

2013 年度第 3 回 OIM School Basic コース参加報告

神野貴昭

工学系技術支援室 分析・物質技術系

はじめに

分析・物質系技術支援室は、平成 23 年度より、グリーンビーム材料開発研究施設における全学共用の分析装置の管理運営を行っている。そこで管理している装置の中に、電子線後方散乱回折(EBSD)測定ができるものがある。しかし、EBSD 測定装置は近年新しく管理を始めた装置であるため、測定や解析に関する知識・技術が不十分な状況である。現状の知識不足を改善し、技術を身に付け、より高度な分析技術指導を行うために OIM School Basic コースに参加し、情報収集を行った。その内容について報告する。

1 OIM School について

今回参加した OIM School Basic コースは、TSL ソリューションズの主催する OIM(EBSD)装置の取り扱いに関する講習会である。OIM(Orientation Imaging Microscopy)とは、EBSD 測定により、試料の結晶方位分布を解析する装置であり、TSL ソリューションズは、グリーンビームで使用している OIM(EBSD)装置の開発元である。講習の日程は 2 日間(11/28-29)、講習の内容は EBSD 測定の基礎、測定用・解析用ソフトの使い方などであった。

2 EBSD 測定について

本講習内容を踏まえ、EBSD 測定について簡単に紹介する。

2.1 EBSD 測定の概要

EBSD(Electron Back Scatter Diffraction)測定は、試料に照射した電子線の後方散乱回折パターンを解析することにより、結晶がどの方向を向いているかを調べることができる測定法である。通常は、EBSD 用の検出器を走査型電子顕微鏡(SEM)に取り付けることにより、試料の結晶方位マップを得ることができる。

2.2 EBSD 測定の原理

試料に照射された電子線は、物質との相互作用により、さまざまな方向へ散乱または回折される。EBSD 測定に用いる後方散乱回折パターン(EBSD パターン)を図 1 に示す。この回折パターンは、菊池パターンとも呼ばれ、ほとんどエネルギーを失わない非弾性散乱の後に、ブラッグ反射した電子線によるものである。結晶の格子面の延長線をスクリーン(検出器)に投影したものが、この回折パターンとほぼ等価になるため、解析により、結晶がどの方向を向いているかを調べることができる。

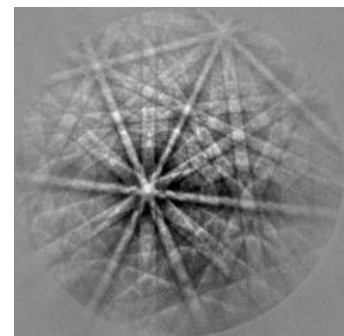


図 1 EBSD パターン

2.3 EBSD 測定の特徴

EBSD 測定の特に優れている点は、微小領域の結晶方位測定ができる点である。EBSD 測定の分解能は、ほぼ電子線のプローブ径によって決まり、電界放出型の電子銃であれば、10~15nm 程度の分解能が得られる。

EBSD 測定の注意点として、試料表面の変質や凹凸に弱い点が挙げられる。これは、EBSD パターンが試料表面から 30~50nm 程度の深さの領域で発生することに由来する。このために、試料の研磨方法や帯電防止のための導電コーティング処理方法は、慎重に検討する必要がある。

2.4 EBSD の解析例

2.4.1 逆極点図

逆極点図は、ある方向から試料を見たときに、どの結晶面が見えているかを示すものである。図 2 は、結晶面方位の違いを、色の違いで表現しているものである。また、図 2 における立方体は、その点での結晶の向きを模式的に示している。

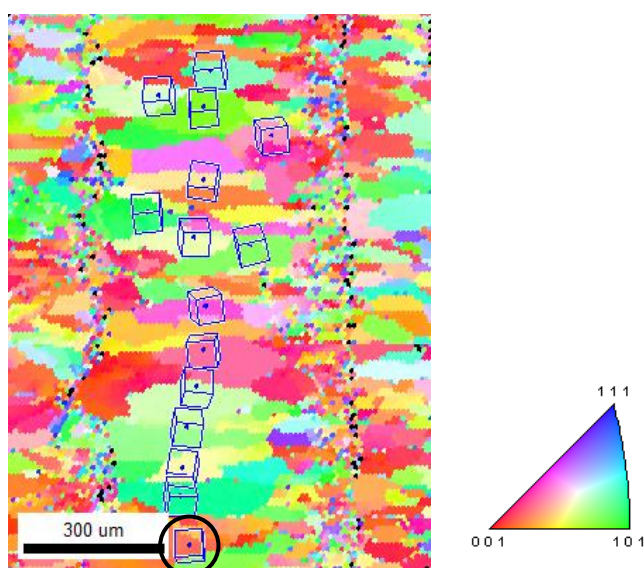


図 2 逆極点図

2.4.2 極点図

極点図は、ある結晶面方向の分布をステレオ投影図で表したものである。図 3 では、(001)面の方向の分布(立方晶であるため等価な(010),(100)なども含む)を表している。例えば、図 2 の円で示した立方体の位置では、(001)面は正面、(100)面は下、(010)面は右方向を向いているため、図 3 ではそれぞれ、円の中央、RD、TD の各点に点が打たれる。この作業を図 2 の全ての位置に対して繰り返し行ったものが図 3 である。

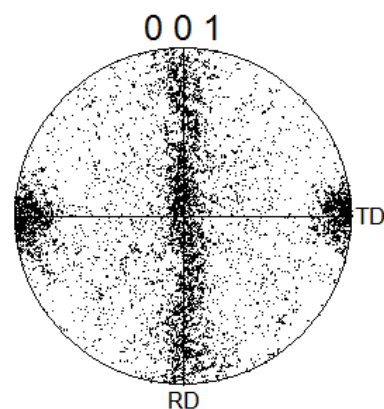


図 3 極点図

2.4.3 その他

生データは、観察領域の各点での結晶面方位であるため、方位差分布や結晶粒界線、結晶粒径分布などが計算できる。

3 まとめ

OIM School Basic コースにおいて、EBSD 測定について学んだ。今後は、研磨などの EBSD 用試料作製技術を身に着けることと、EBSD 測定の活用例を学ぶことを課題とする予定である。