



ATM Qness GmbH
Emil-Reinert-Str. 2
57636 Mammelzen, Germany

Phone: +49 2681 9539-0
Fax: +49 2681 9539-27

E-Mail: info@qatm.com
Website: www.qatm.jp

Dr. S. Zaefferer,
Max-Planck-Institute for Iron
Research, Düsseldorf, Germany

P. Voos,
ATM Qness GmbH, Mammelzen,
Germany

Dr. G. Lackner,
ATM Qness GmbH, Mammelzen,
Germany

SEMを用いたEBSD微細構造検査

電子後方散乱回折(EBSD)技術-SEM(走査電子顕微鏡)による微細構造を研究するための強力なツール

走査型電子顕微鏡(SEM)の分野では、電子後方散乱回折(EBSD)技術が材料の結晶学的解析のための強力なツールとして開発されました。特に、回折パターンの完全自動解析のためのコンピュータアルゴリズムの出現は、「オリエンテーションイメージング顕微鏡、OIM*」[1]または「結晶方位顕微鏡/マッピング、COM」として知られる新しい種類の走査顕微鏡技術に発展する技術を押し進めてきた。これは、回折パターンの自動分析のためのコンピュータアルゴリズムを使用しています。COM技術は、SEMの急傾斜サンプルの平らな表面上のスキヤングリッドのあらゆる点から得られた電子回折パターンの連続的な取得に基づいています。これらのEBSDパターンの自動分析は、各スキヤングポイント、結晶学的向きおよび位相、および回折パターンの品質を示す値を得ます。これらのデータから、スキヤング領域の微細構造を再構築することができます。結果として得られる結晶方位マップは、異なる位相の種類と分布、粒の大きさ、形と欠陥の状態、粒界の種類と位置、局所的な結晶方位と誤った配向分布(テクスチャ)など、サンプルに関する膨大な量の情報を提供します。さらに、EBSDは結晶の構造、すなわち格子対称性および格子パラメータを調べるのに使用することができます。専用ソフトウェアを使用すると、原子格子[2]および残留応力[3]の詳細も決定できます。EBSD技術は、バルクサンプルの観察を可能にし、すなわちTEMの場合のように薄い箔は必要とされない、約50nmの許容可能な高い空間分解能を有します。サンプル作製は通常、TEMよりも複雑ではなく、平らで欠陥のない表面を作り出すことを目的とした正確な機械的、化学的、またはイオン補助的な研磨で構成されています。技術の最先端の概要は、シュワルツら[4]の本によって得られます。最近の概要は[5]でもなく公開される予定です。

バルクサンプルから得られる電子後方散乱回折パターンは、透過型電子顕微鏡(TEM)の薄箔から得られた菊池回折パターンと類似性が多くあります。 図1は典型的なパターンを示しています: それは比較的強い背景に明るいバンド(いわゆる菊池バンド)で構成されています。

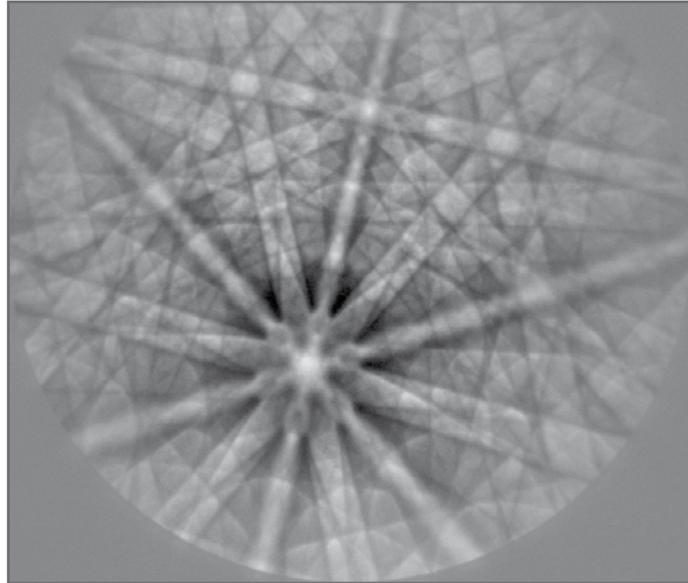


図1:キャストニオブサンプル (915 x 915ピクセル)からの高解像度EBSDパターン。露光時間 7 s、背景減算付き。

各バンドは、結晶中の格子平面のセットに対応し、バンド間の角度から、およびそれらのラティス平面のミラー指数を決定することができます。最後に、インデックスバンドから結晶方位と位相を計算することができます。パターンの取得は、図2に示すように、サンプルに近い距離(20~40mm)に位置する高感度カメラで観察された蛍光体スクリーンで構成される検出器を使用して行われます。

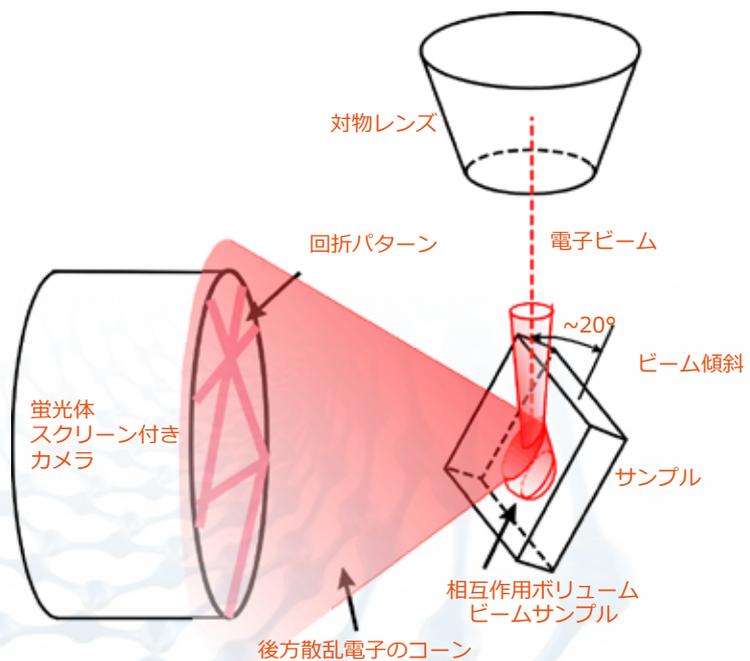
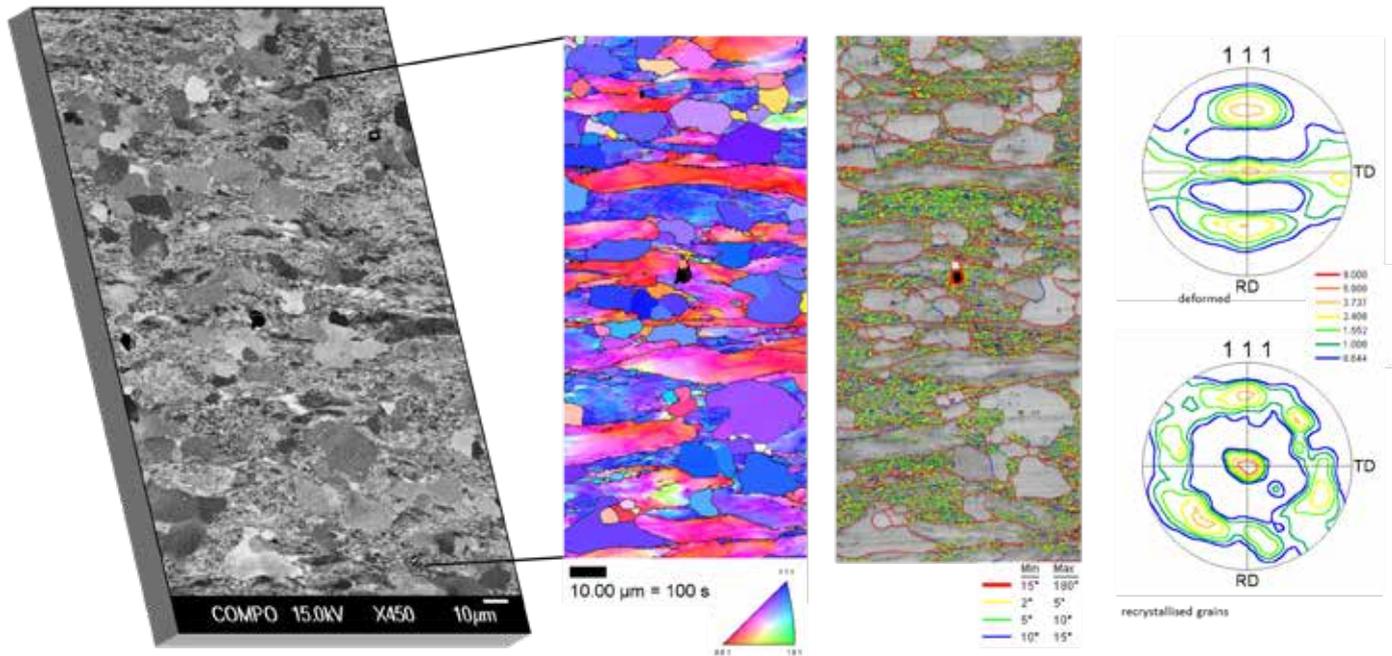


図2:走査型電子顕微鏡(SEM)内でのサンプルと検出器の設定

バンド位置の検出とその後の分析は、完全に自動化された市販のソフトウェアによって行われます。

COMの場合、電子ビームはサンプルの上を段階的に移動し、すべての位置でパターンが取得され、分析されます。測定時間とパターン解析時間は、今日では毎秒50~200パターンの順になっています。COMによって得られる典型的な結果を図3に示します。



部分的に再結晶化したIF鋼のBSEI

逆極点図マップ

結晶粒界特性

極点図

図3:部分的に再結晶化したIF鋼の微細構造上のACOMの例 a) 電子チャネリングは、投下された試料から後方散乱型電子(BSE)検出器で得られる。b) 観測領域の回折パターン品質マップ。c) 結晶方向マップは、試料の法線方向(ND)に平行に向いている結晶方向を示す。15°より大きい誤った方向を持つ粒界は、黒い線としてマークされます。15°より大きい誤った方向を持つ粒界は、黒い線としてマークされます。d) (111)試料の変形および再結晶化された仕切りの極数は、(111)を有する結晶方位を強く支持することを|NDで示す(ポールフィギュアの中心)。(I.トーマスの礼儀)

図3は、電子チャネリングコントラストとCOMによって観察された部分的に再結晶化されたIF鋼([6])の微細構造を示しています。結晶方位マップでは、同様の色がサンプル法線に向かって同様の結晶学的方向を示しています。均一な配向(すなわち再結晶粒)を持つ結晶粒は均一な色で現れ、内部配向勾配を持つ結晶粒は色の变化を示します。このように粒状の形状と大きさ、再結晶化および非結晶化領域、粒界の種類および局所的な質感(ここでは、変形領域と再結晶領域のために分離された極値の形で表示)を容易に認識し、定量することができます。

サンプル作製は変形せずに磨かれた表面を達成するために非常に穏やかに行われます。振動の発生のための特別なメカニズムはサンプルに最適なエネルギー伝達をもたらします。QATMによる強固な設計と振動モーターの組合せは静寂な操作を保証します。

変形とその表面下層の微細構造に歪が発生するため、アーティファクトのない研磨表面を提供するサンプル作製は非常に重要です。非常に穏やかな材料除去に続く工程が目的を達成させます。これは、図4に示すように、振動研磨装置を使用して実現できます。



図4: QATMの振動研磨装置
Qポルバイブロ

このようなアプローチに従うことで、適切な作製方法の設定を使用して、ほとんどすべての種類の変形を回避できます。材料除去は、振動ボウルに適用されたきめ細かい研磨剤とクロスによって研磨することで実現されます。その結果、アーティファクトの作成が抑制され、原理的に変形のない研磨面を解析することができます。このような検査の結果は信頼性が高く、再現性が高く、材料構造学の極限の研究において重要です。

参照

- [1] Adams, B.L., Wright, S.I., Kunze, K.: Orientation imaging: the emergence of a new microscopy, Metall. Trans. 24A, 819-831 (1993).
- [2] Wilkinson, A.J., Meaden, G. & Dingley, D. J. (2006): High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: new levels of sensitivity. Ultramicroscopy, 106, 307-320.
- [3] Winkelmann, A. Trager-Cowan, C. Sweeney, F. Day, A. P. & Parbrook, P. (2007): Many-beam dynamical simulation of electron backscatter diffraction patterns. Ultramicroscopy, 107, 414-421.
- [4] Schwartz, A.J., Kumar, M., Adams, B.L. & Field, D. P. (2009): Electron Backscatter Diffraction in Materials Science. Springer, New York
- [5] Zaefferer, S., Habler, G.: Scanning electron microscopy and electron backscatter diffraction, in: Mineral reaction kinetics: microstructures, textures, chemical and isotopic signatures, EMU Notes in Mineralogy, 2016, in print.
- [6] Thomas, I., Zaefferer, S., Friedel, F., Raabe, D.: High resolution EBSD investigation of deformed and partially recrystallised IF steel, Adv. Eng. Mat. 5, 566 - 570 (2003).