実学講座

金属材料実験の手引き

1. 組織観察

1-3　走査型電子顕微鏡を用いた分析手法

1-3-2　後方散乱電子回折法(EBSD)による結晶方位解析

横　江　大　作*

1-3-2-1　はじめに

一般にEBSDやEBSPと呼称される後方散乱電子回折法(Electron BackScattered Diffraction：電子線後方散乱回折法とも呼ばれます，以下，EBSD)は，試料に電子線を照射したときに試料表面から発生する回折パターン(EBSDパターン)を利用して，電子線照射領域の結晶方位に関する情報を得る分析法です(**図1**)．本稿では，EBSD法の原理や測定条件の考え方，解析時の注意点などについて解説します．

1-3-2-2　EBSDパターンの取得と方位解析

①　EBSDパターンとは[6][7][11]

電子線が試料内に侵入すると，原子との相互作用により非弾性散乱が生じます．原子から全方向に非弾性散乱した電子のうち，試料表面方向に向かい試料表面においてBragg回折条件を満たした電子は上下1対の円錐状に広がって飛び出してきます(図1(b))．この電子を蛍光板に投影すると，回折条件を満たす全ての結晶面に対応した複数のバンド状の模様(EBSDパターン)が現れます(図1(c))．EBSDパターンはTEMで得られる菊池パターン†と良く似た性質を有しているため，擬菊池パターンとも呼ばれます．EBSDパターンのバンド幅は結晶面間隔に，バンド交点は結晶の晶帯軸に，バンド同士が交わる角度は結晶面間の角度にそれぞれ対応しますので，このパターンを解析することで結晶の方位などの情報を得ることができます．なお，バンド幅は電子線の加速電圧によっても変化します(後述)．

②　EBSDパターンの取得

EBSDパターンは，試料測定面を60～70°に大きく傾斜させ，その測定面から発生した散乱回折電子を信号として，入射電子線に対して約90°の位置に配置した蛍光板へ投影させ，CCDカメラを用いて取り込みます(図1(a))．電子線を一か所に固定して取得することはもちろん可能ですが，多くの場合，ある領域に対して走査し，指定した間隔ごとに連続的にEBSDパターンを取得するマッピング形式での測定が一般的です．総測定点数が非常に多くなることと，EBSDパターンの取得と同時に後述するHough変換，パターンの方位解析(指数付け)，オイラー角の算出などを行うため，マッピング測定時には数時間を要します．近年では測定の高速化を目的として，CCDカメラに代わってCMOS(Complementary metal-oxide semiconductor)カメラを用いたEBSD検出器も開発されています．

③　良質なEBSDパターンを取得するための信号増幅(Gain)および露出時間(Exposure time)の調整[6]

結晶の方位解析などは取得するEBSDパターンの像質(高いコントラストを有している鮮明な像質)に大きく左右されます(後述するバックグラウンド除去も参照)．EBSDパターン取得時の最適な輝度は信号増幅(Gain)および露出時間(Exposure time：Exp)で調整します．この際のGainおよびExpのバランスはEBSDパターンの像質を左右する重要な調整です．Gainを増加すると像質は不鮮明(ノイジー)になり，Expを増加するとノイズが減少する傾向になります．Gainを0に設定し，Expを最大まで長くすると，EBSDパターンの像質は高くなりますが，測定時間は長くなります．

* 非営利・一般財団法人ファインセラミックスセンター(JFCC)ナノ構造研究所　電子顕微鏡基盤G；上級技師
兼)材料技術研究所　材料評価・試作G；1級技能技師(〒456-8587 名古屋市熱田区六野2-4-1)
Keywords: *scanning electron microscope, electron backscattered diffraction, Euler angles, orientation imaging microscopy*
(走査型電子顕微鏡，後方散乱電子回折法，オイラー角，OIM)

† TEM観察時に，比較的試料が厚い結晶試料の電子回折図形を観察すると，回折斑点の他に白黒の線が観察されます．これを菊池線や菊池パターンと呼びます．発生メカニズムおよびパターンが持つ情報はEBSDパターンと基本的に同様です．違いとしては，菊池パターンはTEMを用いて逆格子空間に基づいた回折パターンであり，EBSDパターンはSEMを用いた実格子空間で発生しているパターンとなります．また，EBSDパターンは菊池パターンと同様の情報の他にチャネリング信号も含まれています．SEMを用いた実格子で発生するパターンを用いた分析手法としてはEBSD法の他に電子チャネリングパターン法(Electron Channeling Pattern：ECP)があります．ECP法はパターン取得時に電子線を1点に照射したまま照射角度走査が可能な特殊な電子光学系が必要となります．また，ECP法の空間分解能は数μmであり，EBSD法に比べて二桁程度悪いです．

2021年7月16日受理[doi:10.2320/materia.60.645]

測定時間を短くするため，Exp を短くして，Gain を増加させて調整します．Gain 調整の検討を行った結果を**図 2** に示します．Gain : 0（図 2（a））に比べ，図 2（b），（c）のように Gain の割合を大きくすると EBSD パターンがノイジーになっていく様子が分かります．目安としては，EBSD パターンの IQ 値（後述）を確認しながら Gain の割合を 2/3 程度までとして，Exp の値を増加させながら，パターンの輝度を調整します．このときに得られる EBSD パターンの IQ 値は 40000 程度以上が目安となります．像質を適切に調整できない場合には，Gain と Exp を再調整します．また，必要に応じて電子線の加速電圧やプローブ電流を調整して，試料から発生する信号量を増やすことも検討しながら条件を決定していきます．IQ 値が低い場合には，まずプローブ電流を増加させます．それでも改善されない場合は測定に影響を及ぼさない範囲で加速電圧を増加させます（プローブ電流や加速電圧の影響については後述を参照下さい）．それでも改善できない場合には，試料調製もしくは試料に問題がある可能性が高いと考えられます．

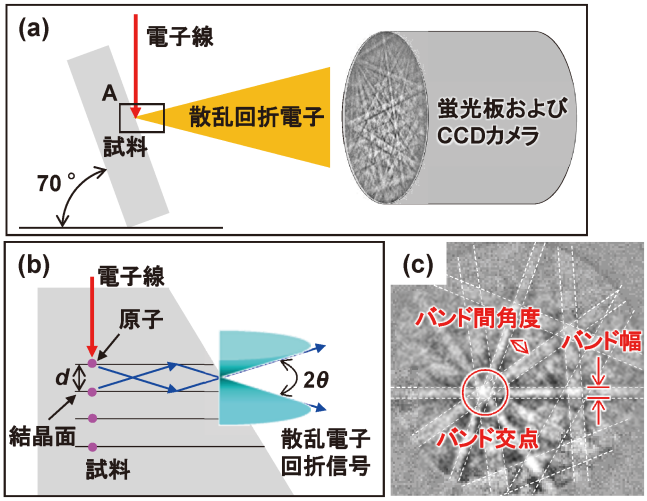

図 1　EBSD 測定時の入射電子線，試料，散乱電子回折信号の模式図および EBSD パターン．（a）全体模式図，（b）A 領域の拡大模式図，（c）EBSD パターンの例（Ni 試料）．

（b）より，電子線（図中赤色矢印）が試料内に侵入し，原子（図中色丸）との相互作用により非弾性散乱します．原子から全方向に非弾性散乱した電子のうち，試料表面方向に向かった電子が試料表面に存在する粒子の結晶面にて Bragg の回折条件を満たしたとき，回折した散乱電子（図中青色矢印）は最終的に試料表面から上下 1 対の円錐状に広がって飛び出してきます[(6)]．飛び出してきた散乱回折電子を，入射電子線に対して約 90°の位置に配置した蛍光板に投影させ，CCD カメラで取り込みます．

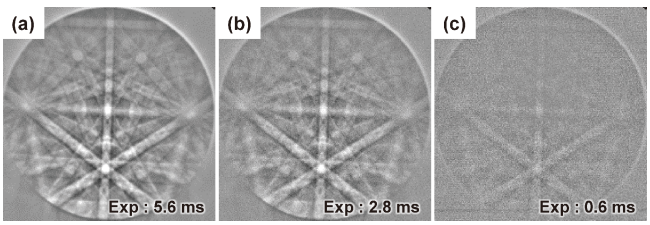

図 2　EBSD パターン取得時の Gain 値の違いによるパターン鮮明度の比較．
（a）Gain : 0，（b）Gain : 50%，（c）Gain : 100%．

Gain の割合が増加するに従い，Exposure time（Exp）は短くなりますが EBSD パターンは不鮮明になっていることがわかります．実際には Gain を 2/3 程度までで抑えて，Exposure time で EBSD パターンの輝度を調整します．その際，EBSD パターンの像質が不鮮明になるようでしたら Gain の割合を下げて Exposure time を再度調整します．

IQ 値は，EBSD パターンの像質を表すパラメータであり，EBSD パターンを Hough 変換（後述）した際に Hough 空間上でのバンドを示すピーク強度を数値で表しています．この値が大きいほど像質が高い（適切）EBSD パターンが取得できていることを意味しています．なお，後述する EBSD パターンの指数付けの信頼度は，この IQ 値とともに，信頼性指数（CI）値，フィット（Fit）値が参照値となります．

④　EBSD パターンの解析と Hough 変換[(6)(8)]

得られた EBSD パターンから直接結晶学的な情報を求めることも可能ではありますが，一般的には，予め試料を構成する結晶の情報を XRD 測定等で確認を行い，得られた結晶情報を参照データとして，取得した EBSD パターンとその参照データとの比較から結晶方位などを解析します．簡潔に述べると，EBSD パターンと整合する参照結晶の方位を探索することとなります．そのためには，まず EBSD パターンに現れているバンドを抽出しなくてはなりません．実験的に得られる EBSD パターンの像質は必ずしも良質であるとは限りませんので，その画像の特徴量を数値化して，参照データと比較する方法が用いられています．この比較には，高い精度だけではなく高速性も求められるため，現在では画像処理で用いられる直線（ここでは EBSD パターン中のバンド）を抽出するための特徴抽出法の一つである Hough 変換† が用いられています（**図 3**）．EBSD パターンのピクセル座標を (x, y) として，そのピクセルの強度を，以下の式を用いて θ–ρ 平面へ投影していきます．

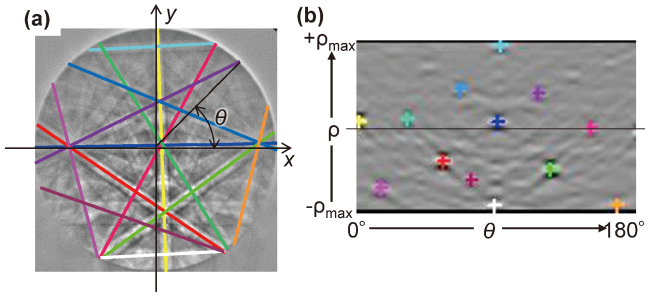

図 3　EBSD パターンと Hough 変換を行った例．
得られた EBSD パターンの各ピクセル座標値 (x, y) および θ から ρ を算出して（Hough 変換），そのピクセルの強度を，（b）のように θ–ρ 上へ画像として投影します．θ–ρ 画像上での明るい点がバンドの位置に対応します．（a）と（b）の同じ色がそれぞれ対応しています．

† デジタル画像処理で用いられる特徴抽出法の一つです．古典的には直線の検出を行うものでしたが，更に一般化されて様々な形態に対して用いられています．

$$\rho = x \cdot \cos\theta + y \sin\theta$$

x, y：EBSD パターンのピクセル座標値

ρ：EBSD パターン中心とピクセル座標点の距離

θ：EBSD パターン中心から座標点を結んだ直線の角度

ここで，θ–ρ 平面上で θ を 0°～180°まで変化させて ρ を描いていくと，正弦曲線が得られます．この正弦曲線は，EBSD パターンの(x, y)で表されるピクセルを含む全ての直線に対応しています．このようにして EBSD パターンの全てのピクセルについて変換していきます．すると，EBSD パターンに現れている直線（バンド）に対応する(θ, ρ)ではコントラストが重なってきます（上述した正弦曲線が重なってくる）ので，より明るい点としてバンドの位置が，θ–ρ 平面上へ投影されることになります．前述したように EBSD パターンの像質は必ずしも極めて高いコントラストで得られているわけではありませんから，想定されるバンドの位置の確かさは，変換後の θ–ρ 画像におけるコントラスト分布で判断されることとなります．このコントラスト分布の質を表す指標の一つが IQ 値です．IQ 値が高いほど，θ–ρ 画像でのコントラスト強度比が高いことを意味しています．つまり，バンドに対応する θ–ρ 画像での点のコントラスト強度が高いこととなります．このようにして，EBSD パターンのバンド位置を抽出していきます．上述したように IQ 値は 40000 程度以上が目安となります．結晶の方位には，全てのバンドを必ずしも用いる必要はありません．三角測量ではありませんが，3 つのバンドを使用すれば求めることができます．EBSD パターンに現れるバンドの中から最低限必要な 3 種類のバンドを複数組み合わせて各バンド間角度を測定し，それぞれの組み合わせごとに結晶方位を算出し，その値を比較することで，指数付けの正確さを見積もることができます．この指標を主に反映しているのが CI 値です．CI 値は0.1程度以上あれば，指数付けは成功していると判断されます．その他にも，EBSD パターンから指数付けを行った結果から算出したパターンと生データの EBSD パターンとのズレ角を算出したものを反映する Fit 値という指標もあります．ただし，Fit 値は，IQ 値や CI 値が悪い場合や，Hough 変換のパラメータが適切でない場合にも変化しますので，この値だけでの判断は適していません．いずれにしても，IQ 値，CI 値，Fit 値を参照し，適切な条件設定を行っていくことが必要です．

⑤　オイラー角[6]

EBSD パターンから求められる結晶方位は，あくまでも EBSD 検出器方向を基準としたときの結晶方位になります．試料に対する方位や結晶間での方位関係などの情報を知るためには，固定座標系を基準とした個々の結晶の方位関係に関する情報が必要となります．オイラー角は，この関係を与える角度です．オイラー角の算出には，Passive 法[6]が用いられます（一般的に用いられている OIM Analysis ソフトで採用されています）．オイラー角は，固定座標軸 XYZ と結晶座標軸 abc のうち 3 つの回転角で表現します（**図 4**）．例として立方晶を想定します．固定座標軸 XYZ の[001]方向に立方晶の(111)面，同様に[010]方向に(110)面が向いているときのオイラー角(30.0°，55.0°，45.0°)の説明を**図 5** に記します．まず，初期位置の XYZ 軸，abc 軸は図 5(a)，(e)の状態です．そこから $\phi1$（回転中心：Z）の回転を30°与えます．その結果，図 5(b)，(f)となります．この際，Z の回転を与えたことにより，他の軸の方向もそれぞれ変化します．次に Φ（回転中心：X）の回転を55°与えます．その結果，図 5(c)，(g)となります．Z の際と同様に X の回転を与えたことにより，他の軸の方向もそれぞれ変化します．最後に $\phi2$（回転中心：c）の回転を45°与えます．その結果，図 5(d)，(h)となります．$\phi2$ の回転の時には固定座標軸 XYZ は動きません．このように EBSD パターンで求めた方位をオイラー角に変換して記録していくことで，試料内での方位分布や結晶粒ごとの方位関係などを求めていくことが可能となります．

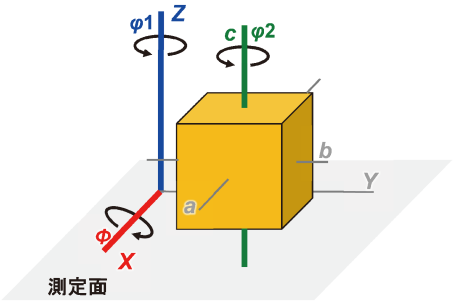

図 4　Passive 法によるオイラー角($\phi1$, Φ, $\phi2$)回転軸の模式図．Passive 法によるオイラー角($\phi1$, Φ, $\phi2$)は，固定座標軸 XYZ と結晶座標軸 abc のうち 3 つの回転角で表現されたものです．実際には固定座標軸 Z を回転中心とする $\phi1$（青色），固定座標軸 X を回転中心とする Φ（緑色），結晶座標軸 c を回転中心とする $\phi2$（緑色）にて表記されます．（オイラー角に使用しない軸は灰色で表示しています．）

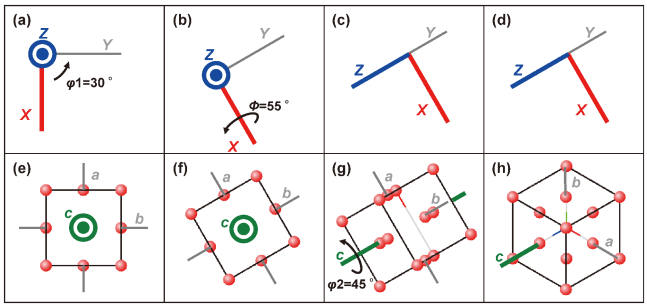

図 5　Passive 法によるオイラー角($\phi1$, Φ, $\phi2$)回転軸の模式図．初期位置の XYZ 軸，abc 軸はそれぞれ(a)，(e) の状態です．そこから $\phi1$（回転中心：Z（青色））の回転を30°与えます．その結果，(a)，(e) から(b)，(f) となります．この際，Z の回転を与えたことにより，他の軸の方向もそれぞれ変化します．次に Φ（回転中心：X（赤色））の回転を55°与えます．その結果，(c)，(g) となります．Z の時と同様に X の回転を与えたことにより，他の軸の方向もそれぞれ変化します．最後に $\phi2$（回転中心：c（緑色））の回転を45°与えます．その結果，(d)，(h) となります．$\phi2$ の回転の時には固定座標軸 XYZ は動きません．（オイラー角に使用しない軸は灰色で表示しています．）

1-3-2-3　EBSD 測定時に配慮すべきこと

①　試料表面の形状について

図 6(a)のように試料表面に凹凸がある場合，試料表面から発生した散乱回折電子の一部が凸部に遮られると，図 6(b)のように EBSD パターンの一部が欠落してしまいます．この場合，欠落を含んだパターンでの指数付けとなるので，解析結果に大きな誤差が生じます．そのため，試料表面形状を十分把握したうえで(可能であれば平坦な面で)測定を行う必要があります．

②　測定表面の調製法について[6]

EBSD 測定には，試料表面から 30～50 nm 程度の深さまでの情報が影響するため，試料表面の状態は測定結果を大きく左右します．そのため，切断や不十分な研磨による加工歪み層，異物等の付着，表面の汚染(コンタミネーション，コンタミ)，酸化被膜等の除去が必要です．例えば，材料にも依存しますが，機械研磨では研磨粒子直径の 1/3 程度の深さまで加工歪み層が形成されます．この加工歪み層がある状態だと良質な EBSD パターンの取得が困難となります(**図 7**)．経験的ではありますが，このような変質層は 10 nm 以下にすることで改善できます．以下に変質層の除去方法について述べます．

電解研磨法：試料材質に適した電解液中に陰極と共に試料を浸し，通電することで陽極である試料表面の原子をイオン化し，試料表面層を除去する手法です．電界条件(電解液の選択，印加電圧，制御電流など)が適切である場合には優れた処理方法となりますが，不適切な条件では，試料表面への酸化被膜の形成や優先エッチングによるピット形成などが生じるため，EBSD パターンを劣化させてしまう原因ともなりますので，注意が必要です．

イオンエッチング法：Ar イオンや Ga イオン等を用いたスパッタによって表面原子を剥離していく研磨手法です．表面変質層を大きく低減できるのが特徴です．また，機械研磨の代わりとしても用いることもできます．表面状態はイオンビームの加速電圧や照射角度で変化します．加速電圧が高いほど研磨速度(エッチングレート)が増加しますので，研磨工程は短時間化できます．しかしながらこの時には，イオン打ち込みによるダメージ層が数十 nm 程度形成されることもありますので，加速電圧を～3 kV 程度まで下げた仕上げ研磨を行う方がいいでしょう．また，高加速電圧のイオンビームでは発熱が生じます．目安となりますが，おおよそ 200℃以下で組織変化が起こる材料の場合には，冷却機構を有する装置で実施する等の検討が必要です．エッチングレートの差に起因した表面形状の凸凹化にも配慮する必要もあります．試料面に対して高角度でイオンビームを入射すると，エッチングレートの差が顕在化してきます．例えば，結晶粒界がより深く研磨されたり，試料を構成している相ごとに凸凹が顕著となったりすることがあります．このような表面の凸凹は，図 6 示した EBSD パターンの部分的な欠損の原因となることもあります．

コロイダルシリカを用いた振動研磨法：コロイダルシリカを用いた機械研磨法の一つです．**図 8** に示すように，研磨盤

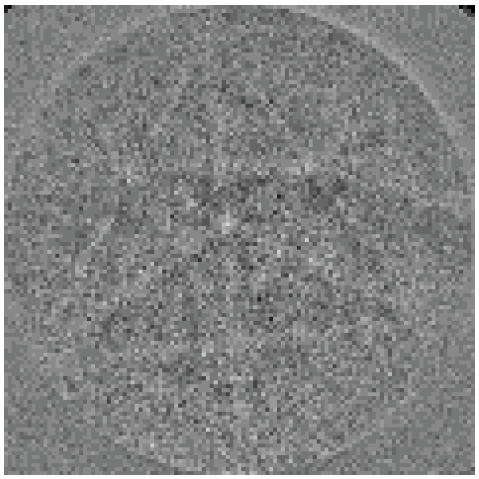

図 7　機械研磨時の歪み層の影響で不鮮明となった EBSD パターンの例．
試料表面に機械研磨時の歪み層があり，取得した EBSD パターンが不鮮明になっています．

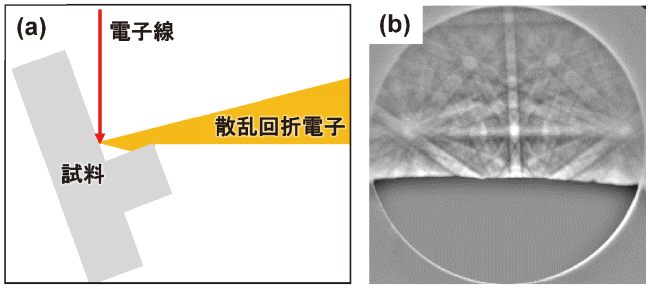

図 6　EBSD パターン検出に及ぼす試料表面の凹凸形状と EBSD 検出器位置の関係．
(a) 試料模式図，(b) 影響を受けた EBSD パターン．
(a)のように試料表面に凹凸がある場合，試料表面より発生した散乱回折電子の一部が凸部に遮られ，(b)ように蛍光板に投影された EBSD パターンの一部が影になり，信号が欠落してしまいます．

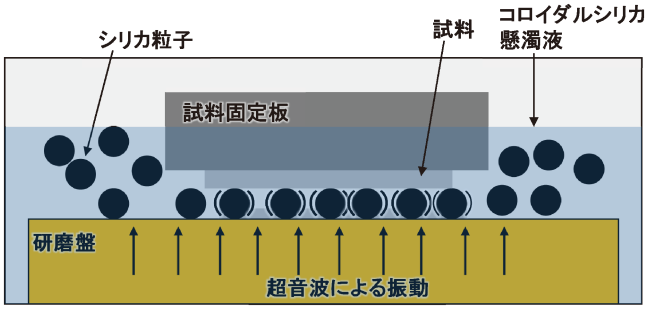

図 8　振動研磨による表面変質層の除去方法．
槽にコロイダルシリカの懸濁液を入れ，試料表面を下向きにして配置します．試料表面と研磨盤との間にシリカの粒子が存在する状態となり，超音波等による振動を与えることで研磨盤上のシリカ粒子が微動し試料表面が研磨されます．研磨盤にはバフ研磨盤が用いられます．

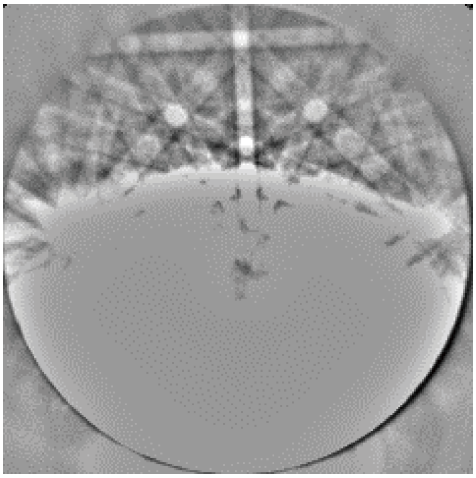

図9　帯電の影響を受けたEBSDパターンの例.
帯電の影響で試料表面より発生した散乱電子回折信号の量が局所的に多くなり，信号が飽和してしまって良好なEBSDパターンの取得が困難となっています.

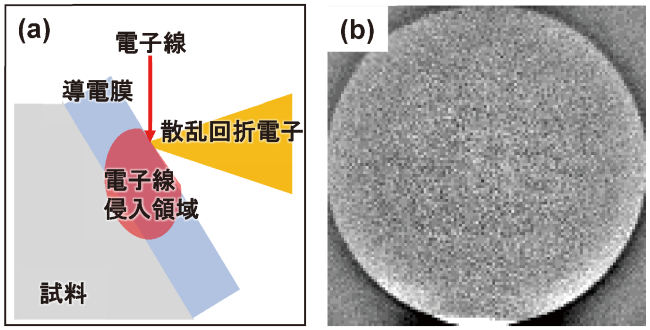

図10　試料表面に導電膜を形成した際のEBSDパターン例.
(a) 導電膜蒸着試料の散乱電子回折信号発生時における模式図，(b) 導電膜の影響を受けたEBSDパターンの例.
EBSD測定時の散乱電子回折信号は試料表面より～50 nm程度の深さまでの情報で形成されるため，導電膜が厚い場合には，試料からの情報よりも蒸着膜からの情報が支配的となり，(b)のように試料からのEBSDパターンが検出できなくなります.

を槽中に設置し，コロイダルシリカの懸濁液を入れ，試料表面を下向きにして配置します．試料表面と研磨盤との間にシリカ粒子が存在する状態で超音波等による振動を与えると，シリカ粒子が微動して試料表面を研磨します．非常にマイルドな研磨方法です．機械的な研磨効果以外にも，コロイダルシリカ懸濁液の弱アルカリ性による僅かなケミカルエッチングの効果も期待できます.

③　帯電(チャージアップ)の影響とその対策

試料が非導電性材料の場合や樹脂包埋を行った試料の場合には，1-3-1-3-⑦で説明した帯電現象が試料表面に発生することがあります[4]．帯電すると，電子線走査方向にスキャンノイズのようなスジ状のコントラストが現れたり，実際の測定個所と対応しないマッピング像になったり，一部が欠落したEBSDパターンとなる場合もあります(図9)．EBSD測定時には，EDSマッピング測定時に利用できるドリフト補正機能が使用できないので，帯電対策には特に注意しなくてはなりません．帯電防止策として一般的な導電膜を形成する場合には，その厚さに注意しなければなりません．前述したように，EBSDパターンは表面から50 nm程度の深さまでの情報で形成されますので，導電膜が厚い場合には，導電膜の情報が支配的となってしまいます(図10)．導電膜を形成するときは，数nm程度以内にする必要があります．導電膜を使用しない方法として，SEM試料室を～100 Pa程度の低真空状態にすることも有効です．低真空状態にすると，残留ガス分子が電子と衝突する確率が増加して，試料室内の陽イオン濃度が増加します．この陽イオンが，試料表面の帯電を中和することで帯電の影響が軽減します[14]．ただし，低真空状態ではガス分子による電子の散乱も発生するため，高真空状態と比べると得られるEBSDパターンのS/N比は低下します．良好なEBSDパターンが得られるよう電子線の加速電圧やプローブ電流等で調整を行う必要があります．ただし，加速電圧は最低でも5 kV以上でないとEBSDパターンのS/N比は劣化します．また，電流量を下げると，S/N比を確保して良好なEBSDパターンを取得するためにGainを下げてExpを長くしなくてはなりません.

④　試料汚染の影響

コンタミは1-3-1-3-⑧で説明した電子線照射で生じるカーボンを主成分とする汚染膜が試料表面に固着する現象です[4]．コンタミが表面に堆積すると，図10で説明した導電膜の影響と同様にEBSDパターンのS/N比が低下します．そのため，試料表面を清浄な状態に調整しておくことが必要です(1-1-2を参照[5])．

⑤　作動距離(Working distance, WD)と試料傾斜角度の影響

前述したようにEBSDパターンは電子線の照射位置から円錐状に発生した散乱回折電子を取得します(図1)．EBSD検出器の幾何学的な位置は決まっていますので，取得されるEBSDパターン形状は，試料表面での電子線の照射位置とその位置からEBSD検出器を見込む角度や距離で変化します．作動距離(Working distance, WD)[5]と試料傾斜角度は，この幾何学的な位置関係に影響します．機種にも依存しますが，WD : 15 mm，試料傾斜角度70°が推奨値として指定されています．解析ソフトは，この位置関係でEBSDパターンを解析できるように設定されています．図11は，WDの違いとその時に得られるEBSDパターンとの関係を示しています．WD : 15 mm(図11(b))とWD : 20 mm(図11(d))を比較すると，WD : 20 mmではEBSDパターン全体が下方へズレていることが分かります．このWD : 20 mmでのEBSDパターンを，WD : 15 mmとして解析してしまうと，このズレに相当する距離の分だけあたかも結晶方位が下方へ傾いているかのように解析されてしまうこととなります．図12は，試料傾斜角度の影響につて示しています．70°(図12(b))と60°(図12(d))を比較すると，WDのときと同様に，EBSDパターン位置にズレが生じていることが分かります．試料形状やその他の制限のために，上述した指定値での計測ができない場合には，計測時のWDと試料傾斜角度を

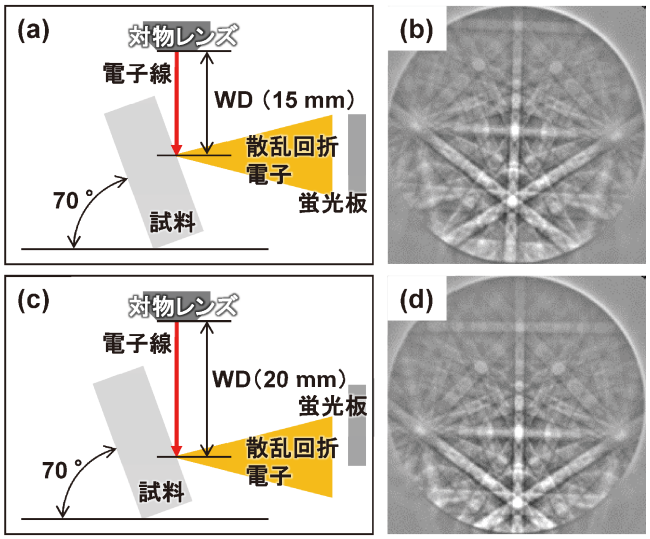

図11　WD の違いと得られる EBSD パターンの例．
(a) WD : 15 mm の際の模式図，(b) (a)の位置関係のときに取得される EBSD パターン，(c) WD : 20 mm の際の模式図，(d) (c)の位置関係のときに取得される EBSD パターン．
(b)と(d)とを比較すると，WD : 20 mm では，EBSD パターン位置が下方にズレていることが分かります．

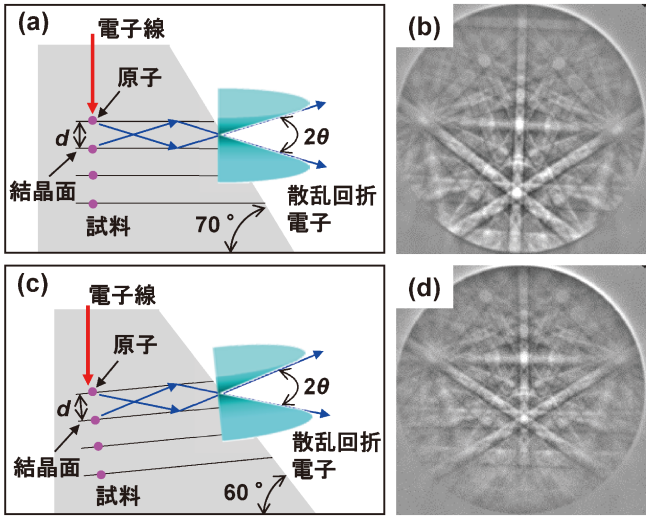

図12　試料の傾斜角度が変化した時の EBSD パターンの比較．
(a) 傾斜角度＝70°の際の模式図，(b) (a)の位置関係での EBSD パターン，(c) 傾斜角度＝60°の際の模式図，(d) (c)の位置関係での EBSD パターン．
(b)と(d)とを比較すると，EBSD パターン位置が変化していることが分かります．

必ず解析ソフトで修正しておかなければなりません．WD については操作ソフト上で入力できる場合が多いのですが，傾斜角度の設定変更は，パスワード等で管理されています．

⑥　加速電圧の選択とその影響[6][7][11]

EBSD パターンのバンド幅は次式の関係から求められる θ の値で決まります(図 1)．

$$\lambda = 2d \cdot \sin\theta$$

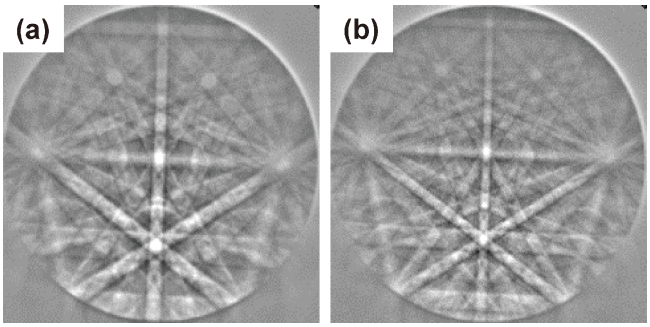

図13　電子線の加速電圧の違いによる EBSD パターン比較．
(a) 加速電圧 15 kV，(b) 加速電圧 30 kV にて取得した EBSD パターン．
電子線の加速電圧が異なると EBSD パターン中のバンドの幅が変化します．加速電圧が高くなると波長が短くなり，回折角が小さくなるためバンド幅は狭くなります．逆に加速電圧が低くなると波長は長くなり，回折角が大きくなるためバンド幅は広がります．バンドの交点位置や，バンド間の角度は変化しません．

λ：電子線波長　d：結晶格子面間隔
θ：電子線回折角度

加速電圧が高くなると波長が短くなるため，回折角が小さくなりバンド幅は狭くなります．逆に加速電圧が低くなると波長は長くなり，回折角が大きくなるためバンド幅は広がります(**図13**)．ただし，加速電が変化しても，バンドの交点位置やバンド間の角度に違いは生じません．

1-3-2-4　空間分解能について

EBSD 測定時の空間分解能は，加速電圧，試料を構成する元素の平均原子番号，電子線プローブ径，測定点の間隔，測定時の観察倍率等の影響を受けます．

①　加速電圧の影響

前述した通り，EBSD パターンは 50 nm 程度の浅い表面領域を反映しますので，加速電圧が変化しても深さ方向の空間分解能は大きくは変化しません．しかしながら平面(縦横)方向の空間分解能は加速電圧の影響を受けます．**図14**に加速電圧 15 kV と 30 kV で EBSD 測定を行った時の結晶方位マップを示します．結晶方位マップは，測定点ごとの結晶方位の違いを色で表しています．方位が変化しない結晶粒内では同じ色で表示されます．加速電圧の高い図14(b)では，結晶粒界近傍において左右どちらの表示色にも対応しない測定点が数多く確認されているのが分かります．これらの測定点は，誤った指数付けが行われたためにこのように表示されています．これは，試料内での散乱回折電子の発生領域が加速電圧の違いによって変化していることが関係しています．Ni を例にとって加速電圧の違いによる電子線侵入領域のモンテカルロ法によるシミュレーション結果を**図15**(a)，(c)に示します(フリーソフト等で可能[15])．加速電圧 30 kV(図15(c))では，3 倍程度広い領域に広がっているのが分かります．図15(b)，(d)は，この広がりが結晶粒界近傍での測定結果に及ぼす影響について示しています．30 kV では，結晶粒

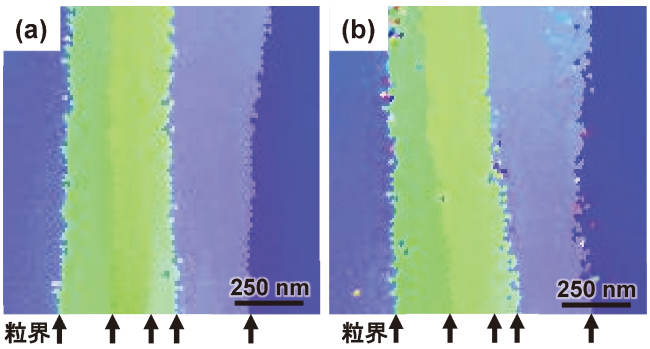

図14　電子線の加速電圧の違いによる結晶方位マップの比較．(a) 加速電圧 15 kV，(b) 加速電圧 30 kV．
二つのデータを比較すると，(b)は図(a)に比べて表示色が変化する粒界(黒色矢印)近傍にて左右どちらの結晶粒にも対応しない色で表示されている測定点が，数多く確認されています．

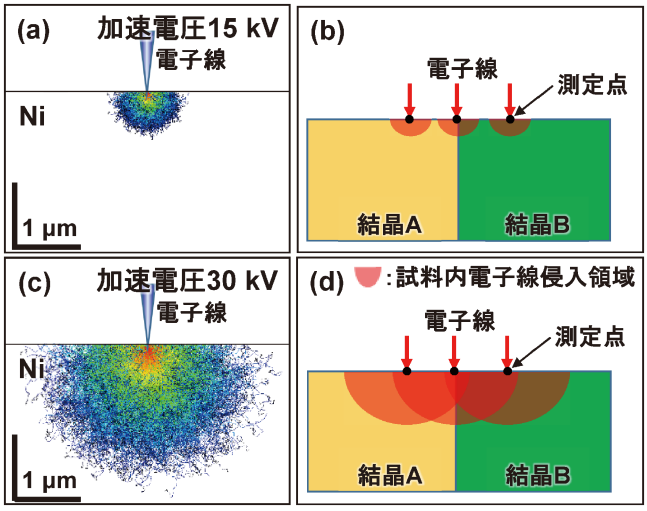

図15　Ni に対する電子線侵入散乱領域のモンテカルロシミュレーションおよび結晶粒界近傍での加速電圧の違いによる各測定点での電子線侵入領域の模式図．(a)，(b) 加速電圧 15 kV，(c)，(d) 加速電圧 30 kV．
(a)，(c)より，加速電圧が高いほど，より広く侵入散乱することが分かります．このようなシミュレーションは，フリーソフト[15]等で実施可能です．その結果，(b)に比べて(d)の方が，結晶粒界近傍の測定点では，粒界を跨ぐように電子線が侵入してしまう測定点が多くなります．

界近傍において粒界を跨ぐように電子線が侵入していることが確認できます．粒界を跨ぐ領域から発生した EBSD パターンは，図16に示すように，それぞれの結晶粒からパターンが重畳したパターン(図16(c))となるため，指数付け精度が大きく劣化してしまいます．また，EBSD パターンが重畳している場合には，相対的に発生領域が広く強度の高い結晶が優先的に検出されることにもつながります．そのため，微小粒子がある場合には，その検出確率が大きく劣化してしまいます(後述の試料の向きの影響も参照)．

② 電子線プローブ径の影響

使用する SEM に搭載された電子銃の種類および設定するスポットサイズなどにも依存します．電子銃としては電界放

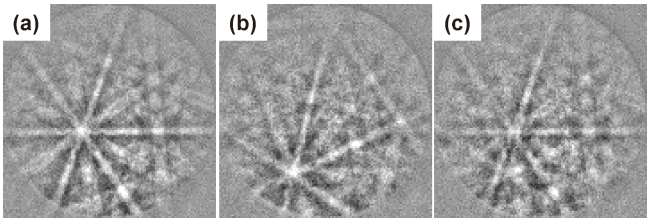

図16　結晶粒界近傍で取得した EBSD パターン．(a) 結晶粒 A の EBSD パターン，(b) 結晶粒 B の EBSD パターン，(c) 結晶粒 A と B の粒界から得られた EBSD パターン．
結晶粒界から取得した EBSD パターンは，結晶粒 A と結晶粒 B の EBSD パターンが重なったパターンとして発生します．

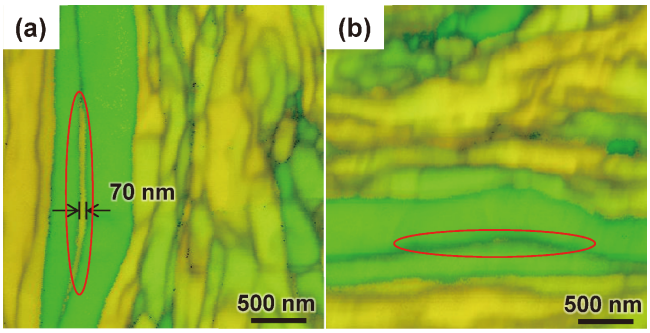

図17　電子線の走査方向に対して結晶粒界の方向が，(a) 垂直，(b) 平行，の時に得られる結晶方位マップの比較．電子線の走査方向はいずれも図面左右方向．
赤線で示すように，垂直方向(a)に試料を設置した時には結晶粒界に存在する微細な結晶粒が確認されているが，平行方向(b)では確認できていない．

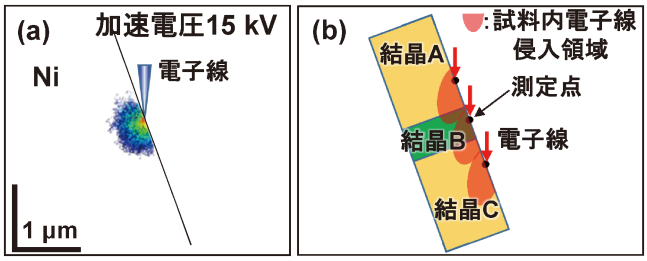

図18　70°に傾斜した Ni に対する(a) 電子線侵入散乱領域のモンテカルロシミュレーション，(b) 結晶粒界近傍の各測定点での電子線侵入領域の模式図．
70°に傾斜した試料表面に対して電子線が侵入散乱すると，非弾性散乱の発生領域が入射方向へ広がるため，試料の傾斜方向(縦方向)からの EBSD 発生領域が広くなります．

射型の方が優れており，スポットサイズについては EBSD パターンの S/N 比を考慮したうえで，小さいほど効果的です．

③ 試料の向きによる EBSD パターン発生領域と空間分解能の関係[6]

EBSD 測定時の空間分解能は試料の傾斜角度の影響も受けます．試料が70°傾斜した状態で測定するため，傾斜方向とその直角方向では空間分解能が異なってきます．その例として図17に同じ領域を90°回転させて測定を実施し，比較し

た結果を示します．電子線の走査方向はいずれも図の横方向です．図17中に示した赤線領域に注目してください．図17(a)では，幅70 nm 程度の異なる方位を有した結晶粒が確認できていますが，図17(b)では確認できていません．この結果から，傾斜方向には空間分解能が劣化していることが理解できます．**図18**は，70°傾斜した Ni を対象にして，電子線侵入領域のモンテカルロ法シミュレーション結果と結晶粒界近傍の模式図を示しています．入射電子線に対して試料が傾斜している場合には，非弾性散乱の発生領域がその傾斜方向へ広がります．そのため，前述したように，粒界を跨いで測定してしまう確率が増加してしまいます(図14も参照)．

アスペクト比の大きな組織を有する試料や積層構造体などを測定する場合には，目的としている組織の界面が，電子線の走査方向に対して垂直方向(傾斜方向)に位置するようにして試料を設置することで，界面近傍の空間分解能を向上できます．

④　測定領域および測定点間隔[6]

EBSD マッピングでの空間分解能は最小で数十 nm が可能です．この空間分解能は，前述したような要因にも関係しますが，ここで説明する電子線プローブの位置精度にも大きく影響されます．マッピング時は，電子線プローブを試料上で短い時間固定させてパターンの取り込みを行っていきますので，この位置精度以下となる測定間隔での測定は意味がありません．測定間隔は，SEM の観察倍率とは関係なく設定することができるため，例えば，広い領域で高い分解能(短い測定間隔)のもとマッピングを行いたい時には，特に注意が必要となります．電子線プローブの位置精度のズレは，観察倍率が低くなると相対的に増加する傾向になります．これは，制御系の安定性が一定あったとしても，低倍率であるほど試料に対する相対的なズレの大きさが大きくなることに起因しています．例えば，FE–SEM を例にすると，あくまでも経験的な値ではありますが，倍率が100倍程度ですと，電子線プローブは横方向に 0.13 μm，縦方向に 0.38 μm 程度のブレが発生しています．5000倍では，それぞれ 2.6 nm，7.6 nm 程度となります．測定間隔はこのブレの値よりも十分に大きな値として設定しなくてはなりません．目安としては，100倍のときには，200 nm 程度以上，5000倍では 10 nm 程度以上が有効な設定値となります．広い領域を高い分解能でマッピングするときには，この関係に留意しましょう．

文　　献

① 初めて SEM の操作や SEM を用いた分析を行う際の簡単な入門書は

（1）SEM と友達になろう，日立ハイテクノロジーズ編集 SEM 解説集，(2008)．

（2）初めて使う人のために　SEM の世界への招待，日本電子編集 SEM 解説集．

（3）SEM Q&A　SEM“ここが知りたい”，日本電子編集 SEM 解説集．

((1)–(3)の取得方法は各メーカーに問い合わせて下さい)

（4）横江大作，まてりあ，**60**(2021), 498–506.

（5）徳永智春，まてりあ，**60**(2021), 225–233.

② EBSD 測定についての教科書は

（6）鈴木清一編：EBSD 読本　OIM を使用するにあたって，TSL ソリューションズ(2009)．

（7）L. Reimer : Scanning Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis, 2nd Edition, Springer–Verlag, (1998)．

③ Hough 変換については

（8）N. C. Krieger Lassen, K. Conradsen and D. J. Jensen, Scanning Microscopy, **6**(1992), 115–121.

④ 電子顕微鏡分析についての教科書は

（9）日本電子顕微鏡学会関東支部編：先端材料評価のための電子顕微鏡技法，朝倉書店(1991)．

（10）進藤大輔，及川哲夫著：材料評価のための分析電子顕微鏡法，共立出版(1999)．

（11）堀内繁雄，弘津禎彦，朝倉健太郎編：電子顕微鏡 Q&A　先端材料解析のための手引き，アグネ承風社(1996)．

（12）坂公恭編：結晶電子顕微鏡学―材料研究者のための―，内田老鶴圃(1997)．

⑤ SEM 関連書籍を紹介している Web page は

（13）http://scantech.jp/books/index.html，日本顕微鏡学会走査電子顕微鏡分科会 HP_SEM 関連書籍．

⑥ 電子顕微鏡に関する用語の検索をしたい場合は

（14）https://www.jeol.co.jp/words/，日本電子 HP_用語集．

⑦ モンテカルロ・シミュレーションを行いたい場合は

（15）http://www.vector.co.jp/soft/win95/edu/se059369.html，走査電顕モンテ・カルロ．

横江大作

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

2000年 3 月　愛知県立名南工業高校　機械科　卒業

2000年 4 月　財団法人ファインセラミックスセンター試験研究所

2011年 2 月より現職

専門分野：イオンビームを用いた表面処理法，電子顕微鏡

◎セラミックスを中心とした材料開発と構造評価に従事．イオンビーム試料調製法や電子顕微鏡による構造解析技術や分析技術を中心に活動．

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★