

技術紹介

Technology

(株)大同分析リサーチ 広域 EBSD 測定手法の紹介

1. はじめに

金属材料（主に鉄鋼材料）の特性は成分や組織、結晶粒径、配向状態などに大きく依存する。それらの評価は、光学顕微鏡や SEM (Scanning Electron Microscope)、XRD (X-Ray Diffraction) などを必要に応じて使い分けて実施される。今回紹介する EBSD (Electron Back Scattered Diffraction Pattern) は SEM を用いた測定法の一つで試料表面の結晶方位を測定する手法であり、下記に示す評価が可能である。

- ①配向評価
- ②結晶粒径評価
- ③局所方位差による塑性歪み評価
- ④結晶構造による相分布評価
- ⑤異なる結晶粒間の結晶方位関係の評価

今回、(株)大同分析リサーチ（以下、当社という）では SEM の電子光学系として LDF (Long Depth of Focus) モードを活用し、従来より広域の測定が可能となったため、解析例を紹介する¹⁾。

2. LDFモード vs 通常モード

EBSD では試料を 70° 傾斜させた状態で電子線を照射させ、発生した回折パターンを専用の検出器で取得して結晶方位を測定している。当社所有の EBSD 検出器を搭載するショットキー電界放出型電子顕微鏡 JSM-7800F（日本電子(株)製）の電子光学系は、CL (Condenser Lens)、ACL (Aperture Angle Control Lens) および OL (Object Lens) で構成される。従来の EBSD 手法（以下、通常モードという）では OL で焦点制御を行うため高分解能となるが、焦点深度が浅いため試料傾斜の影響により広域測定は困難となる。一方、LDF モードでは ACL で焦点制御を行うため、焦点深度が深く広域測定が可能となる（図 1）。

LDF モードおよび通常モードの特徴を表 1 にまとめた。結晶粒評価を行う際、平均粒径が 100 μm 程度の試料になると、通常モードでは観察する結晶粒数が少ない

ため統計的な評価は困難となる。しかし、LDF モードを活用すると、観察する結晶粒数が増え、より信頼できる評価が可能となる。他にも広域測定を利用して、異常粒成長の発生も評価できる。

塑性歪み評価においては、通常モードでは結晶粒内の分布評価が可能である。しかし、LDF モードでは測定範囲が広くなりステップ距離も長くなるため、細部の塑性歪み分布評価は困難となる。

LDF モードおよび通常モードは、測定材料や分析目的に応じて使い分ける必要がある。

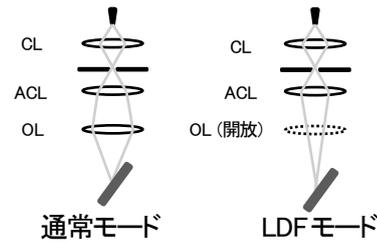


図 1. 電子光学系の違い。

表 1. LDF モードと通常モードの特徴。

測定モード	LDFモード	通常モード	
測定範囲 (mm ²)	1×1~3×8.9	~1×1	
ステップ距離* (μm)	1.7×8.5	~1.7	
使用区分	結晶粒径 (μm)	20~100	~20
	異常粒成長評価	可能	困難
	塑性歪み	有無の評価	粒内分布評価

*隣接する測定点間の距離

3. 解析事例

軟磁性材料(パーマロイ)の評価

(1) 目的

Fe 系の軟磁性材料は高透磁率が要求され、結晶粒は粗粒であることが予想されるため、本材料の評価手法として有効と考えられる。LDF モードでの EBSD 測定結果の解析例を紹介する。

(2) 解析結果

EBSD 測定結果からさまざまな解析が可能である。以下、配向、結晶粒径および塑性歪みに関する解析結果を示す。

ア. 配向評価

IPF (Inverse Pole Figure) マップおよび極点図をそれぞれ図2、図3に示す。IPF マップは結晶面 {001}、{101} および {111} をそれぞれ赤、緑および青とした色で表現したマップである。極点図は特定の結晶面について特定方向を基準に、無配向試料の強度を1とした場合の相対強度を示す図である。相対強度は青から赤の色で表現され、赤色に近い程高強度となる。今回、図2のIPF マップの試料方向 (A1, A2) を基準に、3つの結晶面 {001}、{110} および {111} に着目した極点図を出力した。

図2のIPF マップはさまざまな色から構成されるため配向の有無が判断しづらいが、極点図を用いて評価すると配向の存在が認められた。

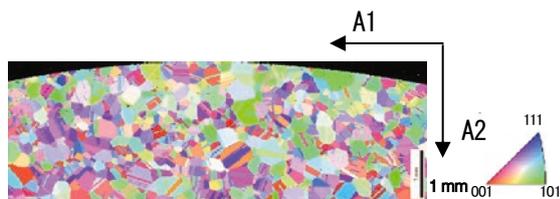


図2. IPF マップ.

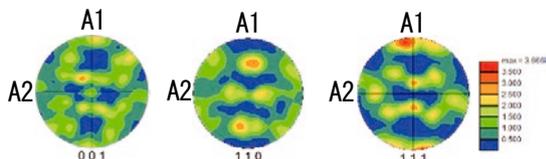


図3. 極点図.

イ. 結晶粒径評価

結晶粒界マップおよび粒度分布をそれぞれ図4、図5に示す。結晶粒界は方位差が5°以上ある隣接測定点の境界とし、マップ上に黒線で示した。

LDFモードを活用すると、結晶粒界マップには多数の結晶粒 (400 個以上) が確認できた。粒度分布を用いて、さらに結晶粒の定量評価を実施すると、平均結晶粒径は 185 μm であり、最大結晶粒径は 620 μm であると判明した。

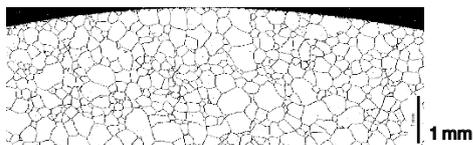


図4. 結晶粒界マップ.

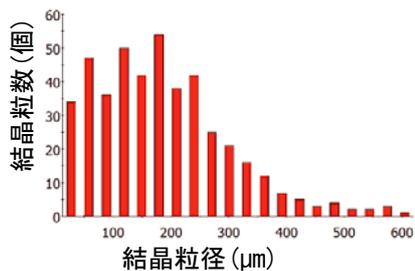


図5. 粒度分布.

ウ. 塑性歪み評価

塑性歪みは結晶方位の微細なズレを生じさせるため、KAM (Kernel Average Misorientation) マップを用いて評価した。KAM 値とは隣接した測定点との方位差の平均値であり、局所方位差を示している。KAM マップは局所方位差を青から赤の色で表現したマップである。今回、青から赤の色を局所方位差 0°~5° に対応させた。

図6に示すように今回対象とした材料ではKAM マップ上のほとんどの領域は青色であるが、所々緑色を示している。このように今回測定した軟磁性材料は塑性歪みが存在していることがわかる。

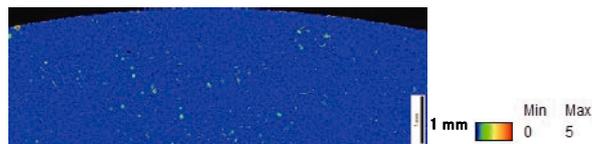


図6. KAM マップ.

4. おわりに

今回は軟磁性材料 (パーマロイ) を対象にLDFモードによる広域測定例を紹介した。測定範囲がさらに広域 (3 mm × 8.9 mm 以上) となる場合でも、LDFモードを用いると比較的少ない視野数の測定で評価することができる。また、スクリーニングとしてLDFモードによる低倍率測定を実施した上で、通常モードによる高倍率測定も可能である。EBSDによる評価に関心がございましたら、当社までご相談ください。

(文献、引用)

- 1) 山本康晶, 柴田昌照, 川内一晃, 小倉一道, 新船幸二: 日本電子(株)アプリケーションノート「広領域 SEM/EBSD法の確立」, 2010.

(問合せ先)

(株)大同分析リサーチ 分析技術室
前田佳輝
TEL : 052-611-9434
FAX : 052-611-9948
e-mail : ymaeda@dbr.daido.co.jp

