

## 技術紹介



# (株)大同分析リサーチ 新型 EBSD の紹介

### 1. はじめに

EBSD (Electron BackScattered Diffraction pattern)は、試料に電子線を照射した際に発生する回折パターンを用い、結晶構造と結晶方位を測定する手法である。(株)大同分析リサーチ (以下、当社という) では約 10 年前に EBSD を導入し、鉄鋼をはじめとした金属材料の組織評価を行ってきたが、その分析需要は増加傾向にあり能力不足であった。そこで今回、高速測定可能な EBSD 検出器を増設し、またこの 10 年間で開発された新たな測定・解析手法も併せて導入したため、以下に紹介する。

### 2. 新型 EBSD の特徴

表 1 に当社の EBSD 従来機と新型機の比較を示す。従来の EBSD 検出器は画質の良い回折パターンを取得するため CCD を用いていたが、昨今は測定速度を重視した CMOS でも高解像度で測定可能となった。そこで新たに CMOS タイプの検出器を導入することで、同等品質のまま約 5 倍の速度で測定可能となった。

表 1. 当社の EBSD 従来機と新型機の比較.

	従来機	新型機
メーカー	TSL Solutions	Oxford Instruments
型式	DigiView5	SymmetryS3
検出素子	CCD	CMOS
測定速度*	約120点/秒	約650点/秒

※鉄鋼分析時における当社分析条件

### 3. 新測定・解析手法紹介

新型検出器の導入とともに新たな機能が追加されたため、代表的な以下 3 点の測定・解析について紹介する。

- ・モンタージュ技法
- ・旧オーステナイト粒径の評価
- ・前方散乱電子による GaN ウェハ欠陥評価

#### 3. 1 モンタージュ技法

当社では SEM (Scanning Electron Microscope) の LDF (Long Depth of Focus) モードを用いた、広域の EBSD 測定が可能であるが<sup>1)</sup>、この手法は極低倍率による測定であるため、微細粒には不適切という弱点がある。そこで、複数視野を連続で測定し繋ぎ合わせて一枚の広域マップを作成する手法である、モンタージュ技法を導入した。

SUS430 棒材を LDF モードとモンタージュ技法で測定し、解析手法の 1 つである KAM (Kernel Average Misorientation) マップで塑性歪み分布を評価した例を図 1 に示す。LDF では結晶粒径に対して倍率が不足しており、データ点の欠落が顕著である一方、モンタージュ技法では欠落がほとんどない良好な測定結果であり、画像を拡大した像では各領域の詳細な様子まで評価可能であった。以上のように、モンタージュ技法は試料を広域かつ詳細に評価できる分析手法である。

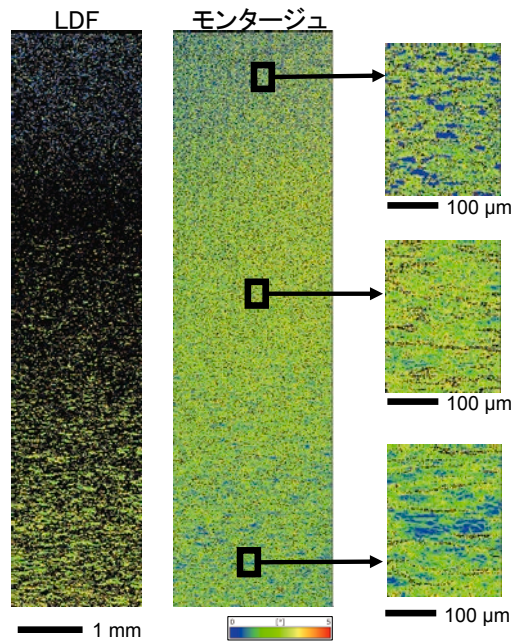


図 1. KAM マップによる LDF とモンタージュの比較.

### 3. 2 旧オーステナイト粒径の評価

マルテンサイト ( $\alpha'$ ) はオーステナイト ( $\gamma$ ) 域から焼入れを行うことで生成されるが、この時の無拡散変態による結晶学的拘束により、 $\alpha'$  と  $\gamma$  の間には Kurdjumov-Sachs の関係 (以下、K-S 関係という) を代表とした方位関係が存在する。この K-S 関係より1つの  $\gamma$  方位から決められた 24 通りの  $\alpha'$  方位が生成されることが知られている。

旧  $\gamma$  粒の結晶粒径は機械的特性などと相関があることから、材料評価で不可欠であるものの、K-S 関係により  $\gamma$  粒1つから最大 24 通りの  $\alpha'$  方位が生成されるため、EBSD で旧  $\gamma$  粒径を評価するには、結晶粒ごとに解析しなければならず、膨大な時間を要していた。

そこで当社では新たに、EBSD で測定した  $\alpha'$  方位から  $\gamma$  方位を計算により自動で再構築する機能<sup>2)</sup>を導入した。SUS630 を EBSD 測定し、本解析にて  $\gamma$  を再構築後、旧  $\gamma$  粒径を評価した事例を図 2 に示す。残留  $\gamma$  と再構築  $\gamma$  の IPF (Inverse Pole Figure) マップを比較すると方位分布が同じであることから、計算による再構築が正確であることがわかる。

以上のように EBSD による旧  $\gamma$  粒径評価が可能となった。本手法はエッチングによる組織現出が困難な材料に対し特に有用である。

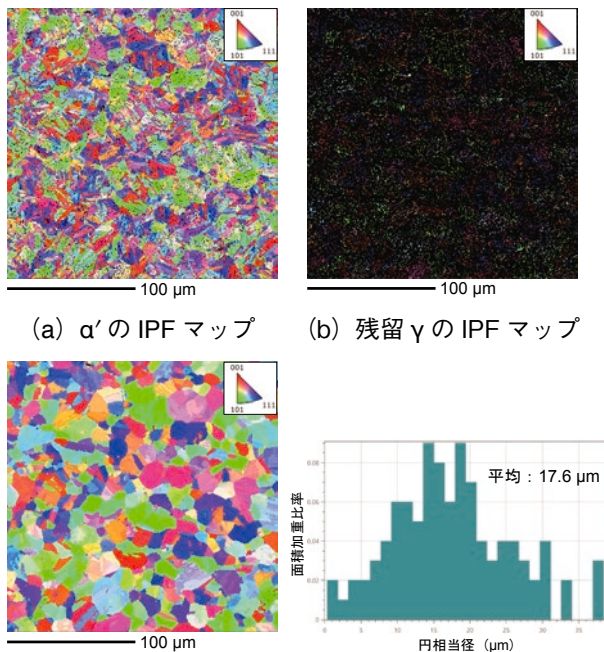
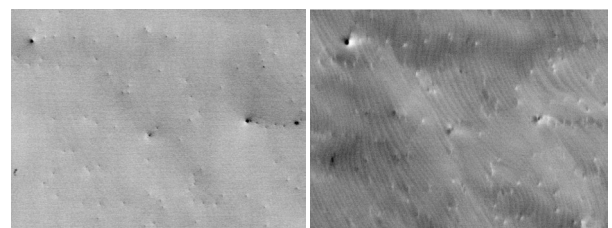


図 2. 再構築による SUS630 の旧  $\gamma$  粒径評価例。

### 3. 3 前方散乱電子による GaN ウェハ欠陥評価

SEM の一般的な反射電子像には後方散乱電子が用いられ、試料に対し高角度の電子を取得することから組成が強調されやすい。これに対し、EBSD 検出器付属の反射電子検出器で検出する前方散乱電子は、試料を傾斜させて電子線を照射させることから侵入深さが浅く、また低角度の電子を取得することで結晶方位に敏感である。

本技術は半導体ウェハの欠陥観察にも用いられており<sup>3)</sup>、当社で GaN ウェハを観察した事例を図 3 に示す。後方散乱電子像では転位が点状に観察されたのに対し、前方散乱電子像では転位に加え、縞状のステップや結晶方位差によるコントラストも確認できた。



(a) 後方散乱電子像 (b) 前方散乱電子像

図 3. GaN ウェハの欠陥観察。

## 4. おわりに

新型 EBSD の特徴と新たな測定・解析技術を紹介した。EBSD は構造用鋼をはじめ、軟磁性材料や磁石など、さまざまな材料に有効な分析手法である。今回の事例を含め、EBSD に関心がありましたらご相談ください。

(文献、引用)

- 1) 前田佳輝: 電気製鋼, 93(2022), 53.
- 2) C.-Y. Huang, H.-C. Ni and H.-W. Yen: Materialia, 9 (2020), 100554.
- 3) G. Naresh-Kumar, D. Thomson, M. Nouf-Allahiani, J. Bruckbauer, P. R. Edwards, B. Hourahine, R. W. Martin and C. Trager-Cowan: Material Science in Semiconductor Processing, 47(2016), 44.

(問合せ先)

(株)大同分析リサーチ 分析部  
物理解析室  
前川雄哉

TEL : 052-611-9434

FAX : 052-611-9948

e-mail : ymaekawa@dbr.daido.co.jp

