

SEM-EBSDで得られる 結晶方位とSEM像方位の不一致と その対応策について

三宅 亮¹・伊神 洋平¹・瀧川 晶^{1,2}

- 1.京都大学大学院理学研究科地球惑星科学専攻地質学鉱物学教室
- 2.京都大学白眉センター

2016/5/25
2016/8/ 3修正版

はじめに

日本地球惑星科学連合2016年大会にて、

「多くのSEM とOxford Instruments社のEBSDとのシステムを用いると、SEM像と得られた方位関係には注意が必要である、」

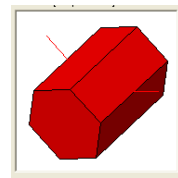
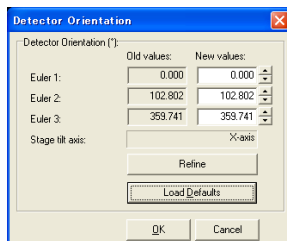
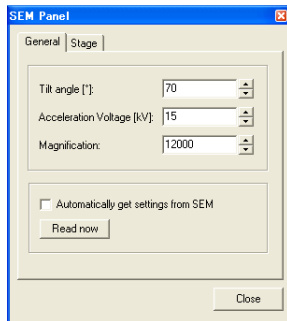
ということを報告した。

本発表では、**我々が考えた対応策（設定値）**を報告する。

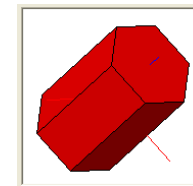
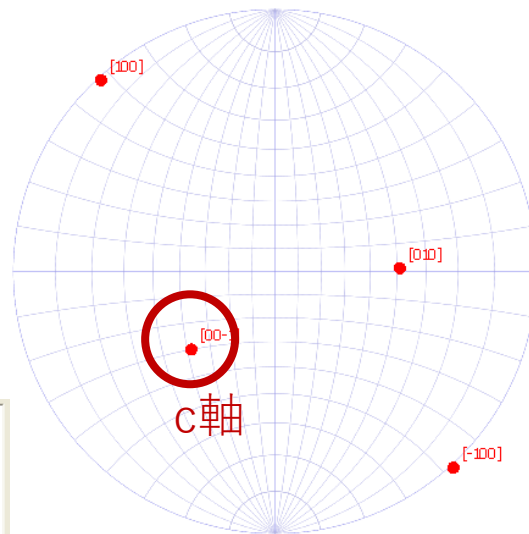
ただし、**Oxford instruments社の公式見解ではないので注意してください。**

Sample tilt : 70度

Detector orientation : 0度, 90度, 0度

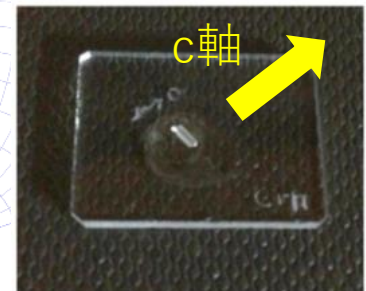
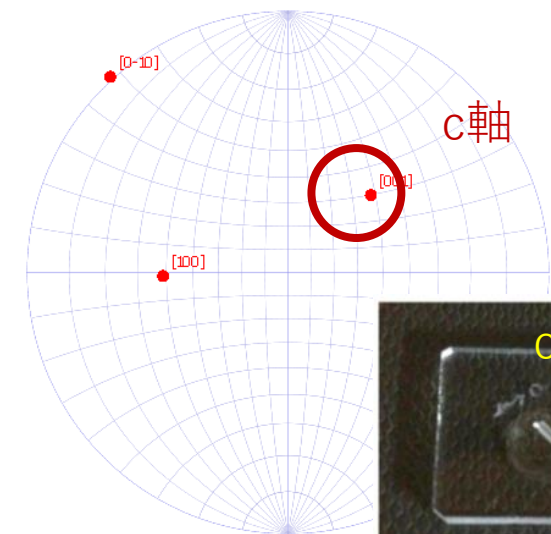


得られたEuler角をステレオネットに
プロットして得られた方位



上半球投影

本来の試料の方位 (SEM像)
(第一象限にあるはず)



はじめに

問：JEOL, FEI社製のSEM+ Oxford instruments社 Flamenco HKLで、Sample tilt, Detector orientation のパラメーターを変えて、SEM像とEBSDで得られる方位を一致させることが可能か？

答：Yes

ただし、Oxford instruments社の公式見解ではない。

我々が考えた設定値を使用する場合は、連絡 (miya@kueps.kyoto-u.ac.jp) をください。

※今後の参考としたい+保証はしかねますが、検証はします。

Oxford instruments社の公式見解

It is important to realize that the EBSD orientation calibrations in Flamenco and AZtec does not relate to the orientation of the scanned image

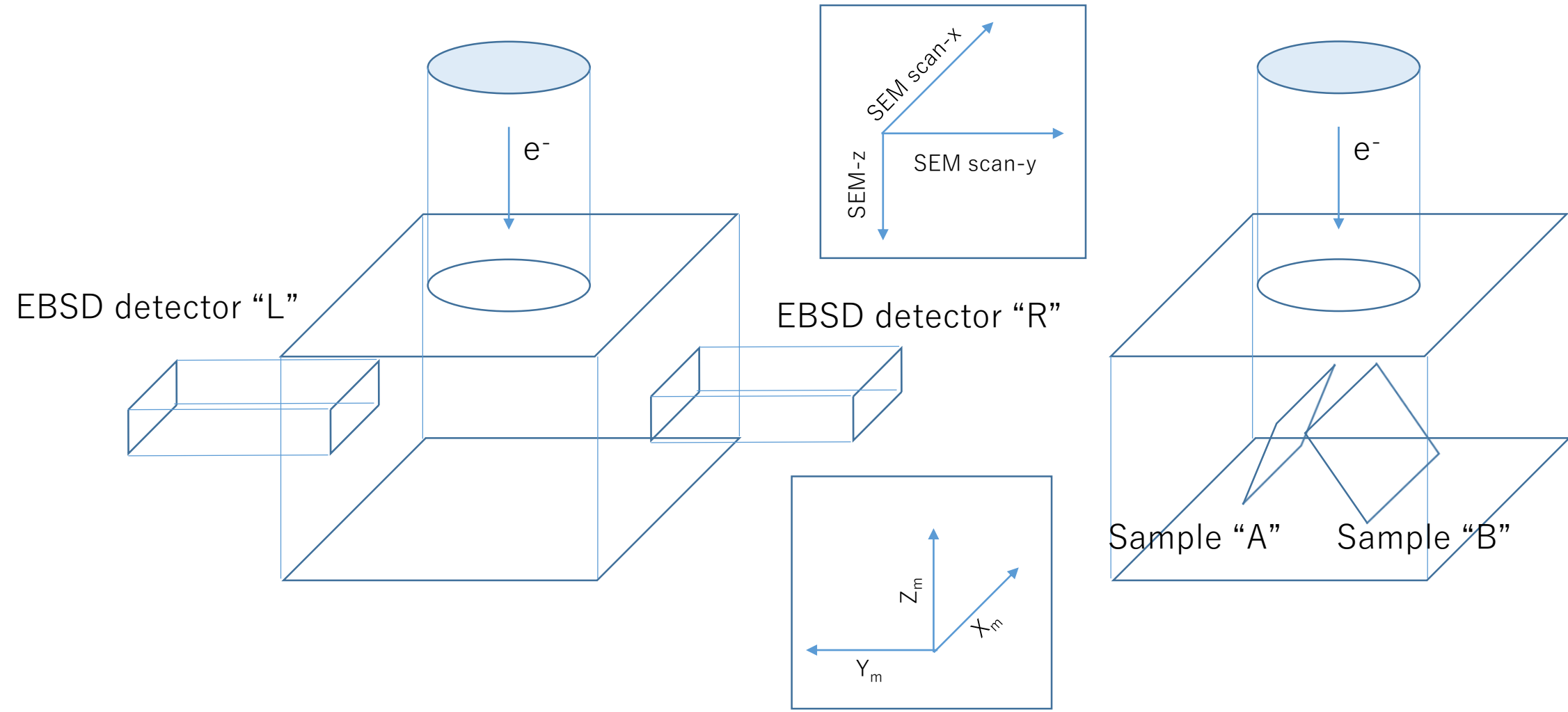
IF you want to change the orientation of the used reference frame then it can be done either by:

- Rotating data after acquisition by a system specific angle (recommended option)
Either 0 or 90 or 180 or 270 deg around surface normal
- Using a system specific scan rotation angle on SEM to bring SEM image orientation to coincide with reference coordinate system for EBSD data (CS1)
- Change the tilt and detector orientation values to rotate the CS1 coordinate system to coincide with the orientation of the SEM image (this is easier to do in Flamenco than in AZtec) and is not a good idea as it causes other problems (EDS, LAM, ...)

次からのスライドの話は、2016年連合大会のスライドにある、

- EBSD detector : "L"
- Sample tilt : "A"
- 反射法
の場合についてである。

["R" - "B" - 反射法] の場合は、
Sample Tilt = 70 degree
Detector Orientation = (0,90(102),0)
で、良い。



提案

1. Oxford instruments社の公式見解通り：本発表の趣旨には反する
Oxford instruments社の初期設定 + SEM像（または、得られた方位）を紙面に垂直軸に対して180°回転
2. 京大案0：CS0の設定を、(180,0,0)として、sample tilt = +70°とする。
Detector Orientation = (180,90(102),0)
ただし、CS0の設定ができないため、未確認。

※CS0については、解析ソフトでの補正するために必要なパラメーターかも知れませんが、こちらも未確認です。

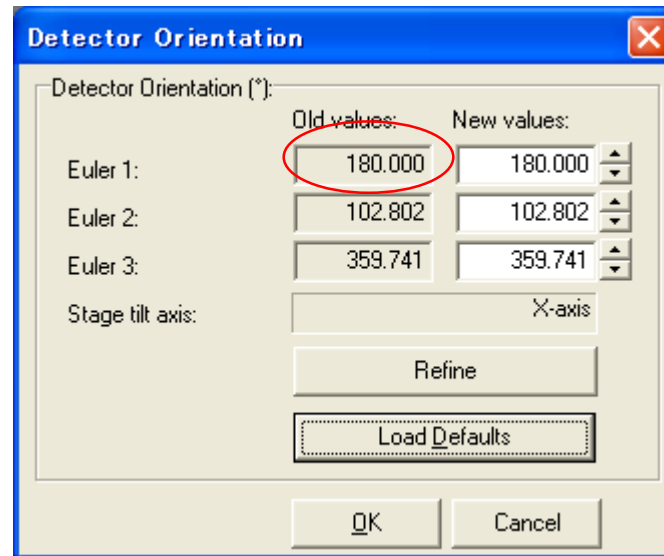
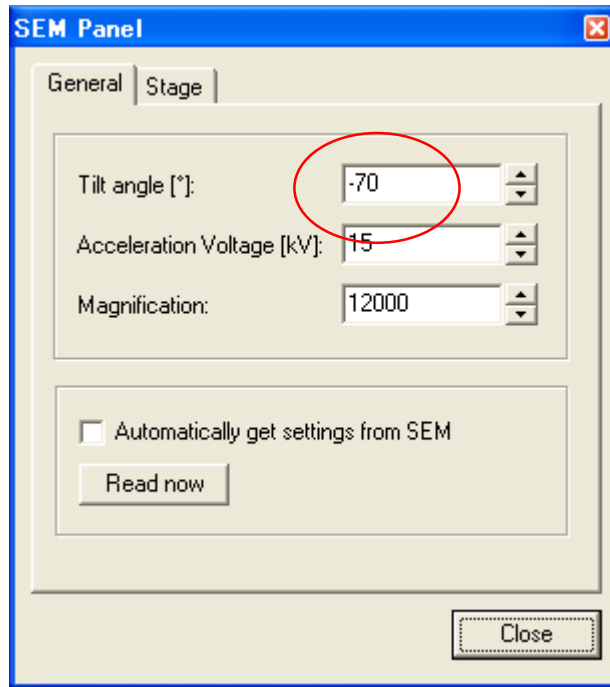
3. 京大案：Sample Tilt = -70 degree Detector Orientation = (180,90(102),0)

Oxford instruments社の公式見解ではない。
我々の提案するパラメーターを使用する場合は、
今後の参考としたいので連絡 (miya@kueps.kyoto-u.ac.jp) をください。

| | CS0 | | | Sample tilt | Detector orientation | | | |
|------------|-------------|-------------|-------------|-------------|----------------------|----------------|-------------|------------|
| | Euler 1 (°) | Euler 2 (°) | Euler 3 (°) | | Euler 1 (°) | Euler 2 (°) | Euler 3 (°) | |
| Oxford初期設定 | 0 | 0 | 0 | 70 | 0 | 90(102) | 0 | |
| 京大案0 | 180 | 0 | 0 | 70 | 180 | 90(102) | 0 | CS0が設定できない |
| 京大案 | 0 | 0 | 0 | -70 | 180 | 90(102) | 0 | |

京大案

FEI社製Quanta 200i 3D/Helios G3 + Oxford instruments社 Flamenco HKLでは、以下の通り
※JEOL社製JSM-7001Fの場合、Euler 2 = 90



Tilt angle = -70 °

Detector orientationのEuler 1 = 180 ° , Euler2 = 90(102) ° , Euler3 = 0 °

にする！！

※ AZtecの場合：

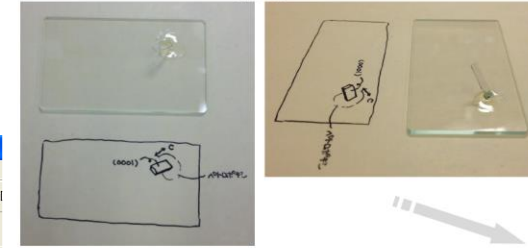
[Start] - [Oxford Instruments NanoAnalysis] - [Tools] - [AZtec configuration]
から、変更できるよう。しかし、そのためにはサービス用のパスワードが必要です。

結果

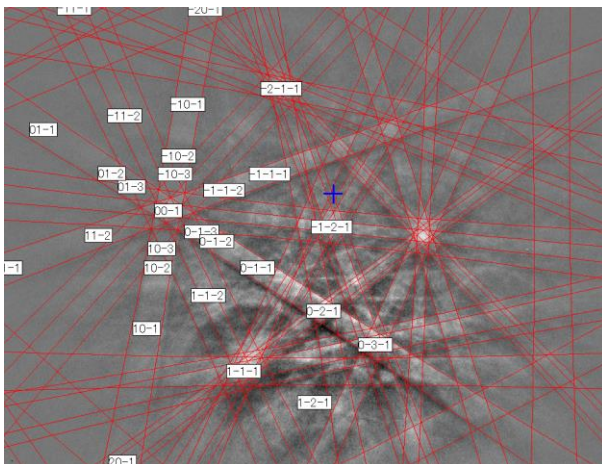
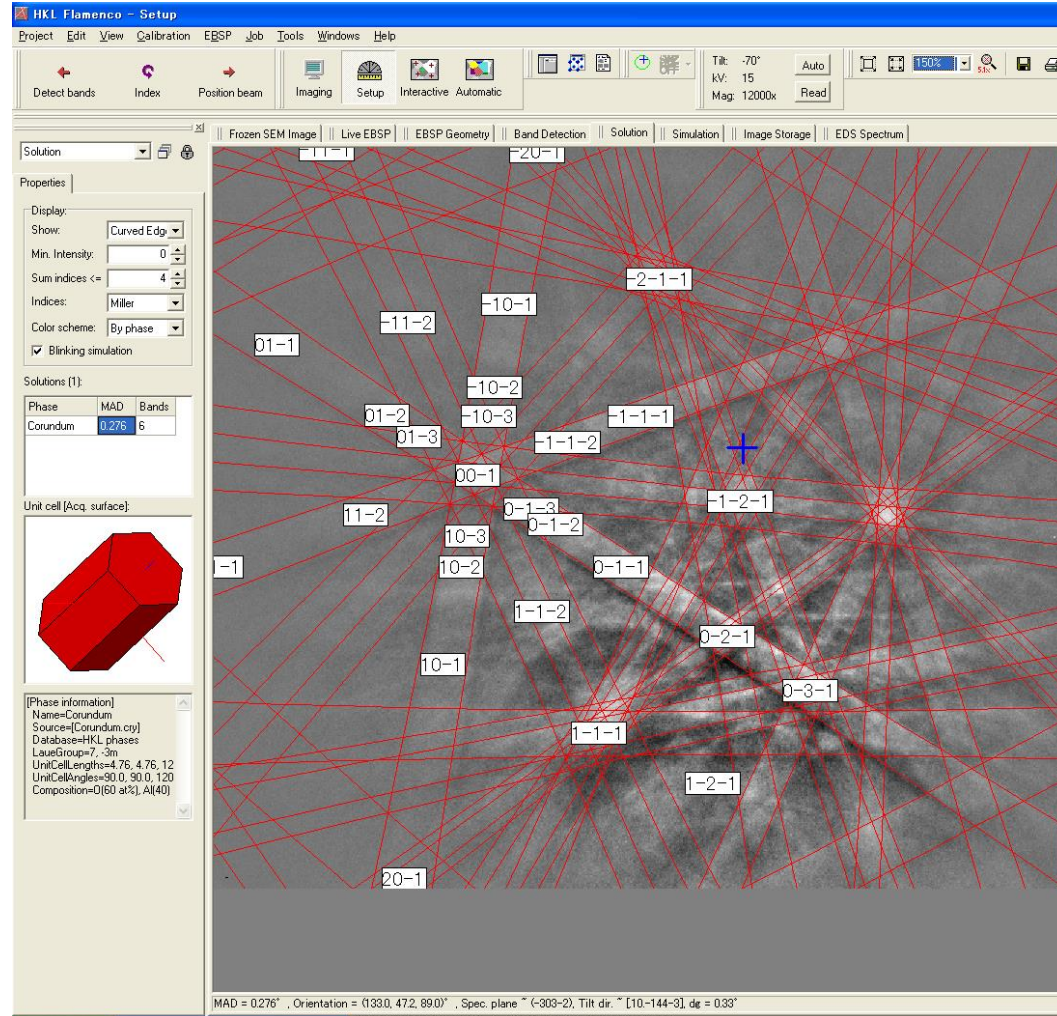
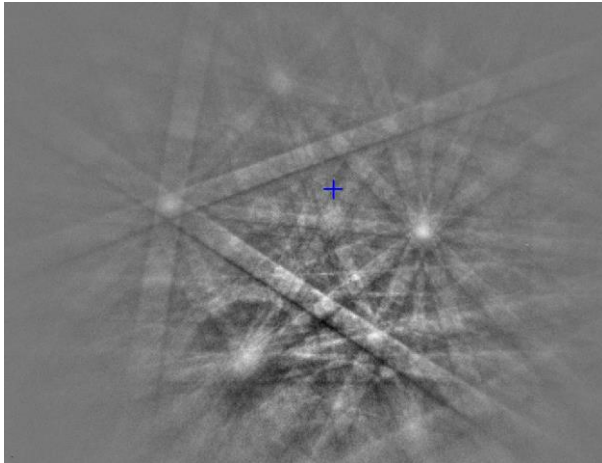
チェック用に用意したCorundum試料

EBSDチェック用試料 (Corundum)

[方位]



C軸

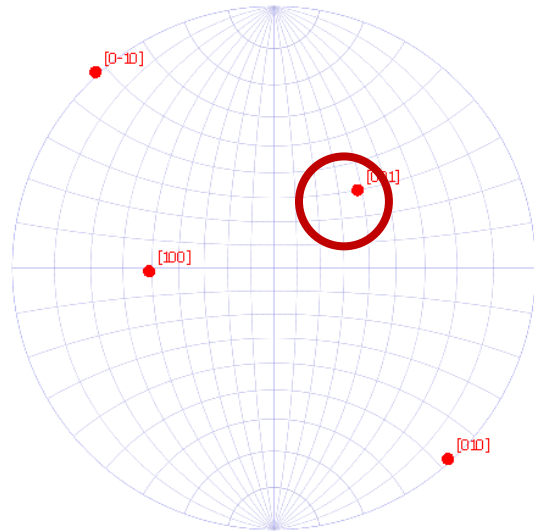


ステレオネットにプロット

Sample tilt : -70度

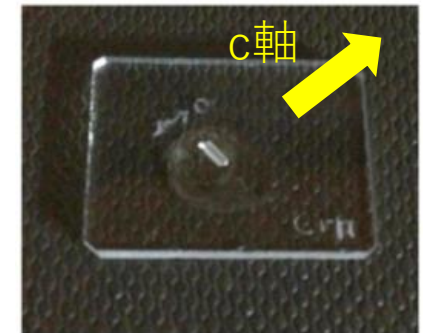
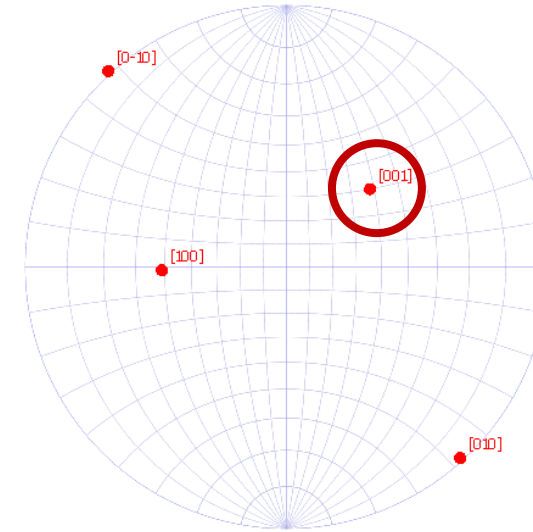
Detector orientation : 180度, 90度, 0度
の場合

得られた方位



一致！

試料の方位 (SEM像)



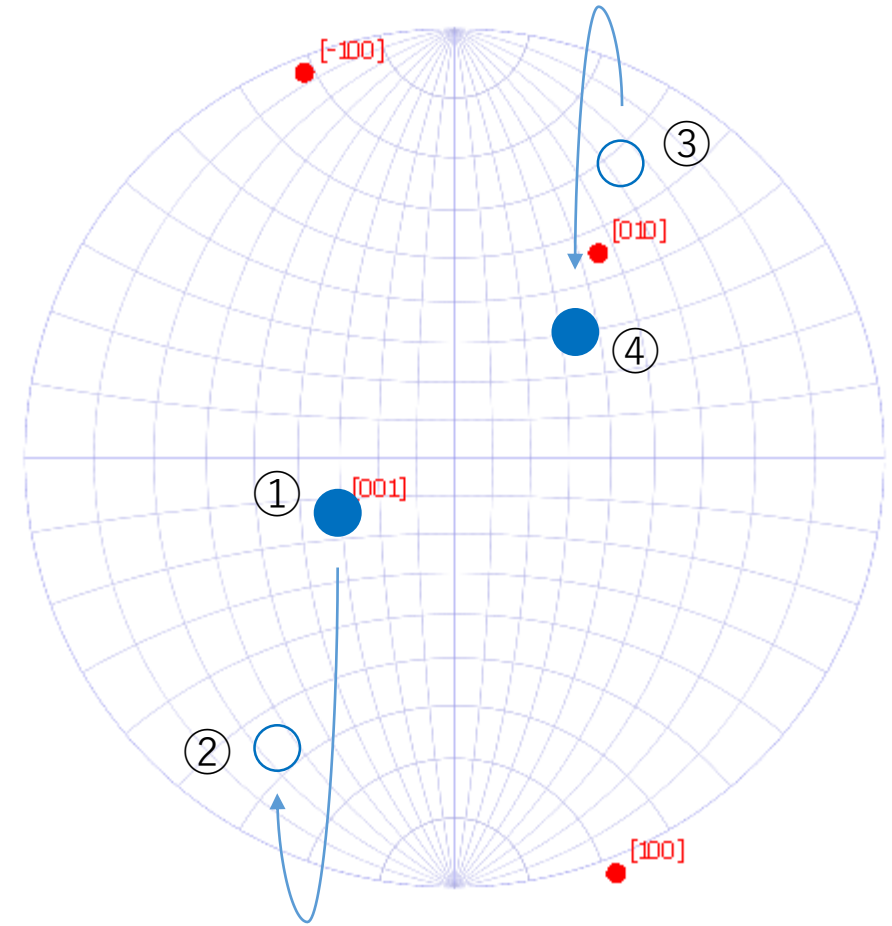
おまけ

京大案

Sample tilt : -70度

Detector orientation : 180度, 90度, 0度
の場合

- ① EBSDパターンから得たc軸の方位
(= sample tilt: 0度、Detector orientation: 0度, 0度, 0度
の時の方位)
- ② 90度回転
- ③ 180度回転
- ④ 70度回転



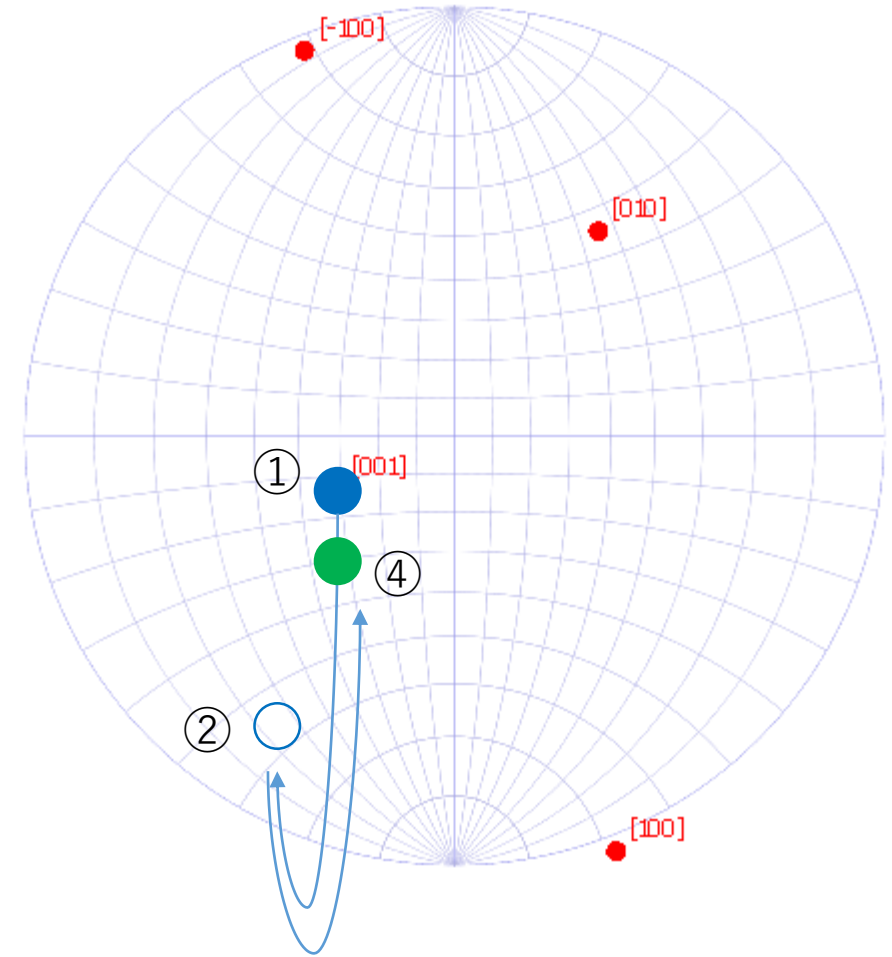
おまけ

Oxford Instruments案

Sample tilt : 70度

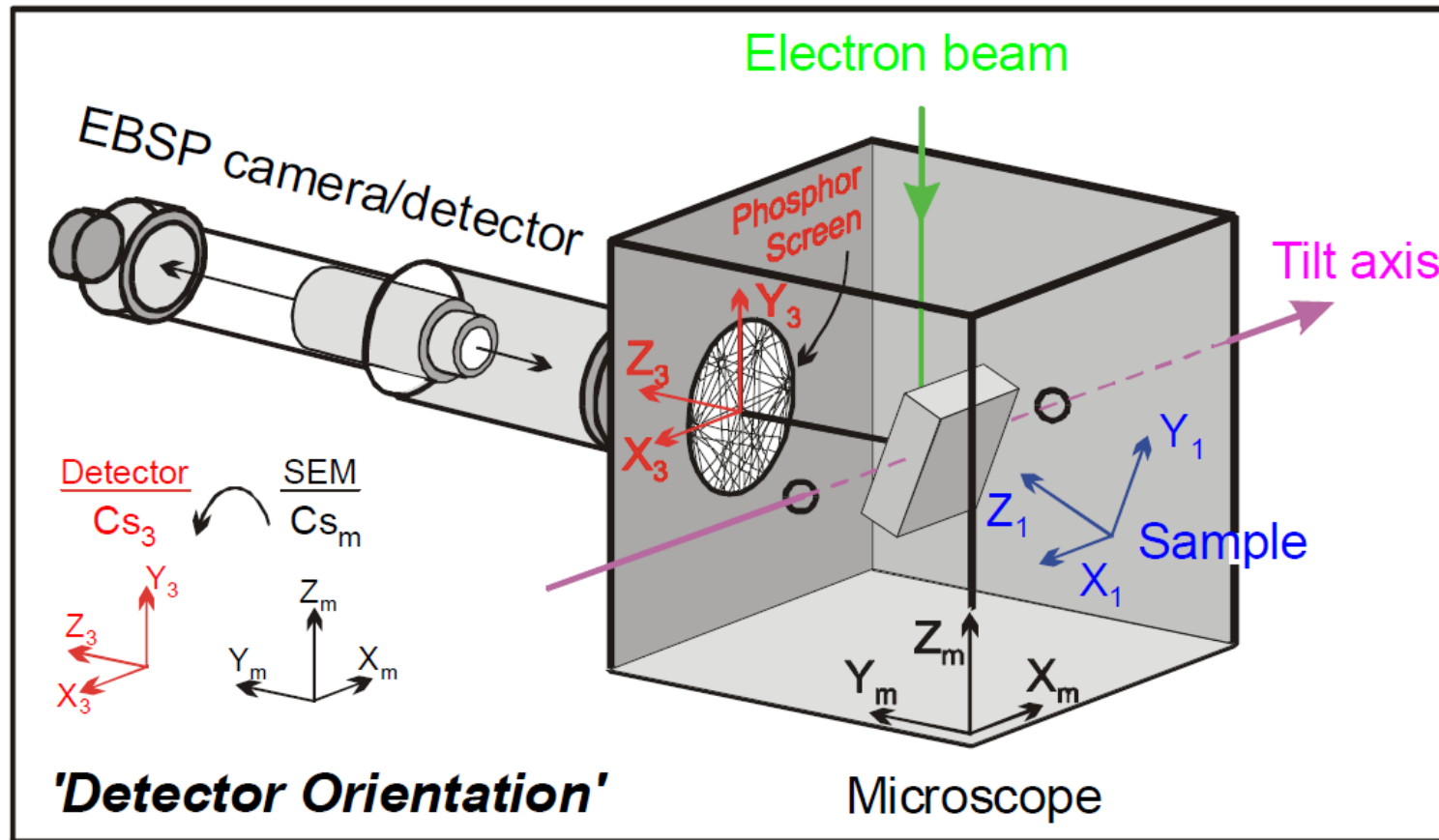
Detector orientation : 0度, 90度, 0度
の場合

- ① EBSDパターンから得たc軸の方位
(= sample tilt: 0度、Detector orientation: 0度, 0度
の時の方位)
- ② 90度回転
(③ 0度回転)
- ④ -70度回転

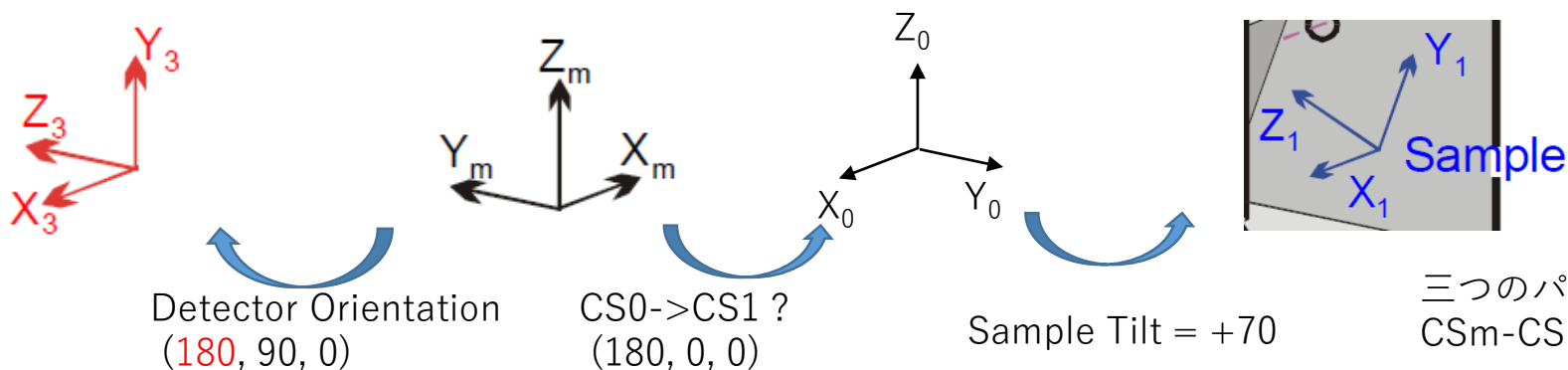
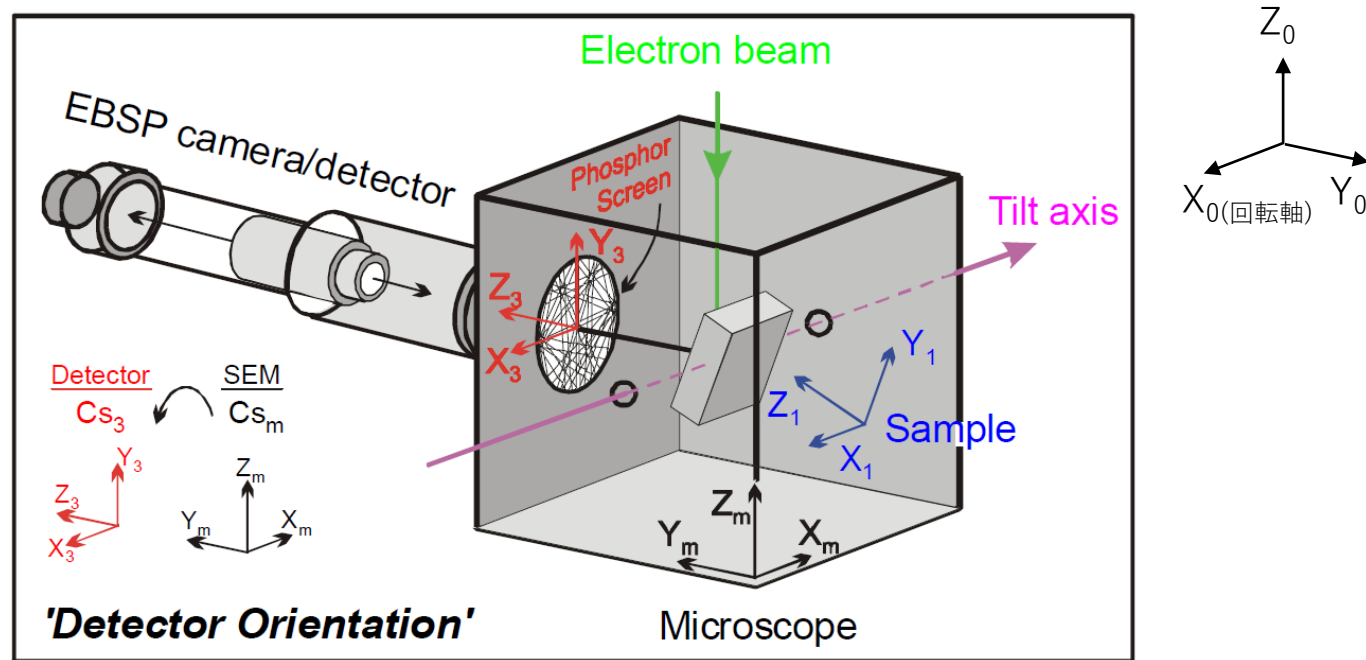


軸はどうなっているのかを考察

Oxford Instruments社の定義



それぞれのパラメーターの意味

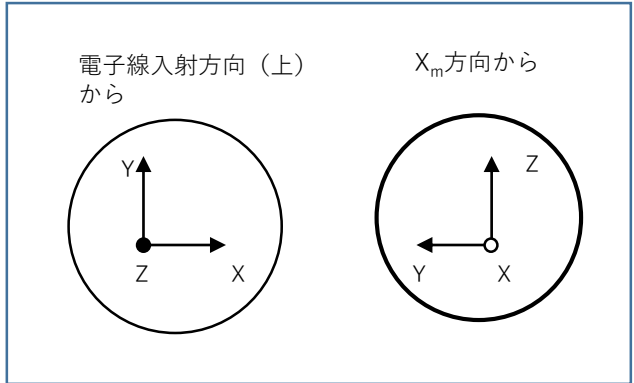
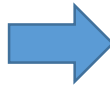
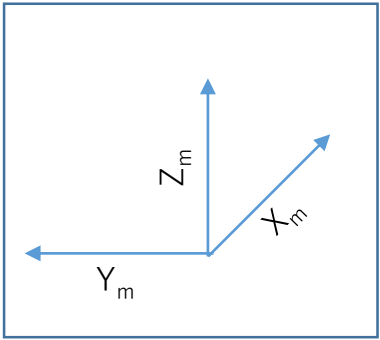
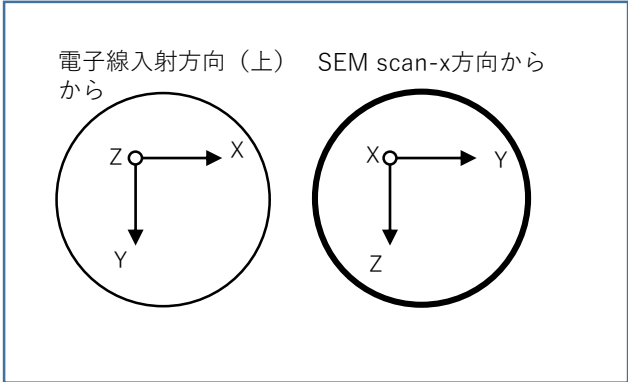
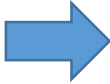
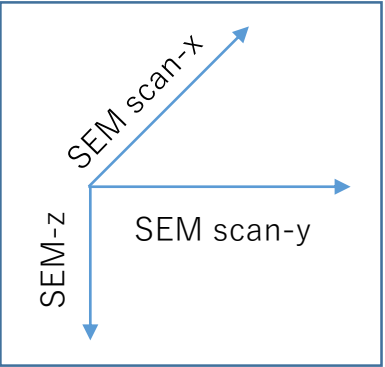
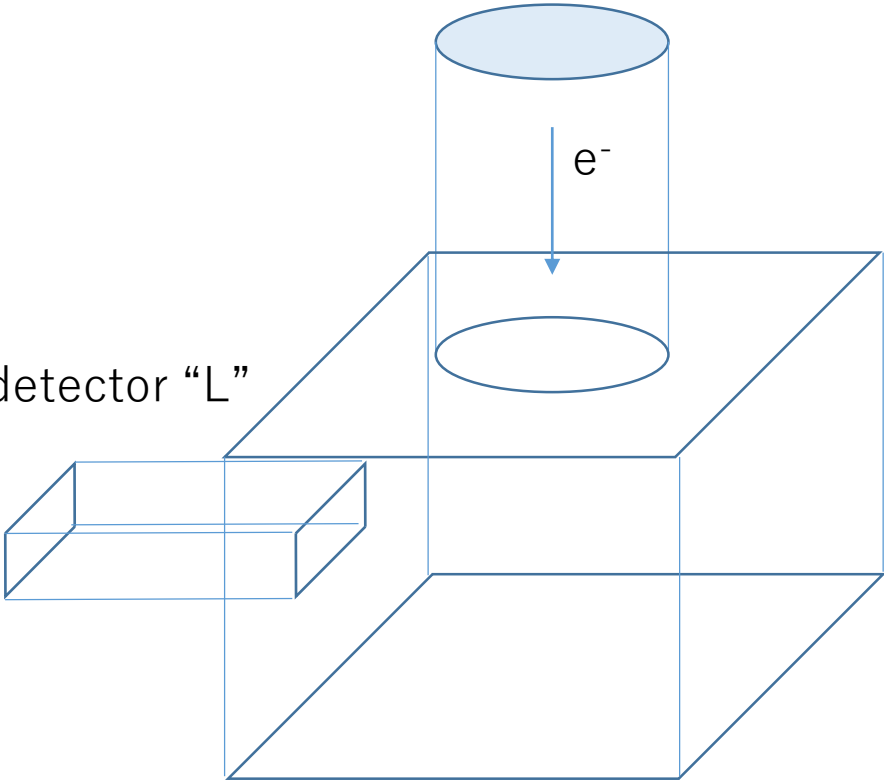


三つのパラメータによって
CS_m-CS₁-CS₃の関係の紐づけをする

この結果からは、「京大案0」が正しいと思うが、CS0->CS1の設定ができないため、未確認

次からのスライドは、下のようになっている

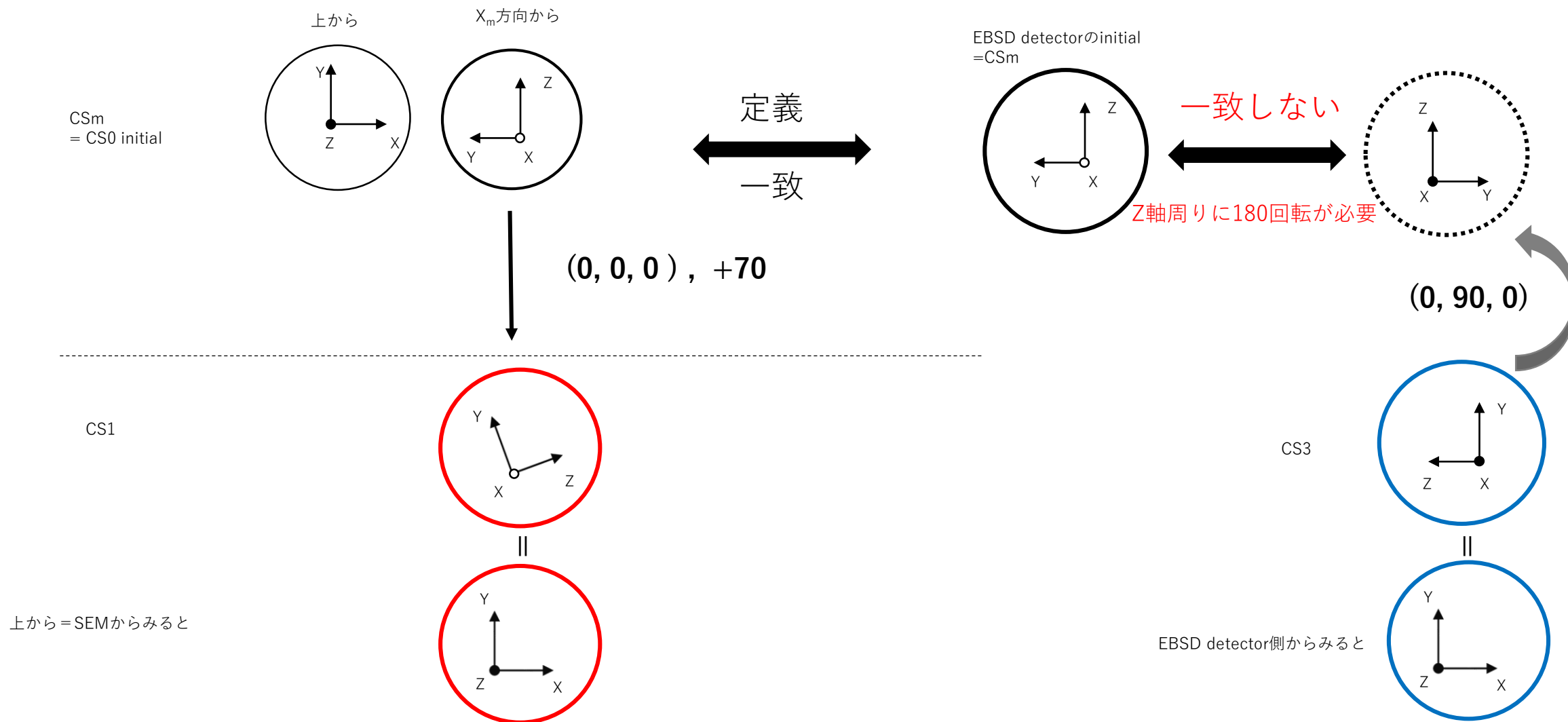
EBSD detector "L"



Oxford instruments社の公式見解

Sample Tilt = 70 degree
Detector Orientation = (0,90,0)

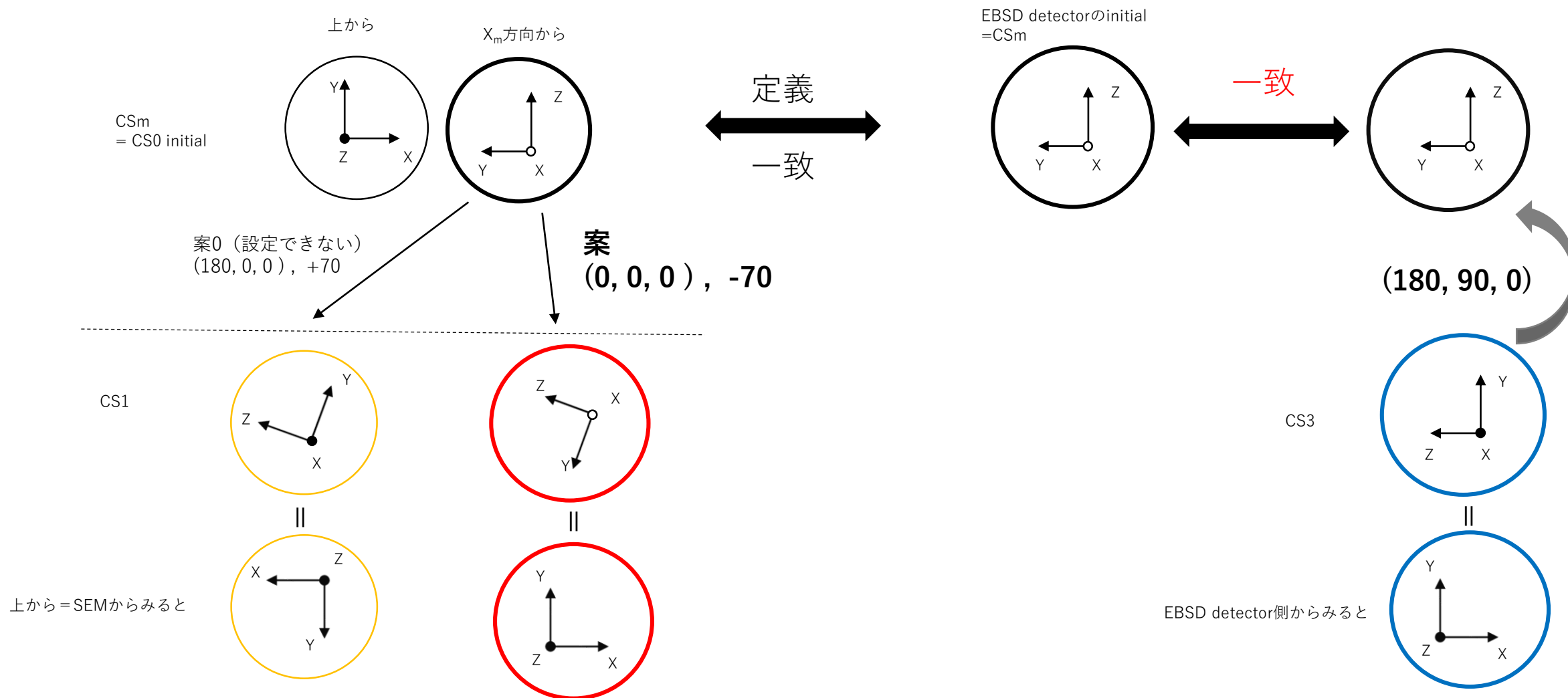
Oxford instruments社の定義



京大案

Sample Tilt = -70 degree
Detector Orientation = (180,90,0)

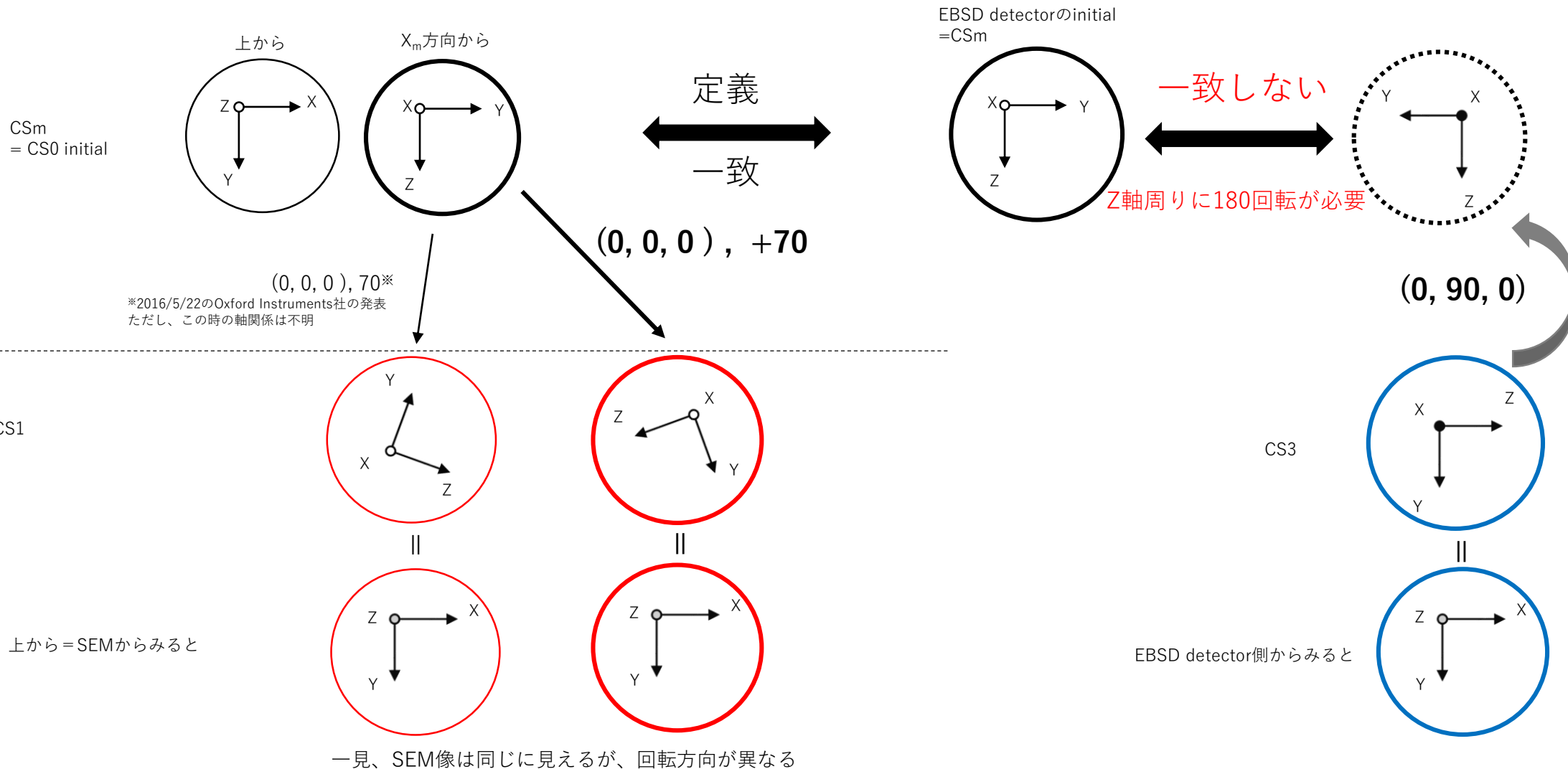
Oxford instruments社の定義



Oxford instruments社の公式見解

Sample Tilt = 70 degree
 Detector Orientation = (0,90,0)

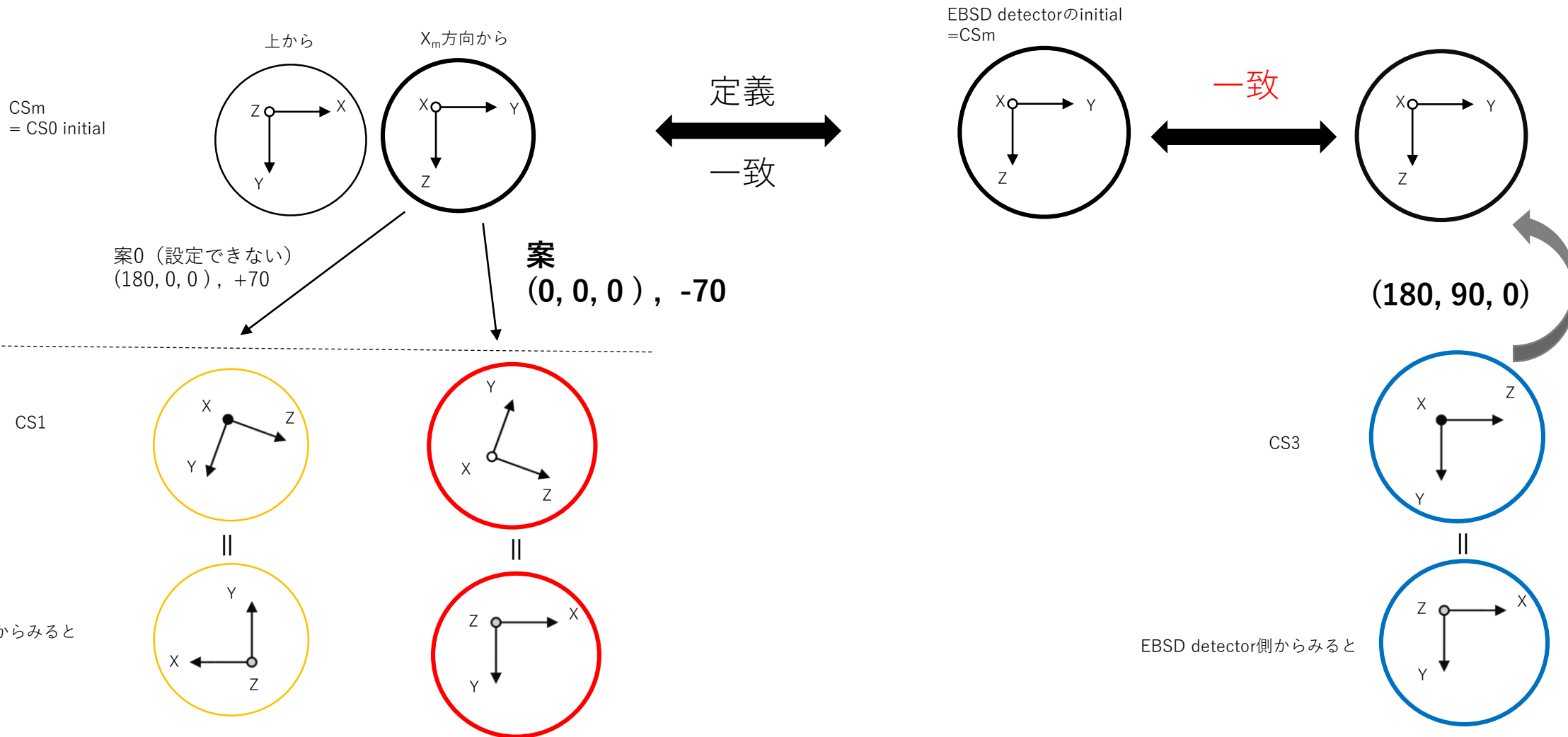
定義のし直し：Oxford instruments社の定義 + (0,180,0) = SEMのscan方向 を基準にする
 ※多分、この方がSEM像、EBSD像がわかりやすい（と思う）



京大案

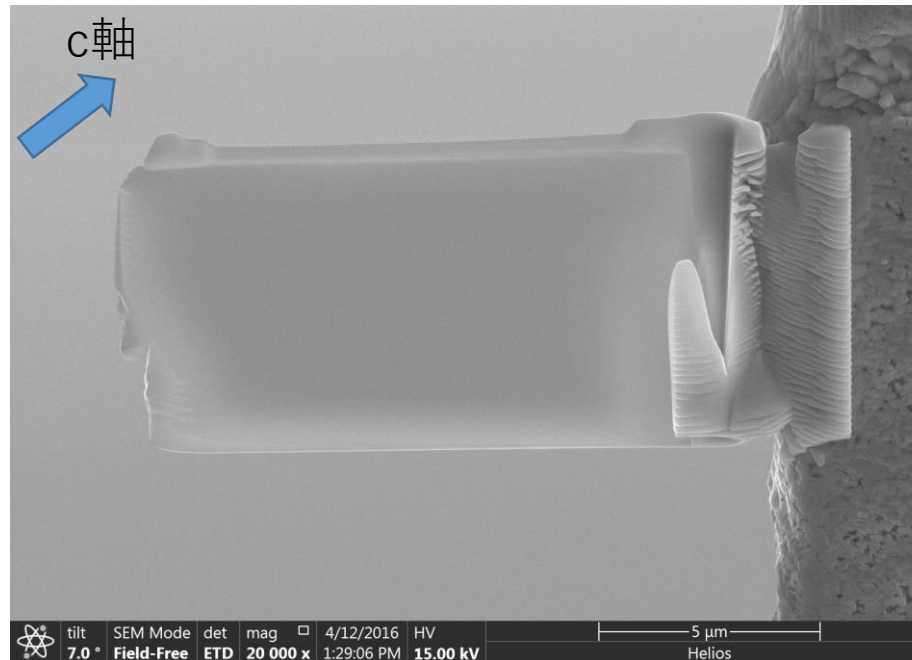
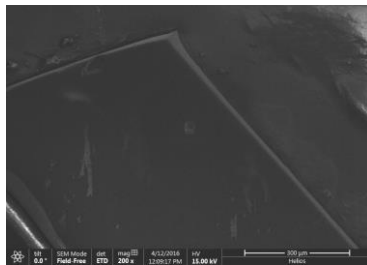
Sample Tilt = -70 degree
Detector Orientation = (180,90,0)

定義のし直し：Oxford instruments社の定義 + (0,180,0) = SEMのscan方向 を基準にする
※多分、この方がSEM像、EBSD像がわかりやすい（と思う）



では、透過EBSD/TKD（Transmission Kikuchi Diffraction; t-EBSD）では？

Sample と EBSD detector との位置関係



Sample Tilt = 38°

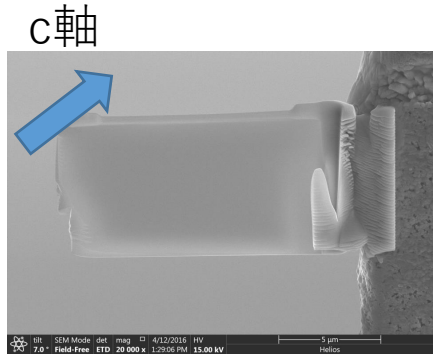
※ 38° は、我々の環境の場合です。
標準は、 $0 - 50^\circ$ です。

Oxford instruments社の設定

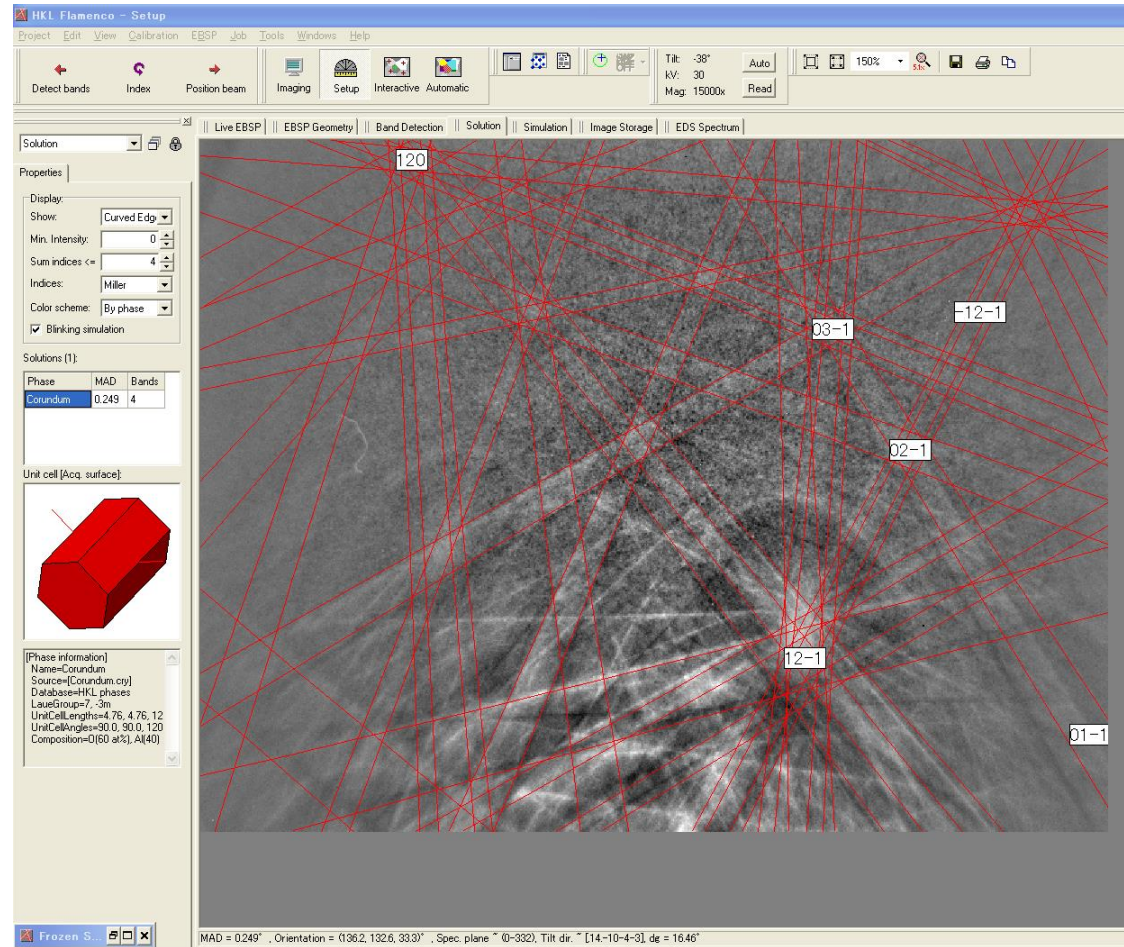
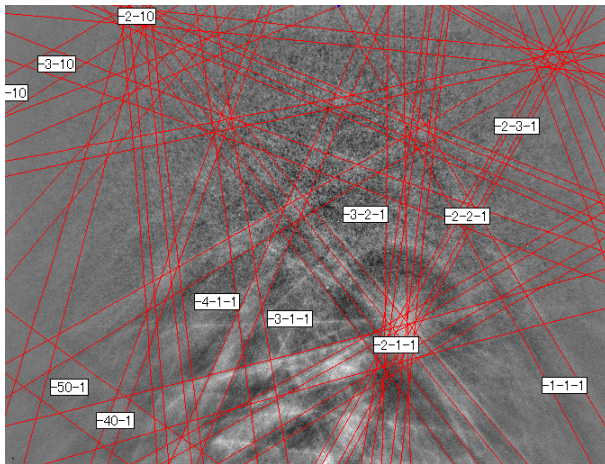
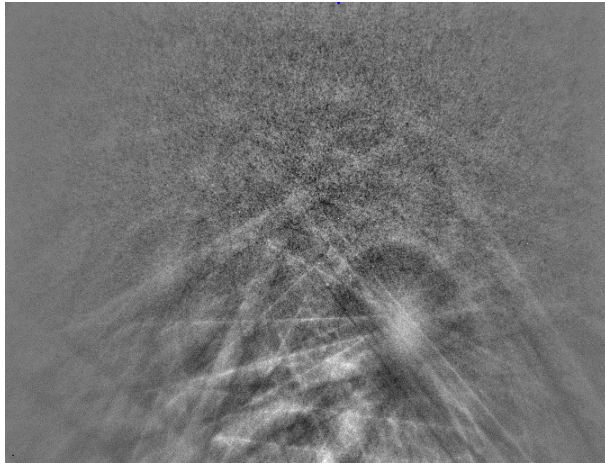
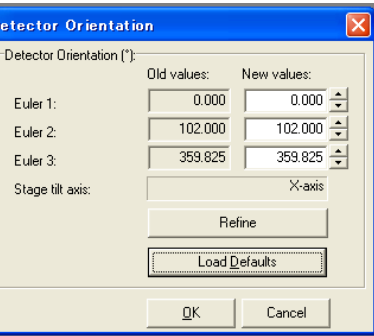


- sample tilt = -38,
- detector orientation = (0, 90(102), 0)

180度回転が必要



Tilt: -38°
kV: 30
Mag: 15000x



Oxford instruments社の設定

補足

一枚前のスライドでは、

- sample tilt = -38,
- detector orientation = (0, 90(102), 0)

にしているが、

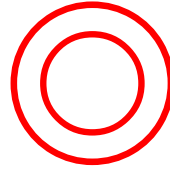
Oxford instruments 社の最初に行う設定は、

- sample tilt = 38
- detector orientation = (0, 90(102), 0)

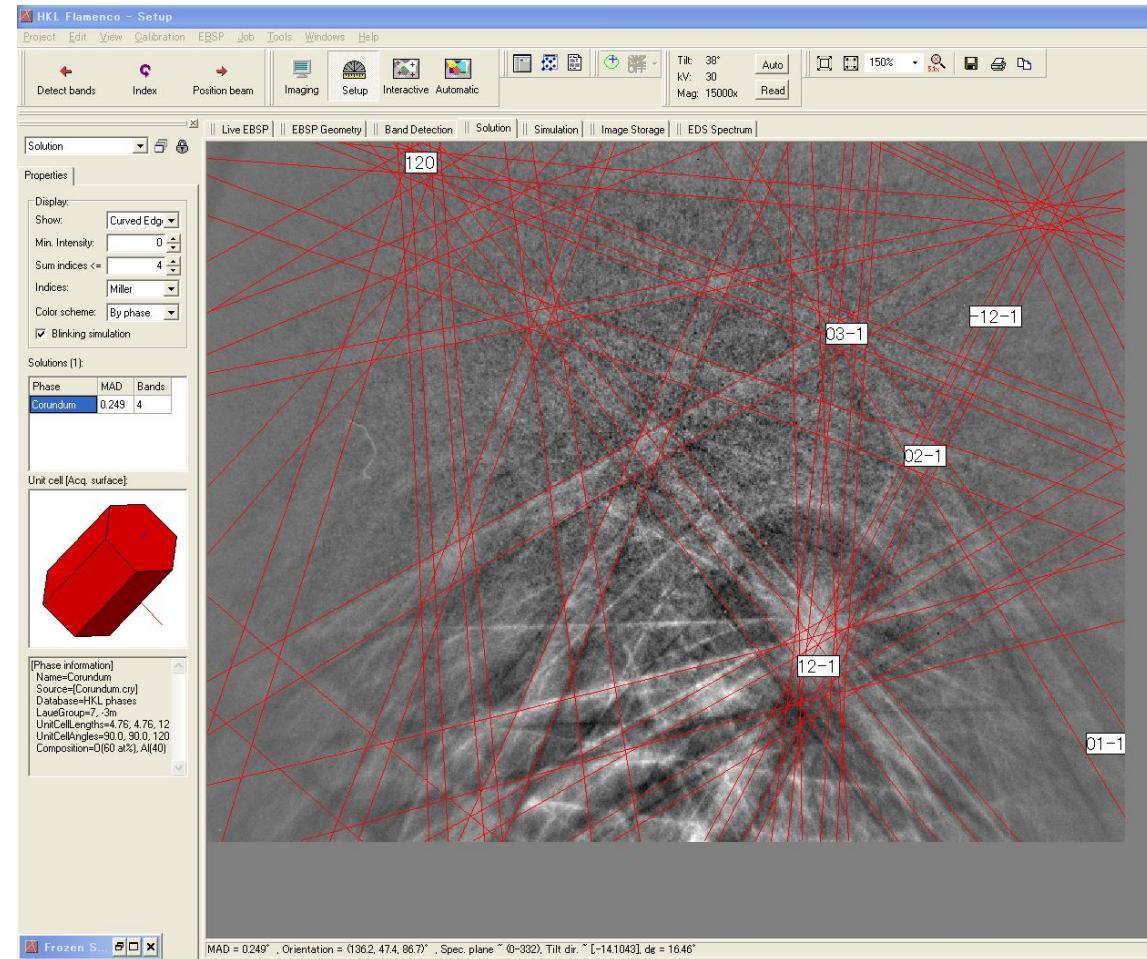
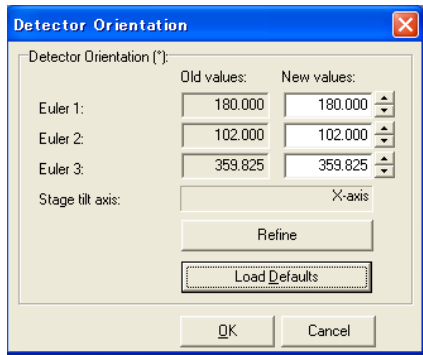
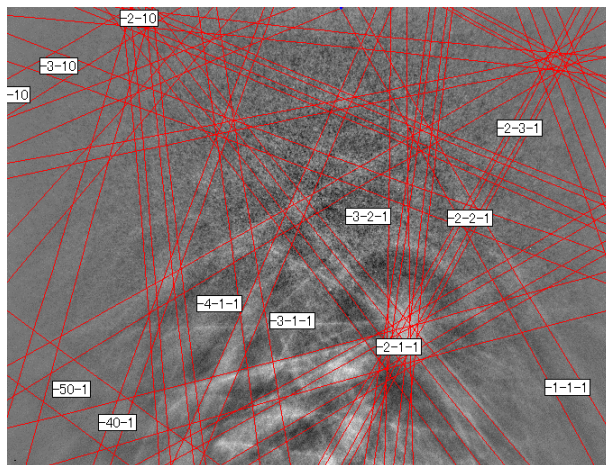
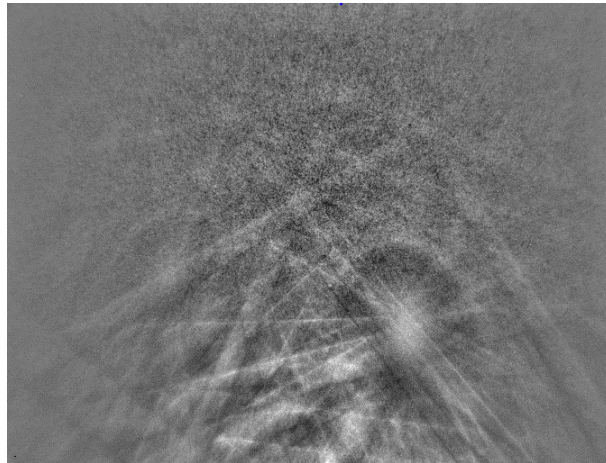
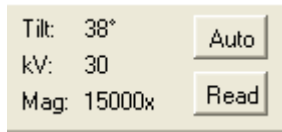
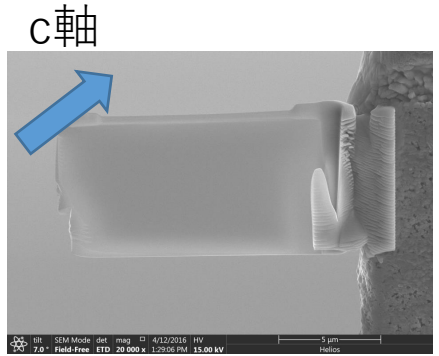
かもしれません（未確認）。

この場合は、全く異なる方位（76度ずれた方位）を向くとかんがえられるので注意が必要である。

京大案



- sample tilt = 38,
- detector orientation = (180, 90(102), 0)



結論

1. SEM像とEBSDで得られる方位を一致させる、Sample tilt, Detector orientation のパラメーターを提案した。ただし、Oxford instruments社の公式見解ではない。我々の提案するパラメーターを使用する場合は、今後の参考としたいので連絡 (miya@kueps.kyoto-u.ac.jp) をください。

※注意：ある時点でパラメーターを変えると、混乱をまねく恐れがありますのでご注意ください

京大案：

Sample Tilt (degree) = -70/standard-EBSD, 38/t-EBSD
Detector Orientation (degree) = (180,90(102),0)

2. このパラメーターにより、反射・透過EBSD共に、正しい方位を取得できた

※本発表の検証実験ではc軸だけを扱っているが、スライドに示したように幾何学的には問題ないため、結晶軸は全て正しく得ることができるはずである。

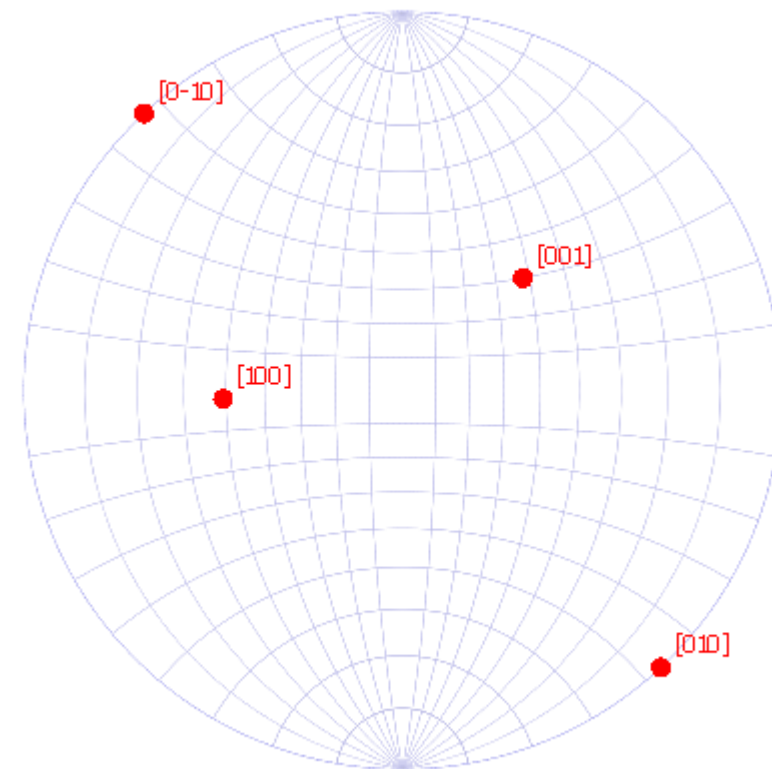
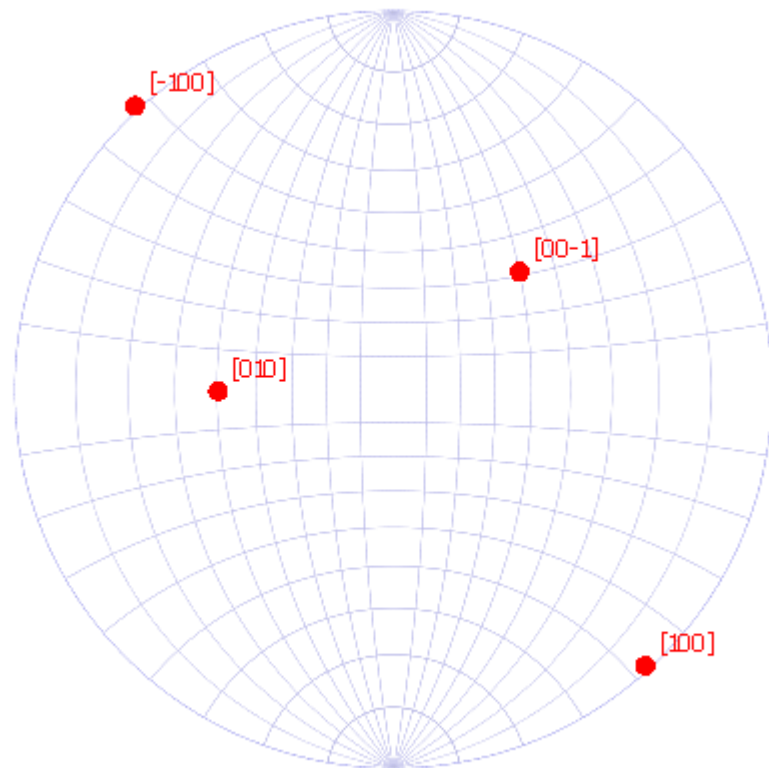
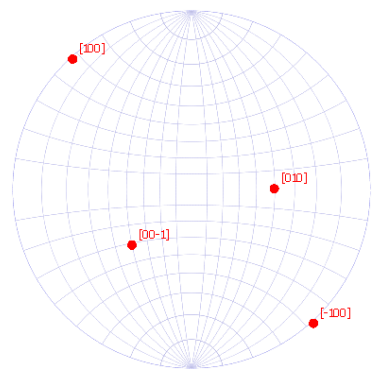
※京大案0でも良いはずだが、設定できないので未確認です。ここで、CS0については、解析ソフトでの補正するために必要なパラメーターかも知れませんが、こちらも未確認です。そのため、現在までに取得したデータは、CS0をうまく設定できると、正確に解析できるのかもしれない。

では、過去のデータをどうしたらよいか？

過去に取得したデータをどうしたらよいか？

1. 前ページにかきましたが、CS0については、解析ソフトでの補正するために必要なパラメーターかも知れませんが、未確認です。そのため、現在までに取得したデータは、CS0をうまく設定できると、正確に解析できるのかもしれませんが。
2. SEM像を、紙面に垂直な軸で180度回転させるのが、一番簡単と思われる。
3. 得られたEuler角、 ϕ_1 (ϕ : 最初の値) に、180度足す。
Oxford社の解析ソフトなどでは、第一象限に[00-1]はプロットできなかつたりするかもしれないので、注意が必要です。
4. 得られたオイラー角から上半球に投影する。この図を下半球投影であるとするればよい。
(プロットしたものを紙面に垂直な軸で180度回転させているのと同じ。)

補足：3の場合



得られたEuler角
(133, 131, 31)

R180

修正後のEuler角
(-47, 131, 31)

京大案で得られるEuler角
(133, 47, 90)

※第一象限に[00-1]はプロットできない。
※コランダムの場合、 $R\bar{3}c$ のため、正しくは一致しない。
六方晶系としてついてしまっている。

補足：雑感 1

※ 調べたわけではありませんが、2000年より古いSEMは”R”で、新しいSEMは”L”のことが多いような気がします（反射法での試料は、古いSEMでは”B”、新しいSEMは”A”に傾斜）。この理由として、2つのことが考えられます（他にあるかもしれませんが）。

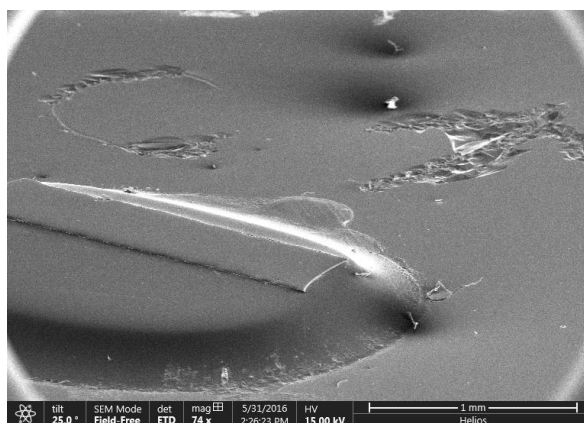
1. Scan方向との関係：

試料傾斜が”B”の場合の像よりも、”A”の方が視認性がよい、違和感が少ない。
（”B”の場合、上にはりついた感じがあり、違和感が大きい。）

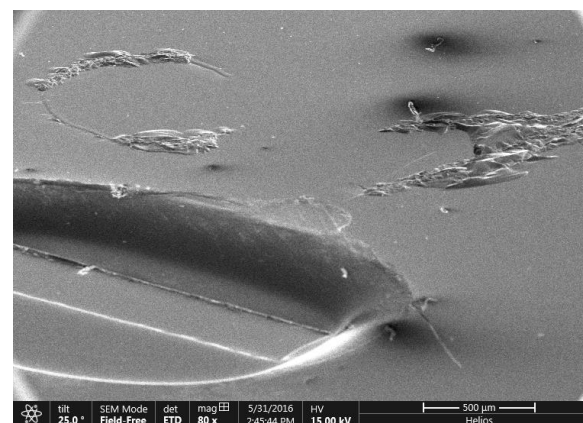
2. FIB-SEMの発達：

FIB-SEMの場合、FIBは”L”側につくことがほとんどである。そのため試料は”A”に大きく傾斜する。この機能を有効的に利用するため、その下のポートにEBSD検出器をつけることが多くなった。一方、反対の”R”側のポートは前室がつくことが多く、EBSD検出器をつけることができない。

”A”の場合



”B”の場合



サンプルは上に凸である

補足：雑感 2

※調べている範囲では、最近のどのSEMメーカー（JEOL, FEI, Zeiss）にどのEBSDメーカー（EDAX/TSL, Oxford, Bruker）のものをつけても、この問題が発生するようです。しかし、材料系ではすでに知られているので、各自で使用前にチェックし、解析ソフトで対応しなさい、とのことかもしれません。（El-Dasher et al., 2009; 鈴木, 2013; Britton et al., 2016 など）

※材料系では、2000年頃から認識はされているようです。特に、FIB-SEMによる3D解析が盛んになり、問題が表面化してきたようです。

謝辞：株式会社 T S L ソリューションズ 鈴木清一氏

※最近は3D-EBSDなどのために、SEM scan X軸方向にEBSD検出器をつけることがあるようです。この場合については、まだ考慮していません。