

## 透過電子顕微鏡を用いた自動方位マッピングの研究

株式会社アド・サイエンス Yves Maniette  
Nanomegas SPRL Stavros Nicolopoulos  
Laboratoire SIMAP Edgar Rauch

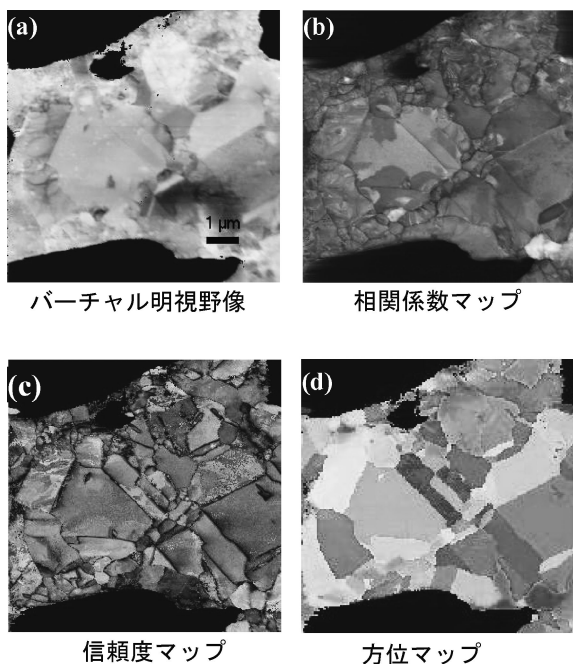


Fig. 1 種々の方位マップ像.

材料での結晶方位分布の測定は一般的に走査電子顕微鏡のEBSD技術によって行なわれている. この方法には幾つかの欠点がある. まず, 超変形された材料の場合には, 菊池線が弱くなったりする. またセラミックスのような電気抵抗の高い材料では, EBSDは使えないことがある. ここで紹介する新しい技術を利用すると, 透過電子顕微鏡によって, 1 nmの高空間分解能で方位マッピングが可能になった.

透過電子顕微鏡のために開発された自動結晶方位ツール(NanoMEGAS; ASTAR)を用いると, 電子ビームを試料上に走査しながら, 個々の点で, 回折図形を高速(約 100 fps)で記録できる.

より良質の回折図形を得るために, プリセッション装置(NanoMEGAS; Spinning Star)をTEMに取り付けて, プリセッション回折図形を記録した.

そして, それぞれの回折図形を一連の計算回折図形と相互比較することによって, 結晶方位が解析でき, 試料の方位分布のマッピング像が得られた. また, そのデータを演算することによって Fig. 1(銅の多結晶試料)で示したような「バーチャル明視野像」(a), 「相関係数マップ」(b), 「信頼度マップ」(c)と「方位マップ」(d)の四つの像が得られた. ここで「信頼

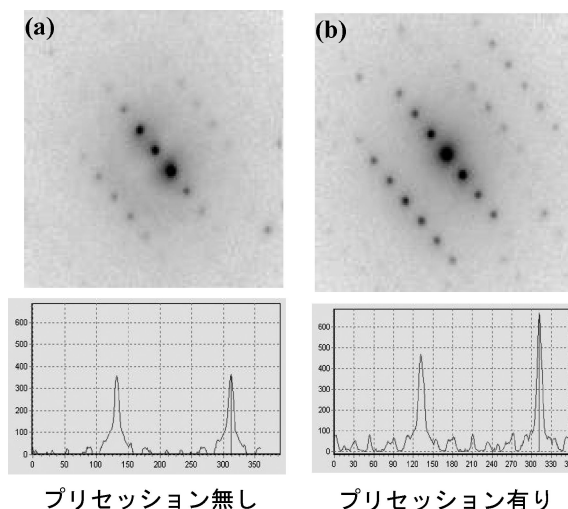


Fig. 2 フェライトからの通常の回折図形(a)とプリセッション回折図形(b).

度マップ」とは, 計算で二つの方位候補がある時に, その一番確かな候補を示すマップである. このマップは特に, 二つの粒子の界面を見るのに役に立つものである.

### (応用1) プリセッションを利用した鏡面对称性の区別

bcc構造を持つフェライトでは, 従来の回折を利用すると(Fig. 2(a)), テンプレートを360°回転しながら, 相関指数を計算すると二つの最大値が得られるが, 両方とも同じ値になり, 鏡面对称性は解決できない. しかし, プリセッション回折図形を利用すると(Fig. 2(b)), 一つのピーク値が明確に大きくなるので, 鏡面对称性はプリセッション回折で明確に解決できる.

### (応用2) 異相マッピング

複数のテンプレートセットを利用すると, 幾つかの相関計算が可能になるので, 試料の中に複数の異相が含まれた場合でも, それぞれのマッピングが可能である. このことは, 材料開発や問題解析に重要である.

## 文 献

- (1) E. F. Rauch and L. Dupuy: Arch. Metall. Mater., **50**(2005), 87-99.  
(2009年8月3日受理)

Automatic Orientation Mapping in the Transmission Electron Microscope; Yves Maniette\*, Stavros Nicolopoulos\*\*, Edgar Rauch\*\*\*(\*AD-Science Co., Funabashi. \*\*Nanomegas SPRL. Brussels. \*\*\*Laboratoire SIMAP, CNRS, Grenoble)

Keywords: *precession electron diffraction, orientation mapping*

Specimen preparation: ion milling at 4 keV Ar R.T.

TEM utilized: JEM-2010, LaB6Gan

Observation condition: NBD mode, scanning done through external unit ASTER