**EBSDの使い方ver. 1.00**

2018.3.19

石川　誠

**1. 事前の注意**

1-1. 試料台の極端な移動などが必要ですのでFE-SEMの使い方は事前によく習熟しておくこと。SEMが使えない方のEBSD測定は技能的に無理です。

1-2. 試料は予めよく研磨したり、イオンミリングなどで観察面を出しておくこと。荒れている表面では十分なEBSD測定はできません。

1-3. 試料は12.5mmの試料台にセットすること。32mmの試料台は傾斜させたときに対物レンズにぶつかる可能性があるので使わない。どうしても試料サイズが小さくできない場合は、装置担当者立会いを求めてください。

1-4. 誤操作によってEBSD検出器を試料台にぶつけた場合や試料台を対物レンズにぶつけた場合は、長期間の装置の停止と非常に高額な修理費が必要になりますので、不安を感じるなら装置担当者の立会いを求めてください。

**2. スタート手順**

2-1. 右側の２台のPCの電源を入れる。１台は裏のACケーブルあたり、もう一台は正面の電源ボタン。ディスプレイ下のコントローラーの電源を入れる。

2-2. SEMの通常手順にしたがって試料を導入する。加速電圧15kV、WD=20mm、照射電流を大としてSEM像を得る。この時点で非点収差は補正しておく。焦点はFORCUSノブでなくFZCをONにしてトラックボールのリングで行う。

2-3. 試料を70°まで傾斜させる。いきなり70°を入力するのではなく、IRカメラで状況を見ながら10°、20°、30°・・・というように段階的に角度を上げていくこと。

※ステージのコントローラーの方向ボタンのどれかを押せば強制的に停止できる。

2-4. ダイナミックフォーカスをONにし、中央を選択して四角で示された領域の中央部（横線のある辺り）でフォーカスがあっているようにする。次に上端を選択し、同様に四角で示された領域の中央部（横線のある辺り）でフォーカスがあっているようにする。

2-5. 検出器を入れる。検出器をいれた後、SEM像を再度見やすいように調整する。

※検出器は60°以上傾いていないと入らない。

2-6. IRカメラを消す。

※IRカメラ

2-7. 倍率を6000倍位まで上げる。

2-8. フォーカス等を合わせる。

2-9.クイックビューに戻し、倍率を下げる。

2-10. 右画面のOIM Data Collectionを実行する。

2-11. Cameraタブ内のBinningを4x4もしくは8x8にする。Image Processingタブ内のImaging Processing List Default内のリストのチェックをすべて外す。

2-12. Gain Expo.を調整して、画像内のどこかがサチる直前に設定する。（例として、加速電圧15kVで、照射電流16のときは、Expo timeは7.74msecにセットし、Gainを調整して飽和直前とする。Blackは中央付近(2.8くらい)にセットする。

2-13. Image Processing window内のImage Processing Mode内のModifyボタンをクリックするとImage Processing Functions Windowが立ち上がる。このときProcessed欄にパターンはまだみえていない。

2-16. Capture Bkdの右のAvgを25程度にして、Capture Bkdボタンを押す。

2-17. Processing List内のBackground Subtractionにチェックを入れる。

2-18. Processing List内のNormalize Intensity Histogramにチェックを入れる。

2-19. Image processing Function Window内のProcessed内のヒストグラムのピークが１つだけになっていればバックグランド除去は成功しているのでOKボタンをおす。バックグランド除去ができていなければ、再度Modifyボタンをクリックして、Window内のCapture BkdをクリックしてOKを押す。

2-20. SEM側をファインビューに切り替えて、倍率を上げていくと、Cameraウインドウにパターンが見えてくる。そのパターンが１つのパターンになるまで倍率を上げる。

2-21. Phaseタブ内のListの中にDefaultが３つ表示されていればRemoveで消す。Loadで試料の材質の候補を選択する。

2-22. カメラ画像にパターンが見えていることを確認したら、Indexingタブをクリックし、ツールバーの (capture pattern)をクリックしてカメラ画像を取り込む。

2-23. Houghタブ内でパターンが取れているかを確認する。

2-24. Binned Pattern Sizeは画像の圧縮率を変える。パターンが最もよく見える圧縮率にする。

2-25. Main Peak Distanceを変えることで、バンドの読み取り位置を微調整できる。画像上で検出位置が点の中央を取るようにする。また画像上でクリックすると検出したバンドを消すことができる。これを繰り返して検出位置がパターンと正確に重なっているかを確認する。

2-26. SEMの倍率を観察したい倍率まで下げる（後で観察位置を選択するので、観察位置が見える倍率まで下げる。

2-27. ツールバー上のでSEM側で表示されているWDに一番近い値を入力する。Indexタブ内で信頼性指数（Fit）が表示される。WDの値を１～２くらい前後させてみて表示される信頼性指数（Fit）がもっとも小さくなるようWDをセットする。このWDはSEM側のWDとは多少ずれることもある。

2-28. SEMをスロースキャンにする。

2-29. ツールバーの(EXT XY)をクリックしてSEM側の制御をOIM側に写し、InteractiveタブのCaptureをクリックしてSEM画像を取り込む。Captureした画像をクリックするとその位置のパターンを観察できる。

2-30. Sanタブ内でCaptureしたSEM画像上の測定したい範囲をドラッグして選択するとScan　Properties windowが開く。Scan Dimensionsを数値を変更することで測定範囲を微調整できる。Estimate Scan Timeをクリックすることでおよその測定時間がわかる。Stepを変えることで測定時間は変化する。通常は１か２でよい。

2-31. Scan Properties Window内のChemistryタブを開く。選択範囲内に存在しうる元素を選択する。再びScan Properties Window内のScanタブを開き、Browse･･･をクリックし保存先とファイル名を決める。

2-32. OKをクリック

2-33. Scanタブ内のStartScanをクリックして測定を開始する。結果は31.で指定した場所と名前で保存される。

2-34. 測定中にScanタブ内のDataをクリックしてIQ/CIを選択する。ここに出てくる３列目の数値が0.2や0.3であることが望ましい。０に近づくほど良くない。

2-35. 測定終了後、OKをクリックする。制御をSEM側に戻すためにツールバー上の(EXT XY)をクリックする。ここで、必要なければSEMの電子銃をOFFにする。

**3. 終了手順**

3-1.　検出器を後退させる。

　※検出器が入っている状態で試料の傾斜を戻すと、傾斜が60°以下になると自動的に検出器は後退するが、過信してはいけないので、必ず手動により検出器を後退させた後、試料台の傾斜を解除すること。

3-2. 試料台の傾斜をゼロに戻す。必要に応じて試料を取り出す。

**備考**

測定準備までに時間がかかると、パターンが見えなくなったり見えにくくなる。このときはModifyでCapture Bkdをクリックすればよい。SEMをクイックビューにして、倍率を体倍にしてカメラ画像を確認する。その後手順2-23からやり直す。

カメラ画像下の数値は、１秒間に取り込む画像の数を示す。これが高いほど効率のよい測定ができていることになる。Binningが8x8のとき、120fpほどが良い。これはGainやExpo timeを調整することで変わる。