



QUANTAX EBSD

史上最速かつ最高感度のEBSDシステム

Innovation with Integrity

QUANTAX EBSD – 新たに革新的なコア技術を搭載

EBSD専用の新型ピクセル化センサーを搭載したQUANTAX EBSDが、材料解析を新たな次元へと導きます。Bruker独自の第一原理設計により開発されたWARPセンサーは、直接電子検出とCMOS技術を融合し、史上最速かつ最高の信号効率を誇るEBSD検出器 eWARP を実現しました。ESPRITソフトウェアの高度なパターン処理と組み合わせることで、解析速度・空間分解能・データ品質を大幅に向上させます。

eWARP – EBSD解析の新時代を切り拓く

eWARPは、Brukerが独自に開発した直接電子検出力カメラを搭載した、SEM用の革新的なEBSD検出器です。このユニークな設計により、測定速度、信号取得性能、データ処理性能が飛躍的に向上し、EBSD技術を新たなレベルへと引き上げます。

eWARPの比類なき信号効率は、広視野ピクセルによる極めて高い収集率と、SEMで一般的に使用される低電子エネルギーに最適化されたシリコンセンサーによる卓越した変換率によって実現されています。

ビンング機能を備えたCMOSセンサー

特許取得済みのオンチップ・ビンング機能を備えた世界初のCMOSデバイスが、eWARPの中核技術です。本センサーは、ビンングモードで動作させた場合、最大毎秒35万パターンの取得が可能です。この超高速動作モードにより、結晶方位コントラストとトポグラフィコントラストの混合比率が異なる5種類の前方散乱電子 (FSE) 像を同時に取得することができます (詳細は6ページ参照)。

さらに、eWARP独自のビンング機能は、将来的な新しいイメージング機能の開発に向けて、大きな可能性を秘めています。



図1
eWARP検出器。

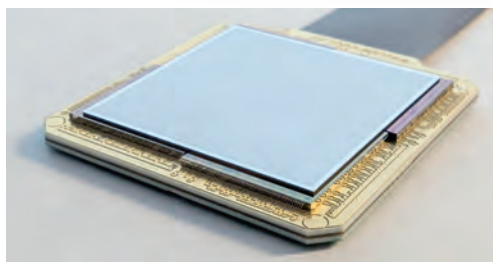
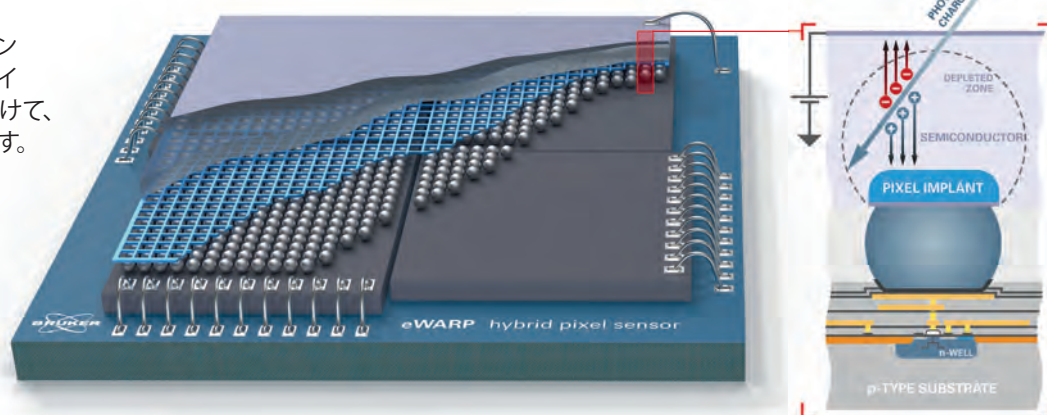


図2
BrukerのWARP (Wide Area Pixelated) ハイブリッドピクセルセンサーの写真と模式図。



低照射電子ビーム条件での超高速測定

高生産性と高空間分解能

eWARPは、その比類のない信号効率により、例えば10kVの加速電圧と12nAのプロープ電流といった中程度の電子ビーム設定でも動作します。これは、毎秒14,400パターンでの最大速度で使用する場合でも同様です。

このような低ビーム条件で取得されたパターンは、ESPRITソフトウェアサイトによる解析に十分な品質を有しており、99%以上のインデキシングレートを達成できます。

20 kVで取得した従来のEBSDマップと比較すると、加速電圧を低くすることで空間分解能は約2倍に向上します。言い換えれば、eWARPは少なくとも25 nmの分解能を保ちながら、極めて高速なEBSDマッピングを高いインデキシングレートで実現します。

eWARPが実現する卓越した測定速度と高い空間分解能は、ほとんどすべてのEBSDアプリケーションに大きなインパクトをもたらします。特に、大面積マッピング、3D EBSD、in-situ実験の分野では、画期的な進展が期待されます。

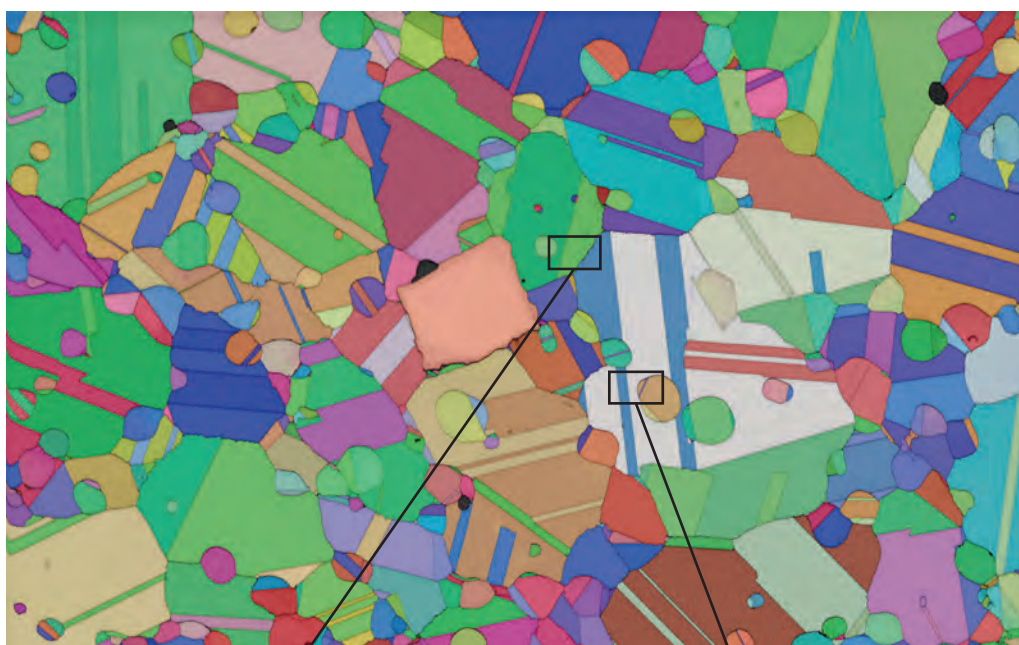
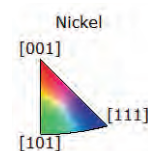


図3

Ni基超合金試料を、10 kV・12 nAの条件で測定。
測定速度：14,429 fps
マップサイズ：7.6 MPixel (84 × 56 μm²)
測定時間：8分46秒
ステップサイズ：25 nm
インデキシングレート：99%



500 nm



500 nm

図4

50~100 nmの粒界析出物(左)及び、100 nmの焼鈍双晶が明瞭に分解されている(右) IPFマップの拡大表示。
※ 本データは未クリーンアップ、ステップサイズ25 nmで取得。

10kVが新たなEBSD測定条件

NCM電池研究を推進するための、統計性・生産性・空間分解能の向上

卓越した信号効率により、eWARP は低加速電圧 (low-kV) EBSD を、従来の低加速電圧を使用した欠点なしに実現します。これにより、空間分解能およびインデキシング品質がこれまででないレベルで向上しました。これらの技術革新により、EBSD はこれまで適用が困難であった分野や材料においても、定量解析ツールとして活用可能となっています。電池材料の研究および製造は、EBSD が特に大きな可能性を示す新たな応用分野の一つです。結晶粒径や粒子形状、さ

らには高角粒界の割合は、容量、充放電速度、寿命、安全性といった電池性能に大きな影響を与えます。

図5は、リチウム・ニッケル・コバルト・マンガン (NCM) 電池材料の大面积結晶方位マップを示しており、極めて微細な結晶粒まで検出できていることが分かります。このマップには、約12,000個の結晶粒が含まれています。また、図5の挿入図では、NCM正極粒子の微細な内部組織が詳細に示されています。

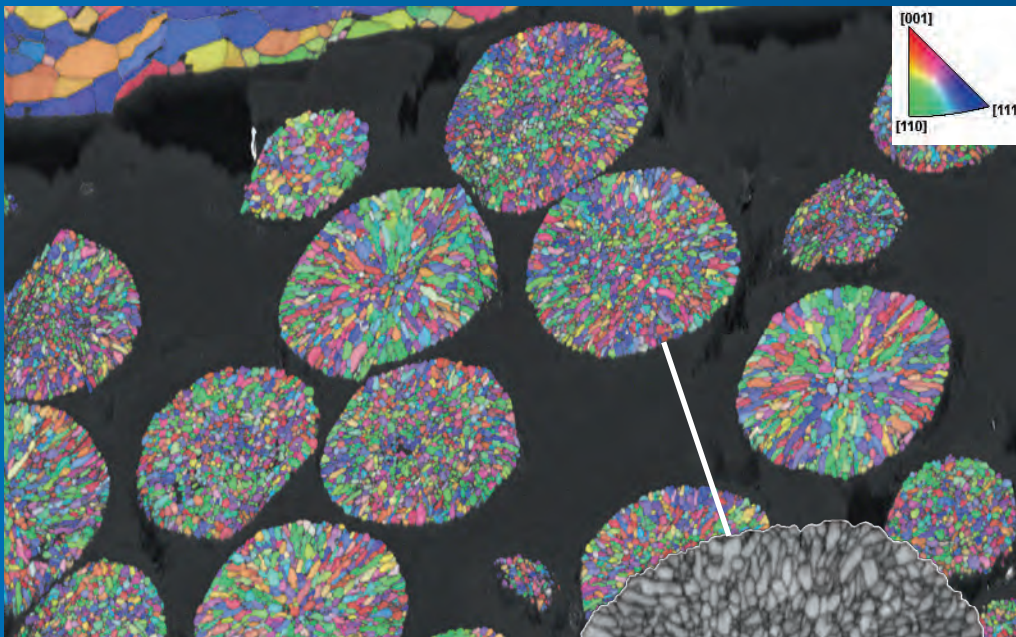


図5

10 kV、12 nAで測定した NCM (ニッケル・コバルト・マンガン) 電池材料の高分解能EBSDマップ。

測定速度：3,300 fps

ステップサイズ：25 nm

マップサイズ：3.8 メガピクセル

測定時間：19分20秒

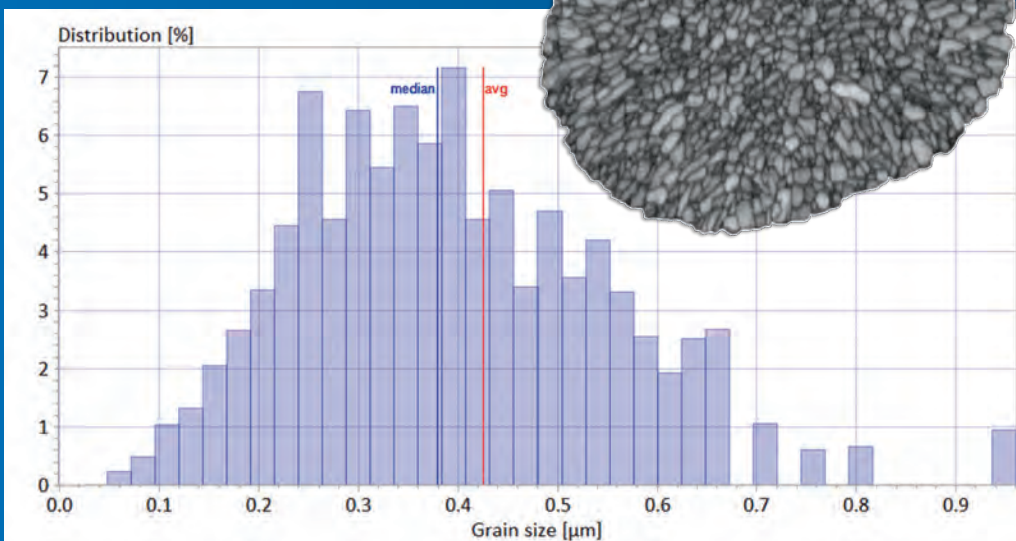


図6

図5に示した単一の正極材料粒子に対応する結晶粒径分布ヒストグラム。

この粒子には1,000個以上の結晶粒が含まれており、平均粒径は428 nmである。

測定困難な材料に対する20nm分解能

マルテンサイト鋼のような測定が難しい材料でも確実に解析

10 kV EBSD の大きな利点のひとつは、鋼やチタン合金におけるマルテンサイト組織の評価で明確に表れます。加速電圧を低くすると電子-試料の相互作用体積が小さくなるため、空間分解能が向上し、菊池パターンコントラストも改善されます。バンドがより明瞭に観察できることで、正確にインデックスされる確率が高まり、データ品質が向上します。これは、EBSD の結果と材料特性を適切に関連づけるうえで非常に重要なポイントです。

図7は、一般的な機械研磨で作製したマルテンサイト系ステンレス鋼試料から取得した EBSD データを示しています。上部のパターンクオリティマップでは、20 nm の分解能で典型的なマルテンサイトラス構造が確認できます。

下部の結晶方位マップでは、データクリーニングを行っていない生データにも関わらず、高いインデックスレートを得られていることが明瞭に示されています。

図7

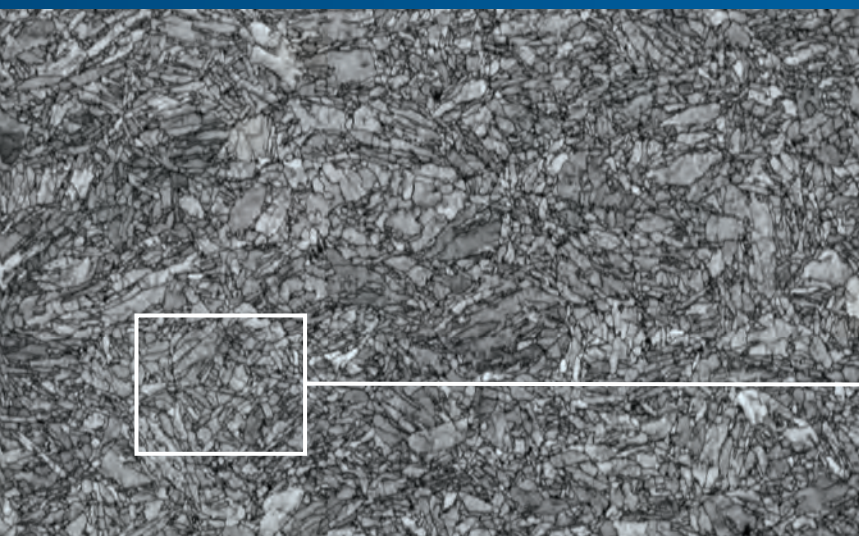
10 kV・12 nAで測定したマルテンサイト鋼試料のEBSD結果

取得速度：3,327 fps

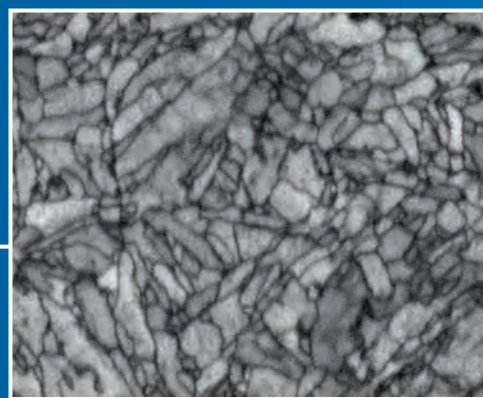
ステップサイズ：20 nm

マップサイズ：約3メガピクセル

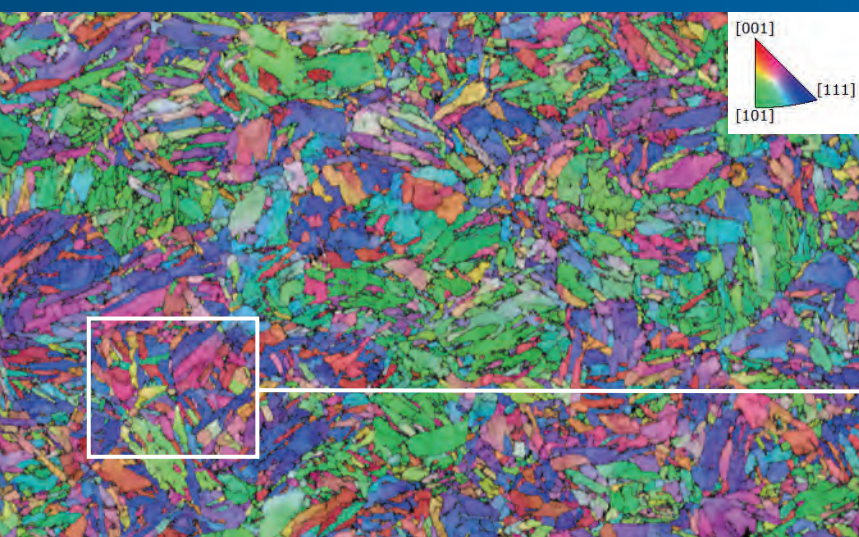
測定時間：14分49秒



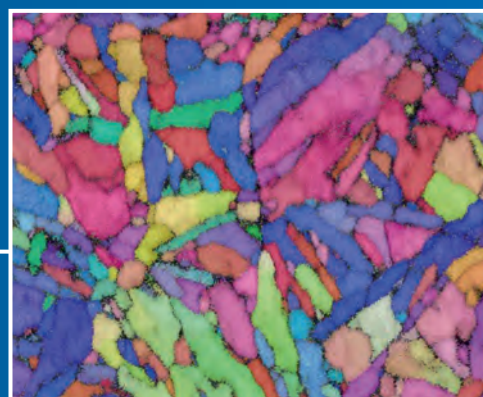
10 μm



5 μm



10 μm

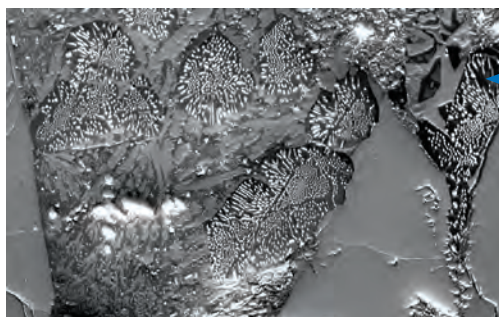


5 μm

100個の“目”を備えた拡張型ARGUS™

拡張型 ARGUS™ イメージングシステムは、次のような主要な特長とメリットを備えています。：

- 超高速FSE/BSEイメージング
- 新機能：バーチャル FSE イメージング
- チャネリングコントラスト、凹凸、フェーズコントラストを同時取得
- 1メガピクセルをわずか3秒で取得
- 5種類のイメージを同時に取得
- カラー表示／グレースケール表示に対応
- 自動連続取得が可能で、in-situ 実験に最適



50 μm



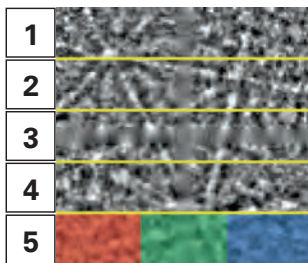
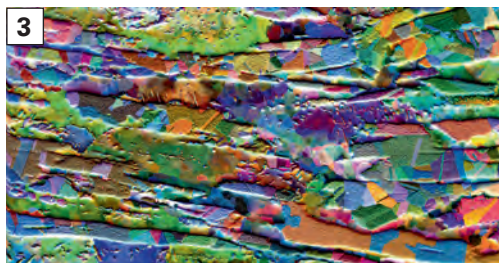
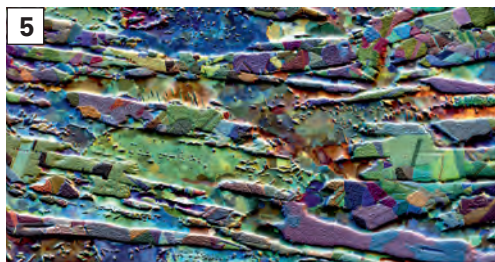
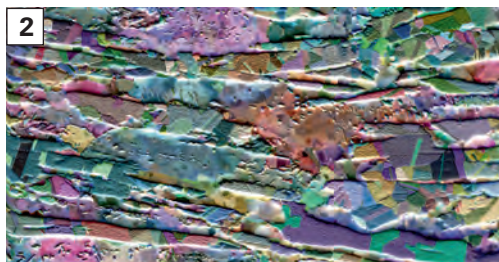
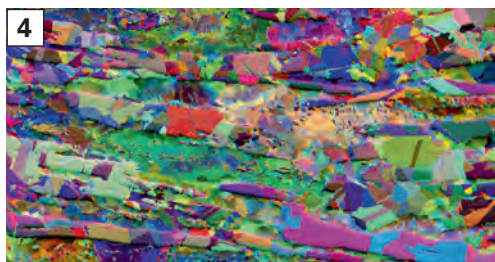
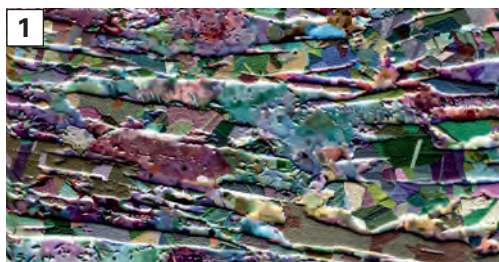
10 μm

eWARP の特許取得済みピニング技術は、新しい ARGUS™ イメージングシステムの中核となる機能です。この技術により、最大 350,000 ピクセル/秒の超高速 FSE イメージングが可能となり、ネイティブ解像度モードと比べて 1 ピクセルあたり 80 倍のシグナルを得ることができます。その結果、より高速で高品質な FSE イメージングが実現します (図8参照)。

さらに、ESPRIT には新たに、EBSD マッピング中に Virtual Forecaster Electron (VFSE) イメージを自動生成する機能が追加されました。この機能は、取得速度やシグナル品質を損なうことなく利用できます。図9は、二相ステンレス鋼から取得した 5 種類の VFSE イメージの例を示しています。

図8(上部)

ARGUSTM拡張システムを用いて取得したFSE画像。左は岩石試料におけるフェーズ/組成コントラスト、右は鋼材試料におけるチャネリングコントラストを示す。中央の画像は、eWARP センサーを9×9ピニングモードで動作させた際に得られる典型的な画像/シグナルを示しています。



100 μm

図9(左)

二相ステンレス鋼試料におけるチャネリングコントラストと凹凸コントラストを示すVFSE画像。各画像はセンサーの異なる領域によって生成されている。

ESPRITソフトウェア

ESPRITは、直感的に操作可能なBrukerが提供する材料組織解析および元素分析用ソフトウェアです。EBSDを用いた詳細な結晶方位解析に対応するだけでなく、EDSで取得した元素データも統合して解析できます。

高度なデータ処理能力

ESPRITのパターン解析エンジンは、eWARP EBSD検出器によって大幅に向上した測定スピードに対応するため、全面的に再設計されました。新しいアルゴリズムと24コアのIntelプロセッサの組み合わせにより、1秒あたり20,000以上のパターン（バンド検出+インデキシング）を解析できるようになりました。また、EBSDマップのオフライン解析による、再インデキシングでは、1秒あたり100,000ポイントという速度で実行できます。

ESPRITの速度性能における飛躍的な向上は、生産性向上のために不可欠であり、EBSD技術の活用方法を根本から変革し、科学・技術の発展に大きく寄与するものです。

使いやすく、柔軟な選択肢

ESPRITのユーザーインターフェースは、使いやすさと柔軟性を両立するように設計されています。本ソフトウェアは、速度とデータ品質を損なうことなく処理可能なすべてのタスクを自動化しています。一方、特定のパラメータを試したい経験豊富なユーザーには、必要な詳細設定ツールも用意されています。

高度なデータ後処理ツール

ESPRITソフトウェアは、EBSDデータのオフライン処理および解析のための幅広い機能を提供します。結晶方位分布表示、結晶粒再構成、ミスオリエンテーションマップ、テクスチャ成分マップといった標準的なポストプロセッシングツールは、柔軟かつ堅牢なサブセット作成・処理機能によって強化されています。これらのポストプロセッシングツール群により、微細組織の定量評価が可能となり、その結果を材料特性や試料が受けた加工・プロセス条件と関連付けて解析することができます。



単一のプラットフォームで、幅広い解析ニーズに対応

相互に補完し合う2つの解析手法であるEBSDとEDSは、ESPRITソフトウェアスイート上で完全に統合されています。これにより、複数のプログラムを切り替えることなく、さまざまな解析作業を一つの環境で実行できます。EBSDとEDSの同時データ取得はワンクリックで行うことができ、各手法の長所を活かした単一のデータセットを取得できます。すなわち、マップ上の各ピクセルにEDSスペクトルとEBSDデータの両方が含まれます。

両手法を同一のソフトウェアプラットフォーム上で統合することで、生産性が向上し、データ品質も改善されます。つまり、解析結果の処理や理解は、これまで以上に容易になるということになります。

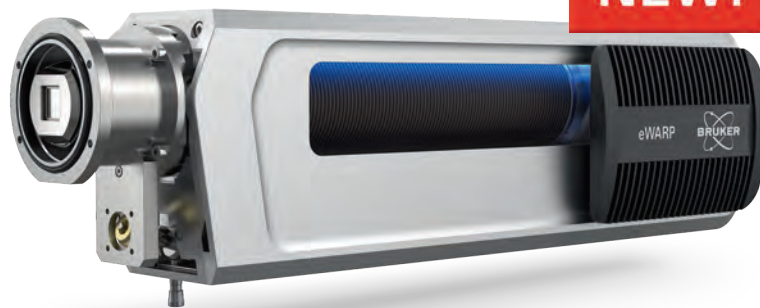
簡単にデータ出力、説得力のあるレポート

ESPRITソフトウェアは、HDF5などのさまざまな形式でEBSDおよびEDSデータをエクスポートすることができ、解析結果だけでなく生データも含めて、研究者間でのデータ共有を容易にします。さらに、テンプレートを作成・活用することで、レポートを自動生成することも可能です。

運用上の利点

- **オンサイトでのファームウェアアップグレードに対応**
 - パフォーマンスの向上
 - 操作性の向上
- **予知保全のための検出器監視**
(* お客様の許可を得た場合)
- **オンサイトでのセンサーモジュール交換**
 - 装置稼働率を最大化
- **10kVを新たな標準とするEBSDマップ**
 - 試料への電子線ダメージを軽減
 - 高空間分解能での測定

eWARP – 電子直接検出型EBSD検出器



主な仕様

チップ技術	CMOS/ピクセル化センサー
検出方式	電子直接検出 (Direct Electron Detection)
有効領域/センサー材質	16 x 16 mm ² / シリコン
画素サイズ/ピッチ	160 x 160 μm ²
ダイナミックレンジ	15 ビット (91db)
動作電子ビーム条件	加速電圧範囲: 5 kV ~ 30 kV 標準/推奨加速電圧: 10 kV 10 kV加速電圧下でオーステナイト鋼試料において99%のヒット率を達成するために必要な典型的なプローブ電流: 約12 nA
画素解像度	ネイティブ: 100 x 100 ピクセル ビニング: 10 x 10 ピクセル (9x9 ビニング – 特許 EP 3605 044 B1 / US 1166 5441 B2)
最小積分時間/フレーム時間	2.6 μs / 69 μs
放射線耐性 – 想定寿命	加速電圧10 kV動作時、週40時間使用で10年以上
冷却方式	ペルチェ冷却
オフラインバンド検出およびインデクシング	最大 20,000 パターン / 秒
オフライン再インデクシング	最大 100,000 パターン / 秒

ブルカージャパン株式会社

info.baxs.jp@bruker.com

info.ema@bruker.com

www.bruker.com/quantax-ebstd

www.bruker.com/ja

