

EBSD パターン取得における コンタミネーションやチャージアップに対する t-EBSD 法の有効性

山本悠太

名古屋大学 全学技術センター 工学系技術支援室 y.yamamoto@esi.nagoya-u.ac.jp

背景

EBSD 法は、一般的に、SEM を使い、電子線を試料に照射し、後方散乱した電子により形成される菊池パターンを、カラム内の CCD カメラで取り込む手法である。^{[1], [2], [3]} この方法は、多結晶体の方位解析に非常に有効な手段である。

セラミックスに代表される非導電性試料は、電子線を照射するとチャージアップを起こし、チャージアップは、像観察や結晶方位解析において妨げになることが良く知られている。チャージアップ対策として良く用いられる方法は、表面コートである。試料表面にカーボンや金、白金、オスミウムなど導電性の物質を蒸着させることで、チャージアップが抑制され、像観察が可能になる。しかし結晶方位解析においては、表面のコーティング膜が厚すぎるとパターンのぼけなど不明瞭さの原因となり、薄すぎると十分にチャージアップを低減できないため、厳密に膜厚を制御する技術が要求される。表面コーティングをしないチャージアップ対策としては、環境 SEM を用い、試料にガスを吹き付けた状態で観察する方法が報告されているが、この方法には専用の装置が必要になる。^[4]

transmission EBSD(以下、t-EBSD)法は、TEM 観察が可能な厚みの試料に電子線を照射して、前方散乱した透過電子により形成される菊池パターンを取り込む手法である。この方法は、後方に多重散乱した電子による EBSD パターンを得る一般的な EBSD 法(以下、standard EBSD (s-EBSD)法)に対して、単一散乱の電子による EBSD パターンを得られるため、高い空間分解能でパターンを得ること、および高分解能マッピングをすることが可能な方法である。^{[5], [6]}

本発表では、t-EBSD 特有の特徴について、2 点に着眼し、それらの特徴が活きる場合の EBSD パターンの取得において、s-EBSD 法よりも t-EBSD 法の方が有効であることを示す。着眼点の 1 点目は、t-EBSD パターンは、電子線出射側の試料表面の近傍から形成される点である。電子線入射側の試料表面に何かが付着している試料の EBSD パターンの取得において、s-EBSD 法ではパターンの劣化などが懸念されるが、t-EBSD 法の場合には影響を受けない可能性が考えられる。そこで、FIB のデポジッション機能を使い、電子線入射側の試料表面にカーボンを堆積させて模擬的なコンタミネーションとして扱い、堆積物の厚みに対する s-EBSD と t-EBSD パターンの変化を比較し、コンタミネーションに対する t-EBSD 法の有効性の検討を行った。2 点目は、前方に透過した電子の方が、試料内部まで侵入した後に後方に散乱する電子より、試料内の移動距離が短い点である。そのため、チャージアップが起きる試料について、t-EBSD の方が、s-EBSD よりも、解析におけるチャージアップの悪影響を受けにくい可能性が考えられる。そこで、セラミックス試料について、t-EBSD パターンによる IPF マッピングと s-EBSD による IPF マッピングの質を比較して、チャージアップに対する t-EBSD 法の有効性を検討した。また、2 点を合わせた検討として、チャージアップを低減するためにセラミックス試料の表面にカーボンコートしたもののについて、t-EBSD パターンと s-EBSD パターンによる IPF マッピングの質の比較を行った。

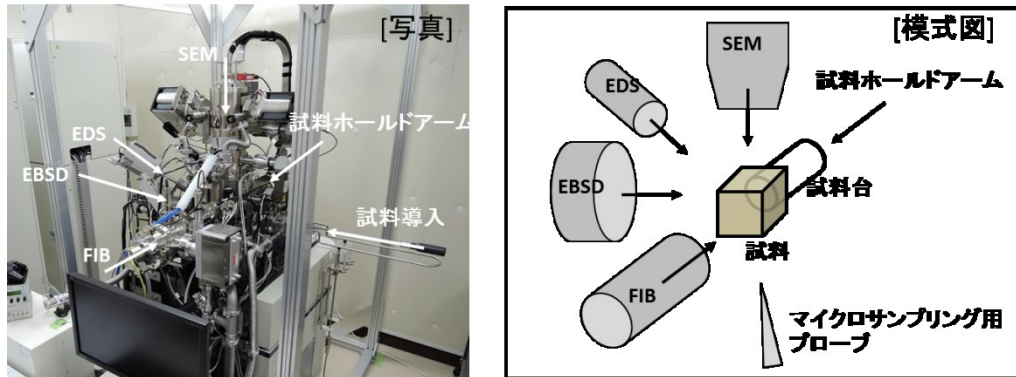
方法

実験には、図に示す HITACHI 製の FIB-SEM、MI4000L を用いた。SEM 観察および EBSD パターンの取得は、加速電圧 20kV で行った。また、EBSD パターンの取得において、バックグラウンドの処理は Dynamic subtraction を用い、カメラの露光時間とゲインは、適宜最適化を行った。また、EBSD パターンの取得における試料ホルダーアームの回転角度は、s-EBSD は 70°、t-EBSD は -60° にした。

コンタミネーションに対する有効性の検討は、次の方法で行った。試料は、バルク状のアルミを、装置の FIB 機能を使い加工して、TEM 観察用メッシュに取り付けて、観察箇所を厚みをおよそ 100nm とした。模擬コンタミネーションとして扱うデポジッションは、デポ源としてフェナントレンを用い、ドーズ量を一定にして 10 回の蒸着を行った。デポを付けた箇所の s-EBSD パターンと t-EBSD パターン

を、デポ回数 0~10 回でそれぞれ取得した。

チャージアップに対する有効性の検討は、次の方法で行った。試料は、一般的なアルミナサンプルを、平面イオンミリング法で加工した。マッピングは、 $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ のエリアを、20nm のステップでスキキャンして得た。カーボンコーティングには、一般的なカーボンコート用のコーティング装置を用いた。



図(左) 装置(MI4000L(HITACHI))の写真、(右)装置内部の、ガンや検出器などの位置関係の模式図

結果

デポした箇所の EBSD パターンについて、デポ回数が少ないうちは、s-EBSD、t-EBSD どちらのパターンも明瞭に得ることができたが、デポ回数の増加に対して、t-EBSD パターンは明瞭なまま変化が認められないが、s-EBSD パターンは不明瞭になっていくことが分かった。

平面イオンミリング法により作成したアルミナ試料について、低倍率で SEM 観察を行ったところ、試料の厚い箇所では色調の異常が認められたが、試料が数 μm 程度以下に薄くなっている箇所については色調異常が認められず、試料を薄片化するだけでも、チャージアップを低減する効果が得られることが分かった。また、s-EBSD パターン、t-EBSD パターンでほぼ同じ視野のマッピングを取得したところ、t-EBSD マッピングの方が、チャージアップの影響を受けていないことが分かった。マッピングを行ったアルミナ試料に対して、20~30nm の膜厚でカーボンコートし、コーティングした試料の検討に用いた。s-EBSD パターン、t-EBSD パターンで先ほどとほぼ同じ視野のマッピングを取得したところ、s-EBSD マッピングは全体的に完全に不明瞭であるのに対して、t-EBSD マッピングは鮮明に得られることが分かった。コーティングの有無も含めて順位づけすると、マッピングの鮮明さは、t-EBSD, コート有 > t-EBSD, コート無 > s-EBSD, コート無 > s-EBSD, コート有、という結果になった。

結論

EBSD パターンの取得において、コンタミネーションが起きる試料やチャージアップが起こる試料に対して、t-EBSD 法の有効性を示すことに成功した。

謝辞

本研究会へ参加する機会を頂きまして、名古屋大学工学部技術部のみなさまに厚く御礼申し上げます。また、工学部技術部 分析・物質技術系技術課のみなさまに、重ねて感謝致します。討究の場を頂きました名古屋大学の武藤俊介教授、散乱現象をご教授頂きました名古屋大学の山本剛久教授にも、感謝の意を表明致します。

参考文献

- [1] D. J. Prior et al, American Mineralogist, 84, pp.1741-1759 (1999).
- [2] J. A. Small et al, Journal of Microscopy, 206, pp.170-178 (2002).
- [3] S. Zaeferrer, Ultramicroscopy, 107, pp.254-266 (2007).
- [4] S. S. Zabeleta et al, Microscopy and Analysis, 27, pp.23-26 (2013).
- [5] R. R. Keller et al, Journal of Microscopy, 245, pp.245-251 (2011)
- [6] D. Robert et al, ACS nano, 7, pp.10887-10894 (2013)