電源だけ消す。分析室真空度をチェックし、記録簿に残りの項目を記入