

FE-SEM / EBSD のご紹介

はじめに

電子後方散乱回折法 (EBSD : Electron Back Scatter Diffraction Pattern) は、高傾斜 (一般的には 70 度) した結晶性材料の表面に電子線を照射して得られる回折パターン (EBSD パターン) を解析 (指数付け) することにより、照射点の結晶方位測定や結晶系を判定する手法です。この EBSD 装置を FE-SEM に導入することで、より微小領域における高分解能の結晶方位測定が可能になり、材料評価手法として幅広く利用されています。なお、測定対象となる材料は金属、半導体、セラミックス等の結晶性材料です。

装置の特徴

当室では、2018年12月に EBSD 装置を更新しました。装置の仕様は以下の通りです。

装置仕様

FE-SEM (ショットキー型電界放出走査電子顕微鏡)

日本電子製 JSM-7001F (既存)

EBSD

TSL ソリューションズ製 HIKARI (高速型 EBSD 検出器)

EDS (エネルギー分散型 X 線分析装置)

アメテック (EDX) 製 Octane Elite Super

また、EBSD の更新と同時に、元素定性分析に使用する EDS を SDD (Silicon Drift Detector) タイプの検出器に更新しました。これにより、EBSD との同時測定が可能となりました。EBSD は、解析の原理上、結晶系が同じものや EBSD パターンが類似する結晶相は分離することができません。そこで、EBSD と EDS を同時に測定することにより、同じ測定点 (ピクセル) の EBSD の情報と、EDS の元素情報および組成から、ピクセル毎の同定ができるようになりました。

EBSD の測定例

図 1 には、代表的な EBSD 解析事例として、窒化層を断面方向から測定した例を示します。それぞれのマップから、以下のような。

①イメージクオリティ (IQ 値) マップ

EBSD パターンを Hough 変換した際の Hough 空間上のバンドを示すピークの強度をプロットしたもので、結晶性の良し悪しを示しています。すなわち、IQ 値が高いほど、結晶性が良いことを示しています。

②逆極点図 (IPF) マップ

逆極点図を基にした結晶方位マップです。逆極点図の各コーナーに赤・青・緑の 3 色を配置して、ピクセルの方位をその混色を用いて表示しています。また、どの方向の方位を表示するか、を任

意に決めることができます。なお、各相 IPF マップ内に示すように、結晶系によってカラーキーとなる逆極点図は異なります。

③結晶相 (Phase) マップ

EBSD は、あらかじめ測定前に結晶相を選択しておく必要があります。その結晶系データの中から、測定で得られたパターンにもっともよく一致する結晶系を選択して、各ピクセルの相分布をマップにしたものです。また、各相のマップに占める面積比も算出することが可能です。

その他、以下のような解析も可能です。

- 結晶方位 (Crystal Direction) マップ … 指定した試料方向に向いている、指定した結晶方位の分布状況を示したものです。
- 結晶粒 (Unique Grain Color) マップ … 「ピクセル間の方位差」と定義した結晶粒界を指定して認識した結晶粒の分布状況を色で示したものです。
- 極点図、逆極点図、ODF 解析

また、ピクセル間の方位差によって、以下のようなマップも作成できるようになりました。

- KAM (Kernel Average Misorientation : 局所方位差) マップ … ピクセルと隣接するピクセル間の方位差の平均値を計算して、その値を中心の

ピクセルの値としたもの。

- GROD (Grain Reference Orientation Deviation : 粒界方位差) マップ … 一つの結晶粒内において、その結晶粒の平均方位またはKAMが最小値になるピクセルの方位を基準として、粒内の他のピクセルがその基準からどれだけの方位差になっているか、を示すもの。

その他

今回のEBSD装置の更新で、以下の機能が付加されました。

- 広域のEBSDマップ測定 …

専用ホルダの導入により、ステージ駆動とマップデータの繋ぎ合わせの精度が向上し、広領域でのEBSD測定および解析が可能になりました。

- 透過EBSD測定 … 薄膜試料を使って透過するEBSDパターンを取得することにより、通常のEBSD法と比べ、より高分解能の解析が可能になります。

おわりに

EBSDおよびEDSの更新により、これまで困難であった種々の解析が可能になりました。また、EBSDの測定においては試料の前処理が重要

ですが、これまでいろいろな材料の前処理を実施してきた実績もありますので、試料の前処理からEBSD測定、および解析まで、お気軽にご相談ください。

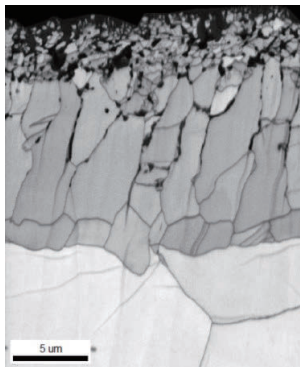
お問い合わせ先

尼崎事業所 解析技術部 物理解析室
立花 晃一

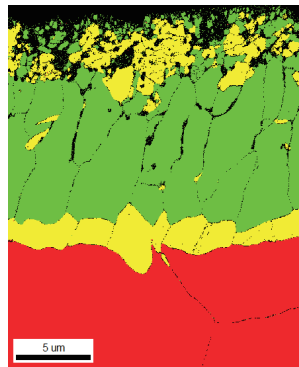
TEL : 06-6489-5777

FAX : 06-6489-5792

tachibana.koichi.h84@nstec.nipponsteel.com



①IQ値マップ

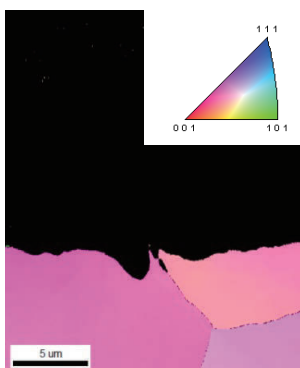


③結晶相 (Phase) マップ

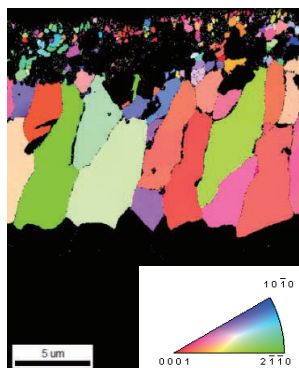
■ α -Fe
■ ϵ -Fe₃N
■ γ' -Fe₄N

EBSDによる解析

- ・ 結晶相 (Phase) マップにより、各相の面積比の算出が可能
- ・ 各相の逆極点図 (IPF) マップによる方位解析



α -Fe



ϵ -Fe₃N

②逆極点図 (IPF) マップ (ND)



γ' -Fe₄N

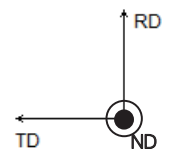


図1 EBSD解析例：窒化層の断面測定結果