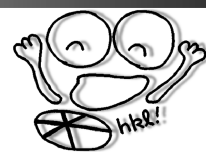


実学講座

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 (続き)

横江大作*



1-3-2-5 測定および解析手順

それでは、実際の EBSD 測定の測定手順および解析にて得られる代表的な情報について Cu 試料を例として説明します。以下、マッピング測定を前提とします。なお、今回、EBSD 測定ソフトとして「OIM データ収集 (OIM Data Collection ver7.3 : TSL ソリューションズ)」、EBSD 解析ソフトは「OIM 解析 (OIM Analysis ver7.3 : TSL ソリューションズ)」を使用しました。測定および解析ソフトによっては、調整項目や測定領域の XYZ 方向の表記が異なる場合がありますので注意してください。

① 試料調製

まずは測定を行うための試料調製を行います。1-3-2-3 に記述したように、試料表面は可能な限り平坦であることが望ましく、試料最表面は加工歪み層や酸化層等が形成されていない正常な面で行う必要があります。また、測定中のドリフトを抑えるため、帯電対策を行った上で試料を導電テープや固定治具等にて試料台にしっかり固定します。

② 測定最適位置への試料移動

試料を測定に適した位置に移動させます。通常、最適位置は WD : 15 mm, 試料傾斜角度 70° になります。この位置に移動可能であれば問題はないのですが、試料形状の関係で最適位置での測定が困難な場合には、可能な範囲で最適位置に近づけ、その位置を測定ソフトへ登録します。試料を測定位置へ移動させたら、EBSD 検出器を挿入します。

③ EBSD パターン取込条件設定⁽⁶⁾

試料の測定位置調整が完了した後、EBSD パターン取込条件の設定を行います。まず、信号が飽和しない適切な輝度のパターンになるようおおよその Gain, Exp の調整を行います。次に、EBSD パターンのバックグラウンドを除去します。EBSD パターンは電子線照射点から発生する散乱回折電子の他に、回折信号を持たない反射電子信号も重畳されて

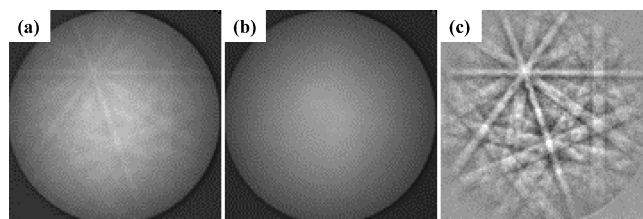


図19 バックグラウンド処理前後の EBSD パターン比較。
(a) 取得したままの EBSD パターン, (b) バックグラウンド, (c) バックグラウンド除去後の EBSD パターン。

EBSD パターン(a)は、電子線照射点から発生する回折信号の他に、回折信号を持たない反射電子信号も重畳された状態で蛍光板に投影されます。そこで、回折信号を持たない反射電子信号をバックグラウンドとして除去し、EBSD パターンの画像改質を行います。多数の結晶粒が含まれるような低倍にして、EBSD パターンの重なりによるパターン輝度の平均化されたものを(b)バックグラウンドとして用います。画像処理にてこのバックグラウンドを除去して鮮明な(c)EBSD パターンとします。

います(図19(a))。そこで、反射電子の強度をバックグラウンドとして除去して、EBSD パターンの画像改質を行います。実際の手順としては、多数の結晶粒子が画面上に表示されるように低倍率に設定して、電子線を走査する (SEM 観察時の高速スキャンモード (視野探しの時に用いるモード)) ことで、画面上に存在する結晶粒子から発生した多数の EBSD パターンが重なることにより輝度が平均化されたパターンをバックグラウンド (図19(b)) として登録します。これ以降は、各測定点より取得した EBSD パターンから、この登録されたバックグラウンドが自動的に除去された鮮明なパターンでの測定が可能となります (図19(c))。次に再度 Gain と Exp を調整します。1-3-2-2③で説明したように、EBSD パターンの IQ 値を確認しながら、Gain および Exp を調整します。この際、CCD カメラによるパターン取得および処理時間は測定時間に影響しますので、Exp を不必要に小さ

* 非営利・一般財団法人フラ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)

2021年9月30日受理 [doi:10.2320/materia.60.793]

く設定する必要はありません。Expの有効最低値は検出器によって異なりますので、確認してください。今回はGain: 0, Exp: 4.5 msの時にIQ: 117989であったEBSDパターンに対してGain: 30%, Exp: 1.35 ms条件でIQ: 104700の高いIQ値が維持できていたので、これ以降は、この条件でEBSDパターン取得を行っています。次に、取得したEBSDパターンが正しく指数付けできているかを確認します。1-3-2-2④で説明したHough変換後の θ - ρ 画像において、パターン中の主要なバンドが検出されているか否かを確認します。正しくバンドが認識されていない場合はHough変換のパラメータ[†]を調整します。

④ 測定条件設定

EBSD測定時の測定面は70°傾斜した状態のため、その高低差に起因して部分的にしかピントが合わない状態となります。現在はこのようなピントのズレを補正する機能が多くのSEMに搭載されています。しかし、この補正を使用した場合、SEM像の外周近くが僅かに歪む場合があります。その影響を除外できるようにSEM観察領域の1/3~1/2程度となるようにEBSDマッピング領域を設定することが適しています。次に、SEM画像の信号を測定ソフトへ転送し、ソフト上でマッピング領域の指定、測定点間隔の設定、参照データとして使用する結晶情報の選択を行い、測定を開始します。測定が終了した後、測定データは自動的に保存されます。

[†] Hough変換にて正しくバンドが認識されていない場合は主に以下のパラメータを調整する必要があります。

- Hough Resolution: 通常は“Low”に設定されています。バンド幅が広く、バンドとして認識されない場合は“High”に変更します。
- Min Peak Magnitude: 検出すべきピーク強度の閾値を設定します。通常は“5~10”程度で設定しています。
- Min Peak Distance: Hough空間上で検出されるピーク間の最小距離を設定します。結晶系によって検討する必要があります。立方晶の場合は“20~25”程度に設定します。対称性の低い結晶系の場合、この値を小さくする必要があります。
- Peak Symmetry: Hough空間上での上下方向のピークの対称性を示します。通常は“0.7~0.8”程度に設定します。数値を大きくするとピークの対称性が悪いピークも検出します。
- Binned Pattern Size: 取り込んだEBSDパターン画像を圧縮する設定値です。通常は“96×96”もしくは“120×120”程度に設定します。パターンがあまり鮮明でない場合は140×140程度まで増やしてみましょう。この値を大きくすると計算量が非常に大きくなってしまい、全体の処理速度が遅くなりますので注意しましょう。
- Theta Step Size: 何度毎に三角関数 θ の計算をするかを指定します。通常は“1°”に設定します。
- Rho Fraction: EBSDパターンを取り込んだ際に、周辺部は投影されたバンドが短く、Hough変換によるピーク形成が困難です。そのため、周辺部のどの程度の領域までをピークの検出対象から外すかを設定する必要があります。通常は“90%”程度に設定します。ピークの検出状況により調整してみると良くなる場合があります。
- Max Peak Count: 検出するピークの最大数の設定値です。対称性の高い結晶系では“7~8本”程度で十分ですが、対称性の低い結晶系の場合は設定値を大きくする必要があります。
- Min Peak Count: 検出するピークの最小数の設定値です。この設定値の数だけのピークを検出できない場合、指数付け不能と判断されます。通常は“3本”に設定されています。この値は変更する必要はありません。

⑤ 測定結果の確からしき評価⁽⁶⁾

測定が終了した後、測定結果の確からしきを評価します。1-3-2-2④で説明したIQ, CI, Fitの値をマッピング表示させた画像を表示して、その確認を行います。試料表面に故意に傷を残したCu試料を例にして各値を表示させた結果を図20に示します。図20(a)のSEM像中には研磨傷が確認できます。この場所ではEBSDパターンの画質が劣化しているはずですから、IQ値, CI値, Fit値は大きく低下します。それぞれのマッピング画像では、IQ値, CI値, Fit値の値がコントラストの強度として表示されます。図20(b)-(d)を確認すると、傷に相当する箇所において、暗い領域が確認されているのが確認され、IQ値, CI値, Fit値ともに低いことが分かります。これは試料凹凸の影響で信号が遮断されEBSDパターンの一部が欠落したこと(1-3-2-3および図6を参照)や、加工歪みにより結晶性が低下していることに起因しています。また、傷の他にも、結晶粒界と思われる箇所も暗く確認されています。これは、隣り合う結晶粒の情報が重畳したために、パターンの画質が不鮮明(ノイジー)と認識されたことに相当します(1-3-2-4①および図16を参照)。その他、図20(c)に示すCI画像において、結晶粒ごとに明暗が認められます。これは、結晶の方位によってはEBSDパターンに多数のバンドが現れて複雑になるため、バンド数の少ない単純なEBSDパターンとなる結晶粒方位に比べてCI

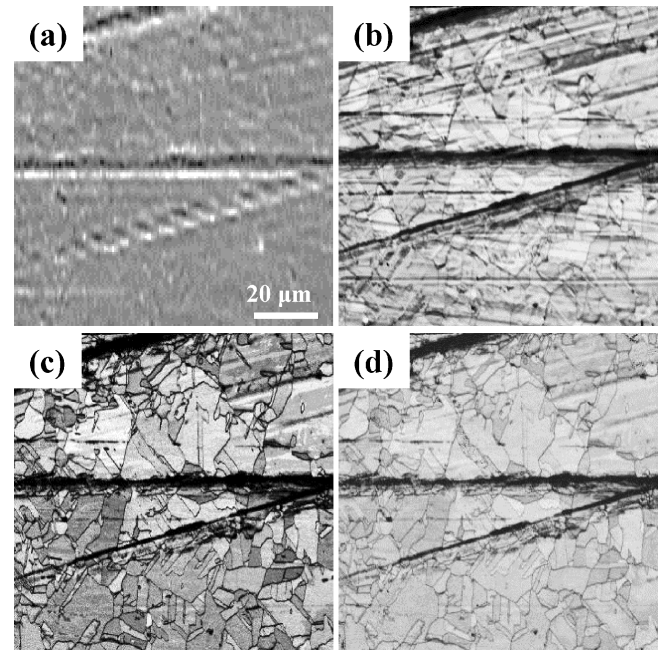


図20 Cu試料のEBSD解析結果。(a) SEM像, (b) IQマップ, (c) CIマップ, (d) Fitマップ。

(a)にて確認された傷に対応する領域が、(b)-(d)においてコントラストの低下(IQ値, CI値, Fit値の低下)が確認されます。また、傷の他にも結晶粒界と思われる部分も暗く確認されています。これは、隣り合う結晶情報が重畳して不鮮明と認識された領域です。その他、(c)では結晶粒ごとに明暗が認められます。これは、方位によってはEBSDパターンが複雑になり、単純なEBSDパターンの結晶粒と比べてCI値が低下したためと思われます。

値が低下することに起因しています。IQ, CI, Fit 画像の検討は、得られたデータの確からしさを知る上で重要な画像ですが、その解釈には様々な要因が関係しますので、経験が必要です。

⑥ 結晶方位解析⁽⁶⁾

IQ 画像などによる確からしさの評価、確認が完了した後、いよいよ結晶方位の解析を行います。EBSD マッピングで得られた方位情報は、オイラー角によって固定座標系と関係付けされています。そのため、解析ソフト上で結晶粒の方位関係が、測定領域の XYZ 方向とどのように対応しているかなどを知ることができます。この表示方法や意味を理解しておくことが必要です。「OIM Analysis ver7.3」を用いて解析を行ったときの表示内容を図21に示します。マッピングで得られた各測定点における結晶粒の方位は、試料に固定された座標系である X, Y, Z に対応する RD, TD, ND[†]や A1 (Axis 1), A2 (Axis 2), A3 (Axis 3) に対して示されます。

⑥-1 マッピング形式(測定領域の各測定点に対応)で表示される画像

逆極点図方位 (Inverse Pole Figure : IPF) マップ : IPF マップは、後述する逆極点図を基にした方位マップに相当します。ある試料方位 [XYZ]^{††} から試料を眺めた時に、結晶粒のどの面がその方向に向いているかを、結晶方位に依存した色で表した画像となります。図22にて、試料を眺める方向を図22(a)では [100], (b)では [010], (c)では [001] としたときに、それぞれの方向に向いている結晶面がどのように分布しているかを (d) で定義した色を用いてカラー表示しています。機種にもよりますが、測定面法線方向が Z 軸、傾斜方向下向きが X 軸、その直角方向が Y 軸です。そのため、試料の [100] とは、傾斜方向下向きの方向ということとなります。図22(a)において矢印で示した結晶粒の色は赤色です。つまり、試料の [100] 方向 (傾斜した向きの方向) に対して、この結晶粒は (001) (に近い方位) が向いていることを意味し

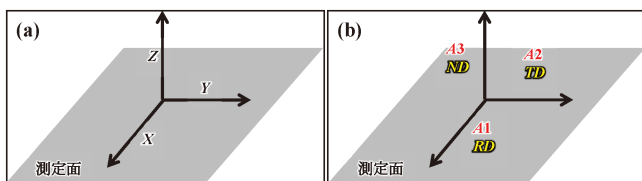


図21 「OIM 解析」にて表示される XYZ 軸の表記内容。それぞれ試料座標系 X, Y, Z 方向は、A1, A2, A3 や RD, TD, ND といった表記で示されます。

[†] EBSD 法が主に金属材料を対象としてきた際に、金属圧延材料の圧延方向を EBSD 測定の縦方向とすることから設定された表記であり、下記の略称です。

- RD : Rolling Direction または Reference Direction
- TD : Transverse Direction
- ND : Normal Direction

最近では簡単に A1 (Axis 1), A2 (Axis 2), A3 (Axis 3) と表記されるものもあります。

^{††} 試料方位 [XYZ] の記述ですが、結晶の方位に用いられる [uvw] と同じ括弧 “[]” が使われていますので、混合されないよう注意してください。

ています。一方、この同じ結晶粒は、試料の [010] (傾斜方向に対して垂直方向) に対してオレンジ色に相当する結晶面が向いていることがわかります。この IPF マップを用いると、例えば、試料内である方向に結晶粒が配向しているとか、その配向方向に対して結晶粒が回転分布しているなどの情報を知ることができます。もし、試料の [100] 方向に対して結晶粒が配向している場合には、その IPF マップでは同じ色もしくは近い色で表されます。この時の色が単色であるときには配向度が完璧であり、ある色を中心色として色が少し変化している場合には、配向性が少し低下していることとなります。

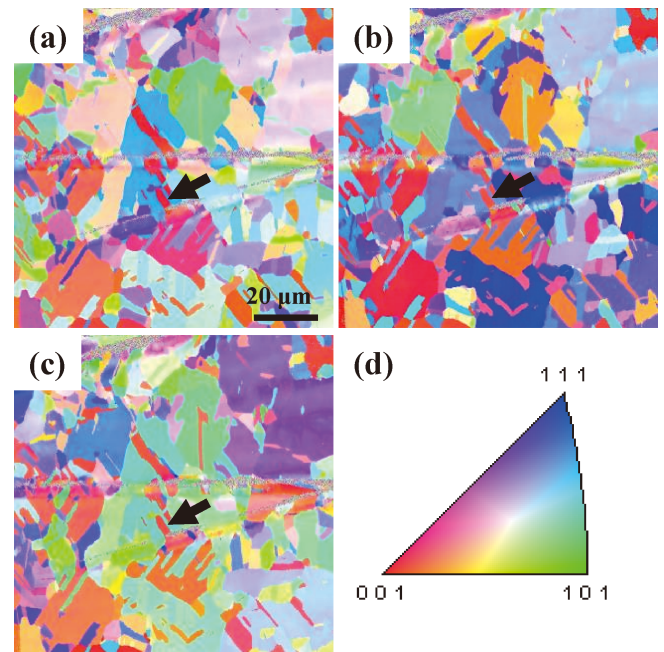


図22 Cu 試料の逆極点図方位 (IPF) マップ。(a) 試料方位 [100] 方向、(b) 試料方位 [010] 方向、(c) 試料方位 [001] 方向、(d) カラースケール。(a)-(c) はそれぞれ [100] (試料面縦) 方向、[010] (試料面横) 方向、[001] (試料面法線) 方向にどのような結晶面が向いているかを示しています。

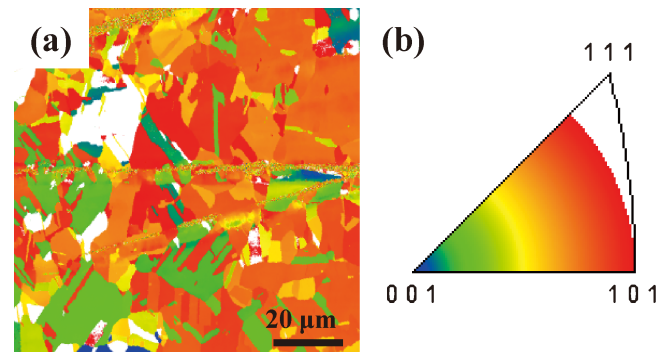


図23 Cu 試料の結晶方位 (CD) マップ。(a) 試料方位 [100]- (001) 結晶面 CD マップ、(b) カラースケール。(a) は [100] (縦) 方向に対して (001) 面が 45° の角度範囲でどの程度傾斜しているかを (b) カラースケールで示しています。白領域は (001) 面が 45° 以上傾斜した方位を有していることを示しています。

結晶方位(Crystal Direction: CD)マップ: CDマップは、指定した結晶面が、試料方位[XYZ]に対してどの程度傾いているかを表します。図23は、結晶粒の(001)を指定して、試料方位は[100]を指定した時のCDマップの例です。結晶粒の(001)が試料方位の[100]から傾いている角度を(b)のようにカラーで定義します。001を中心として円状に色が変化して表されています。白の部分は、45°以上の角度に相当しています。色が赤色に近づくにつれて、結晶粒の(001)が、試料方位[100]方向から傾いている角度が増加するということとなります。(b)の画像にて、001を基準とした際に表示されている111, 101の指数には意味はありません。

⑥-2 各測定点からのデータを解析した画像

極点図(Pole Figure: PF): 極点図は、指定した特定の結晶面(等価なすべての面を含む)が、試料面のどの方向(XY)に対して、どの角度で分布しているかを表しています。画像の中心は試料面法線(Z)方向に対する傾斜角度0°とし、最外周を傾斜角度90°と定義しています。解析結果を図24に示します。まず、この画像ではXYZ方向はA1, A2, A3と表記されます。図24(a)は結晶粒の(001)を指定し、(d)で示すカラーで強度を表示しています。極点図は、特定方向に配向していた場合、規則的に強度の大きな領域が確認されます。例えば、試料面法線方向に対して(001)結晶面、縦方向に対して(100)面が配向した立方晶(Cu試料)の場合、001では、測定面法線方向に対して傾斜角度0°の(001)面、縦(A1)および横(A2)方向に測定面法線方向に対して90°の傾斜を持った(001)面と等価な面である(100), (1̄00), (010), (01̄0)が向いているため、(e)のように規則的な強度の分布が現れます。111ではA1方向より45°回転した方向に測定面法線方向に対して58°の傾斜を持った(111)面および等価な(1̄11), (1̄1̄1)が向いているため、(f)のような強度の分布になります。110では、A1方向より45°回転した方向に測定面法線方向に

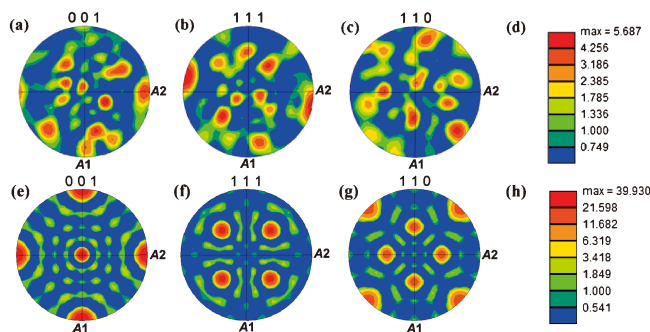


図24 今回測定を行ったCu試料および配向した立方晶(Cu試料)の極点図強度分布。(a), (e) (001)結晶面, (b), (f) (111)結晶面, (c), (g) (110)結晶面, (d), (h) カラースケール。

極点図は、特定の結晶面(等価なすべての面を含む)が試料面方向に対してどの角度に多く分布しているかを示しています。(a)-(c)より、今回測定を行ったCu試料はどの結晶面もランダムに分布していることがわかります。仮に立方晶であるCu試料がA3(試料面法線)方向に対して(001)面、A1(縦)方向に対して(100)面が配向していた場合、(e)-(g)のように規則的な強度分布が確認されます。

対して90°の傾斜を持った(110)面および等価な(1̄10), (1̄1̄0)が向いており、さらに、A1およびA2方向に測定面法線方向に対して45°の傾斜を持った(101), (011), (1̄01), (01̄1)が向いているため、(g)のような強度の分布になります。それを踏まえて、今回測定を行ったCu試料の極点図である図24(a)-(c)を確認しますと、不規則な強度分布になっており、Cu試料の結晶方位はランダムであることがわかります。

逆極点図(Inverse Pole Figure: IPF): 前述した逆極点図方位マップと同様な内容を、試料方位を基準とした基本方位三角形を用いて表した画像です。ある試料方位[XYZ]に対して、どのような結晶面の情報を持った測定点が多く分布しているかを示しています。例えば、立方晶(Cu試料)で[001]方向に対して(001)面、[100]方向に対して(100)面が配向していた場合、図25(e)-(g)のように、(001)のみに高い強度分布が確認されます。逆極点図では、画像中の一点に強度分布が集中していると、その試料方位[XYZ]に対して特定の結晶方位が向いていることを意味します。それを踏まえて、図25(a)-(c)に示すように今回測定したCu試料の逆極点図を確認すると、どの試料方向に対しても強度分布の集中は確認できません。この結果より、Cu試料は配向していないことがわかります。

結晶方位分布関数(Orientation Distribution Function: ODF)マップ: ODFは1-3-2-2⑤で説明したオイラー角(ϕ_1 , Φ , ϕ_2)で表現された結晶方位を、 ϕ_1 , Φ , ϕ_2 を座標軸とする三次元空間にプロットしたものです。ただ、一般には三次元では表示しにくいので ϕ_2 を一定間隔とした断面として表します。今回測定を行ったCu試料のODFマップを図26に示します。今回は ϕ_2 を10°刻みとしています。各測定点のオイラー角をODFマップ上でX軸は ϕ_1 , Y軸は Φ としてそれぞれプロットしています。今回測定したCu試料は局所的

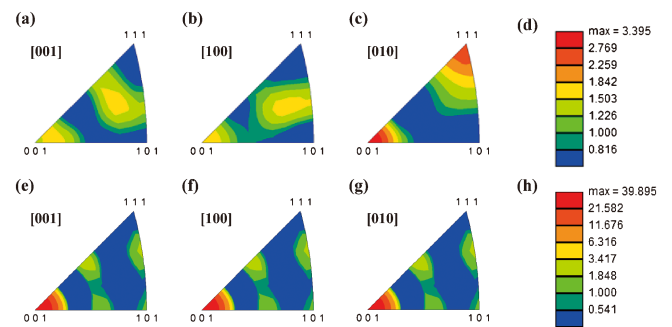


図25 今回測定を行ったCu試料および配向した立方晶(Cu試料)の逆極点図強度分布。(a), (e) 試料方位[001]方向, (b), (f) 試料方位[100]方向, (c), (g) 試料方位[010]方向, (d), (h) カラースケール。

逆極点図は、試料面の特定方向に対して、その方向にどのような結晶面を持った粒子が多く分布しているかを示しています。(a)-(c)より、今回測定を行ったCu試料はどの方向に対しても結晶面はランダムに分布していることがわかります。仮に立方晶であるCu試料が[001](試料面法線)方向に対して(001)面、[100](縦)方向に対して(100)面が配向していた場合、(e)-(g)のように強度分布の集中が確認されます。

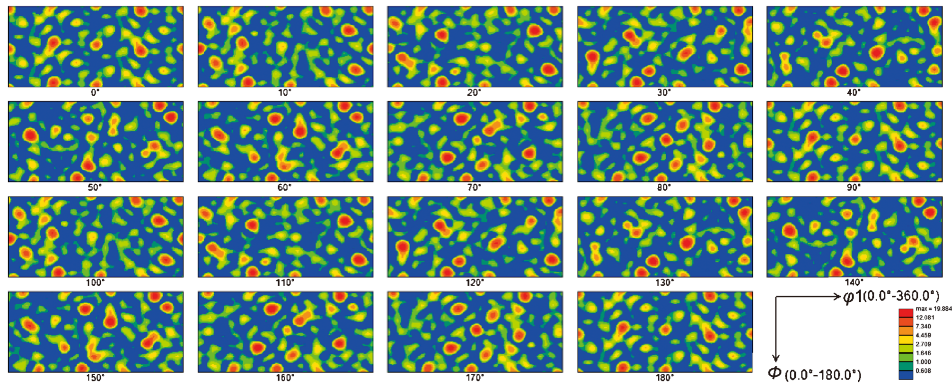


図26 今回測定を行ったCu試料のODFマップ。

オイラー角(ϕ_1, Φ, ϕ_2)で表現された結晶方位を、 ϕ_1, Φ, ϕ_2 を座標軸とする三次元空間にプロットしたものです。一般には三次元で表しにくいので ϕ_2 を一定間隔で断面にして表します。今回は ϕ_2 を 10° 刻みで切ったマップを示します。各測定点のオイラー角(1-3-2-2⑤記述)をマップ上にX軸は ϕ_1 , Y軸は Φ にそれぞれプロットします。今回測定したCuはランダムのため、局所的に強度の高い領域は存在していません。

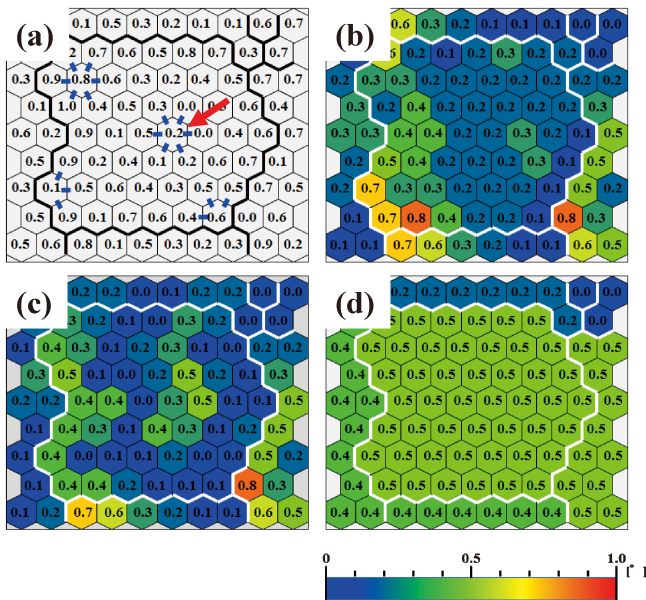


図27 EBSD-歪み解析例。(a)各測定点の方位値、(b)KAM解析結果、(c)GROD解析結果、(d)GOS解析結果。

KAM解析は、(a)の青色線で示すように、隣り合う測定点との平均方位差を中心のKAM値として解析を行います。GROD解析は、粒子内の平均方位を算出して、それぞれの測定点での方位差をGROD値として解析を行います。GOS解析は、粒子内のある測定点の方位と他の測定点との方位差の平均値を算出し、その値をその粒子のGOS値として解析を行います。

に強度の高い領域は存在していないため、結晶方位はランダムであると言えます。

⑦ 結晶歪み解析⁽⁶⁾

EBSD測定では、前述した結晶方位解析以外にも、結晶粒内の歪み解析を行うことが可能です。以下に、EBSD解析で行われる代表的な歪み解析法を説明します。

KAM(Kernel Average Misorientation)マップ：結晶粒内の各測定点において、互いに隣接する測定点間の方位差の平均値を算出し、その分布をKAMマップとして表示します。例えば、図27(a)矢印で示した測定点では、その周囲に

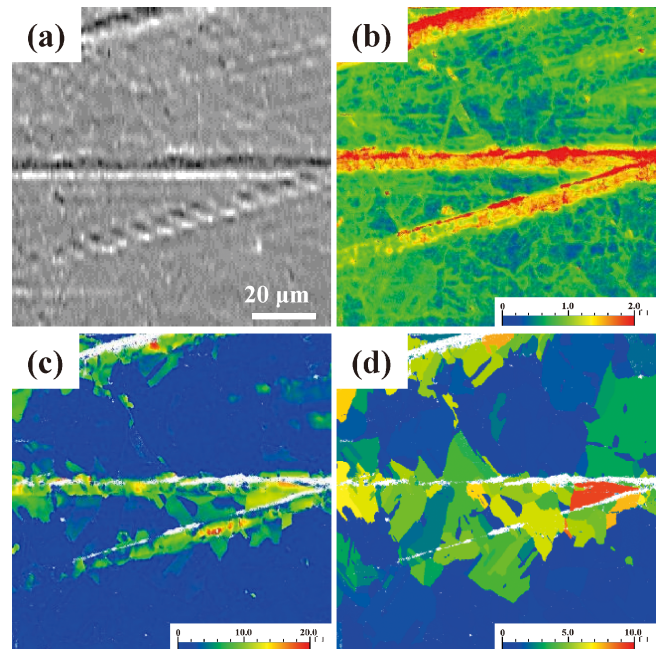


図28 Cu試料のEBSD-歪み解析結果。(a)SEM像、(b)KAMマップ、(c)GRODマップ、(d)GOSマップ。

(a)SEM像にて確認された傷に対応する領域にて(b)KAMマップで大きな歪みが検出されています。また、(c)GRODマップおよび(d)GOSマップにて傷を有する領域周辺の結晶粒内で歪みによる方位のばらつきが生じていることがわかります。

隣接する測定点との方位差の平均値は、 $(0.1+0.2+0.2+0.0+0.1+0.3)/6 \cong 0.2^\circ$ と算出されます。この値をこの測定点でのKAM値と呼称します。このように各測定点のKAM値を算出し、カラー表示したものが図27(b)で示すKAMマップとなります。今回測定を行ったCu試料のKAMマップを図28(b)に示します。図28(a)SEM像で確認された研磨傷に対応する領域が赤色で表示されており、KAM値が大きくなっていることがわかります。これは研磨傷が存在する領域では大きな歪みが存在することを意味しています。なお、結晶粒内を対象とした解析なので、粒界を超えて解析を行わ

いように予め方位差に閾値を設定し、この値を超えた方位差はカウントされないようにしています。

GROD (Grain Reference Orientation Deviation) マップ：結晶粒内における各測定点の平均方位もしくは KAM 値が最小値となる測定点の方位を基準として、その基準方位に対する粒内の他の測定点における方位差を表示したものが図 27(c) で示す GROD マップになります。今回測定を行った Cu 試料の GROD マップを図 28(c) に示します。図 28(a) SEM 像の研磨傷に対応する領域にて黄色～赤色での表示がされ、GROD 値が大きくなっていることがわかります。これも KAM マップで得られた結果と同様に研磨傷が存在する領域では大きな歪みが存在することを意味しています。

GOS (Grain Orientation Spread) マップ：結晶粒内のある測定点の方位と、その他全ての粒内の測定点間における方位差の平均値を算出し、その値をその結晶粒の代表値として表示します(図 27(d))。そのため、GOS マップでは、どれくらい結晶粒内で方位差が生じているかを知ることができます。今回測定を行った Cu 試料の GOS マップを図 28(d) に示します。図 28(a) SEM 像の研磨傷近傍の結晶粒において比較的大きな GOS 値を有する結晶粒が確認できます。

以上の歪みマップである図 28(b)–(d) から、測定面の傷およびその周辺の結晶粒がどのように歪んでいるかを知ることができます。EBSD 歪み解析は EBSD パターンを Hough 変換し、指数付けを行った後、測定点間の方位差を歪みとして解析しています。KAM, GROD, GOS 解析の測定精度は測定で得られた EBSD パターンの像質にもよりますが、方位

差が 0.1～0.5° 程度以上の違いと認識された歪みであれば信頼できるとされています。

近年、より小さな歪みを検出する手法として、wilkinson 歪み解析法⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾が利用されています。この手法は、各測定点の EBSD パターンを直接比較して歪を算出します。基準として設定した EBSD パターンにおける注目する領域を指定し、各測定点におけるその領域の画像とを比較して、バンド交点等の位置ズレ量を結晶歪みとして解析します。この手法は通常の EBSD 歪み解析である KAM や GROD, GOS 解析では困難であった歪みの方向(縦方向, 横方向, 試料面深さ方向)や種類(引張り, 圧縮)の分離が可能です。また、検出精度も理論上±0.01%の結晶格子の変化まで捉えることが可能⁽⁹⁾とされており、半導体分野等で用いられています。詳細は、参考文献を参照してください。

1-3-2-6 EDS-EBSD 複合解析

1-3-2-6-1 EDS-EBSD 複合解析の有効性

EBSD 法は異なる結晶構造を有する場合であれば、その分布状態の把握が可能ですが、異なる構成元素で同一の結晶構造を有する箇所が混在している場合、その分布を把握することはできません。そこで、EDS 分析による元素情報を反映させて EBSD 解析を行う試みがなされています。例として、Cu と Ni および Cu-Ni 合金シートを樹脂で張り合わせた試料の EDS-EBSD 総合解析を示します。まず、Cu と Ni および Cu-Ni 合金はどれも格子定数は異なるものの結晶構造は同一(fcc 構造：立方晶, 空間群 $Fm\bar{3}m$)であり、通常の

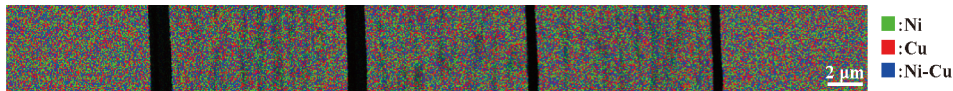


図29 Cu と Ni および Cu-Ni 合金シートを樹脂で張り合わせた試料の EBSD-相分離解析結果。Cu と Ni および Cu-Ni 合金はどれも格子定数は異なるものの結晶構造は同一(fcc 構造：立方晶, 空間群 $Fm\bar{3}m$)です。通常の EBSD 解析では、結晶の格子定数に対応するバンド幅の解析は行わないものが多いです。そのため、それぞれの相を分離することができず、「どの領域」に「どの化合物(結晶相)」が「どの結晶方位」で存在しているかを判断するのは困難です。

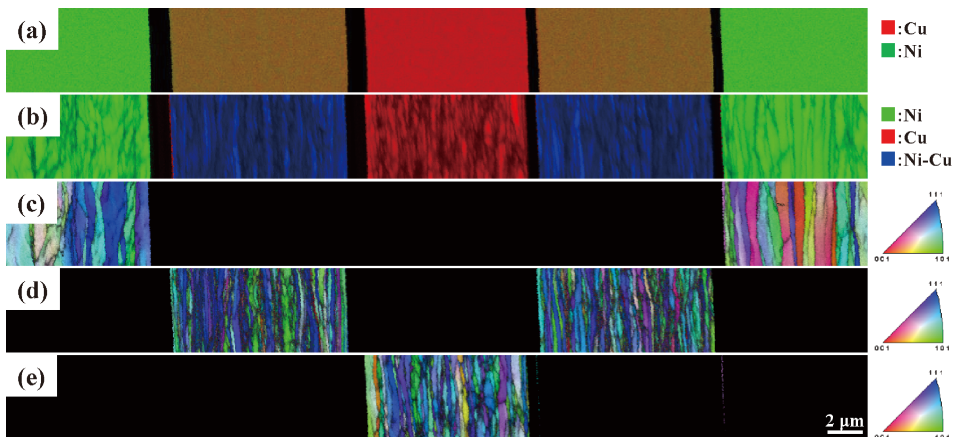


図30 Cu と Ni および Cu-Ni 合金シートを樹脂で張り合わせた試料の EDS-EBSD 総合解析結果。(a) EDS 元素マッピング結果, (b) 相分離マップ, (c) Ni IPF マップ, (d) Ni-Cu IPF マップ, (e) Cu IPF マップ。(a) の EDS 分析で得られた情報を用い、Cu の特性 X 線が検出された領域では Cu の結晶情報を、Ni の特性 X 線が検出された領域では Ni の結晶情報を、Cu と Ni 両方の特性 X 線が検出された領域では Cu-Ni 合金の結晶情報をそれぞれ与えて再解析を行うことで、(b) 各相の分布状態および(c)–(e)結晶方位解析を行うことが可能となります。

EBSD解析では「どの領域」に「どの化合物(結晶相)」が「どの結晶方位」で存在しているかを判断するのは困難でした(図29)。そこで、EBSD測定時に各測定点のEDS測定(特性X線情報)も同時に実施して、CuとNiの元素が存在する領域を特定します。図30(a)で示しますEDS分析で得られた情報を用い、Cuの特性X線が検出された領域ではCuの結晶情報を、Niの特性X線が検出された領域ではNiの結晶情報を、CuとNi両方の特性X線が検出された領域ではCu-Ni合金の結晶情報をそれぞれ与えて再解析を行うことで、各相の分布状態および結晶方位解析を行うことが可能となります(図30(b)-(e))。

1-3-2-7 おわりに

本項では、EBSD法による測定および解析を行うために必要な試料調製法や測定時の注意点、解析データの種類の説明について説明しました。EBSD測定は試料調製や解析結果の解釈について難易度が高いため、EDS分析等に比べて利用されている方は決して多くはないでしょう。しかし、SEM観察や元素分析のみでは取得不可能な情報を、EBSD測定から多く取得することが可能です。本項の内容を踏まえた上で、適切にEBSD法を活用頂けると幸いです。

文 献

- 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 wilkinson歪み解析法については
 - (9) A. J. Wilkinson, G. Meaden, D. J. Dingley: Ultramicroscopy, **106**(2006), 307-313.
 - (10) 鈴木清一, D. J. Dingley: 顕微鏡, **42**(2007), 89-93.
- ⑤ 電子顕微鏡分析についての教科書は
 - (11) 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).
 - (12) 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).
 - (13) 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).
 - (14) 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).
- ⑥ SEM関連書籍を紹介しているWeb pageは
 - (15) <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.
- ⑦ 電子顕微鏡に関する用語の検索をしたい場合は
 - (16) <https://www.jeol.co.jp/words/>, 日本電子 HP_用語集.
- ⑧ モンテカルロ・シミュレーションを行いたい場合は
 - (17) <http://www.vector.co.jp/soft/win95/edu/se059369.html>, 走査電顕モンテ・カルロ.

- 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お問い合わせください)



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.
 ★★★