

九州大学中央分析センター

62

センター
ニュース

平成10年9月

目 次

分析機器解説シリーズ(60)	1
方位像顕微鏡	
お知らせ	12

分析機器解説シリーズ(60)

方位像顕微鏡 (OIM: Orientation Imaging Microscopy)

総合理工学研究科 物質理工学専攻 吉田冬樹、中島英治

1. はじめに

結晶性材料の力学・機能などの諸特性は、結晶方位の集積度によって大きく変化することが知られている。これは、材料の諸性質が結晶方位に強く依存するばかりでなく、結晶粒と結晶粒の界面である粒界あるいは異相界面の性格の影響も強く受けるからである。従って、多結晶材料中の結晶方位の分布や粒界構造の分布と材料特性の関係を明らかにすることは、材料を開発する上で多くの知見を与えてくれるものと考えられる。

ところで、これまで結晶方位を調べる方法としては、線回折を利用する方法と透過型電子顕微鏡を利用する方法が最も多く用いられてきた。しかし、線回折の場合、空間分解能が数 mm 程度であるため、単結晶の結晶方位やバルク材の結晶方位の集積度についての情報は得られるものの、結晶粒一つ一つの方位といったような局所的な情報を得ることは困難である。一方、透過型電子顕微鏡の場合、空間分解能は優れているものの、広い領域の観察が困難であり、得られた情報が試料全体の特徴を示しているかどうかについては疑問が残る。さらに、観察に用いる薄膜試料の作製には熟練を要する。このように、いずれの方法を用いたとしても、結晶方位の解析は相当な時間を要するものであり、多くの研究者の悩みの種であった。

このような問題を解決してくれる結晶方位自動解析装置が近年開発された。その一つが平成10年より中央分析センターに設置された TexSEM 社製の方位像顕微鏡 (OIM: Orientation Imaging Microscopy) である。この装置は、数ミリメートルの広範囲をサブミクロン単位で方位解析でき、さらに結晶方位を色付けしマッピングすることによって結晶方位を像 (方位像) として可視化することが可能である。しかも方位解析に要する時間は極めて短い。まさに理想的な結晶方位解析装置と言えよう。そこで、本解説では方位像顕微鏡の方位解析の原理と装置の構成について述べた後、測定を行う上での幾つかの注意点について概説する。

2. 原理

方位像顕微鏡では後方電子線回折、EBSP (Electron Backscattering Pattern)^{1),2)}を用いて、結晶方位の解析を行う。EBSP とは、走査電子顕微鏡で観察される菊池線のことであり、Electron Backscatter Diffraction (EBSD)³⁾や Back-scattered Kikuchi Diffraction

(BKD)⁴⁾とも呼ばれている。

EBSP の形成機構は、透過型電子顕微鏡での菊池線と同様であり、その形成機構⁵⁾を模式的に図1に示す。入射電子線が材料中の点Pで一度非弾性散乱されて球面波となった電子線の中でブラッグ条件を満足する格子面で弾性散乱されてPRはRR'の方向へPQはQQ'の方向へ回折する。ここで非弾性散乱された電子線の強度は、入射電子線方向に近いほど強いので、PQの強度はPRより強い。したがって、バックグラウンド強度は、PR方向に沿って増加し、PQ方向に沿って減少することになる。このようなバックグラウンドの得失は一組の回折結晶面に対して3次元

に生じるため、この回折線の分布は図 1 (b) に示すような頂点を持つ強度の異なる二つの円錐 (コーン) 状となる。バックグラウンド強度が強められる側をエクセスコーン、弱められる側をディフェクトコーンと呼ぶ。これらのコーンと観察面 (例えば蛍光板) との交線は、厳密には二つの双曲線となるが、実際にはブラッグ角 θ_B が非常に小さいため、一对の白黒の平行な直線と見なすことができる。この白黒の平行な直線が菊池線である。また、菊池線図形は、このような菊池線の対が結晶内の反射を起こしうる全ての結晶面より形成されるために生じるものである。図 2 (a) は方位像顕微鏡を用いて実際に観察したモリブデンの菊池線図形 (EBSPs : Electron Backscattering Patterns) で、多数の菊池線が形成されていることが分かる。また、菊池線は結晶方位に非常に敏感であるため、方位像顕微鏡の測定精度は通常誤差 2° 以内である。

方位像顕微鏡による方位解析は、図 3 に示した装置を用い、以下に示す手順で行われる。

まず、図 3 中に示した走査型電子顕微鏡 (SEM) の真空チャンバー内に傾斜角 70° になるようにセットされた試料に電子線を照射し EBSP を形成させる。ここで、試料の傾斜角を 70° としているのは、試料表面を入射電子線方向とスクリーン面 (図 3(c)) に対して平行に近くすることによって、非弾性散乱のうち前方散乱の寄与を大きくするとともに回折線の試料への吸収を低減し、EBSP の強度を高めることが出来るからである。得られた EBSPs を高感度 TV カメ

ラ(図3(b))を用いてパーソナルコンピュータ(図3(d))に記録し、画像処理(Hough変換等)により菊池線を識別し結晶方位の指数付けが行われる。図2(b)は図2(a)について結晶方位の指数付けを行った結果を示したものである。この一連の作業を電子線の位置を point to point で自動走査しながら繰り返し行い、得られた結晶方位や測定位置等のデータはパーソナルコンピュータに記録される。また、測定から方位決定に要する時間は、一点につき通常1秒以下と高速であり、仮に測定から方位決定に要する時間を1秒と多く見積もったとしても一日に86400点もの方位測定を行うことが可能である。しかも、測定・解析は全て自動で行われるため、試料のセットを正確に行っておけば、拘束されるようなことはない。

測定終了後は解析専用のソフトウェアを用いて結晶方位のマップ(方位像)の作製はもちろんのこと集合組織をはじめとした様々な解析を行うことが可能である。図4(a)は実際に得られたモリブデン多結晶の方位像である。図より、図中に示した光学顕微鏡写真(図4(b))では確認しにくいような粒界も明瞭に識別することができる。また、方位像中の結晶方位の色分けは、図4(c)に示した単位ステレオ三角形の通りである。

3. 測定を行う上での注意点⁶⁾

上述のように方位像顕微鏡は、非常に利用価値の高い装置といえるが、信頼できるデータを得るには、以下に示すような幾つかの注意点がある。

3.1 試料

方位像顕微鏡における方位解析の信頼性は、その性格上得られるパターンの質に大きく左右される。そこで、質の良いパターンを得るためには、以下に示す条件を満足する試料を用いることが望まれる。

- (1) 試料表面の残留ひずみがないこと
- (2) 酸化膜やコンタミネーションが付着していないこと
- (3) 凹凸がないこと

である

(1)と(2)は、菊池線の形成を阻害する因子であり、金属材料では、加工後の試料の表面を腐食や電界研磨することによって、比較的容易に取り除くことが可能である。しかし、複合材料やセラミックス等の材料では、様々な工夫が要求されるものと思われる。(3)は試料表面の凹凸が存在すると、この凹凸が蔭となり蛍光板上のEBSPの一部または全体が失われるためである。

3.2 試料のセッティング

方位像顕微鏡で実際に測定される結晶方位は、試料表面がスクリーンに対して傾いているために、試料の表面に垂直な方向に向いている結晶方位ではなく、蛍光板に対して垂直な方向に

向いている結晶の方位である。そこで、方位像顕微鏡ではバルク試料の方向（圧延面方向や圧延方向等）との対応関係を、図5に示す試料と蛍光板の方位関係が満足されていると仮定し、計算によって求めている。もし、上記の条件が満足されていない場合には、得られる結晶方位とバルク試料の方向（圧延面方向や圧延方向等）との関係は、セッティングのずれを誤差として含むものとなる。

上記（図5）の条件が満足されているかどうかの確認は、既知方位の単結晶で100点程度のデータを取り、極点図を描くことによって行うことができる。もし正確な結果が得られない場合には、

- (1) 試料の傾斜角は 70° となっているか
- (2) 試料の基準面に垂直な方向（ Z_s ）と蛍光板に垂直な方向（ Z_p ）が同一平面上にあるか
- (3) 試料の傾斜軸（ Y_s ）と圧延方向（RD）が一致しているか

等の確認を行う必要がある。

4. おわりに

最初に述べたように材料の特性はその組織の持つ結晶方位と深い関係があり、その関係を定量的に明らかにすることは、非常に多くの情報をもたらしてくれる。今回解説した、方位像顕

微鏡（OIM：Orientation Imaging Microscopy）は、あらゆる結晶性材料に適応できるので、

材料特性とその組織の持つ結晶方位や粒界構造の分布との関係を定量的に評価する際の強力な武器となってくれるはずである。また、方位像顕微鏡は走査型電子顕微鏡と同様、観察領域を思いのままに選択することが可能である。この利点を生かし、現在半導体チップ配線材料の方位解析⁶⁾や応力腐食割れの粒界解析等への応用も検討されており、今後その応用範囲はさらに拡大するものと思われる。

参考文献

- 1) J. A. Venables and C. J. Harland, *Phil. Mag.*, 27 (1973) 1193.
- 2) J. A. Venables and R. bin - Jaya, *Phil. Mag.*, 35 (1977) 1317.
- 3) D. J. Dingley and V. Randle, *J. Mater. Sci.*, 27 (1992) 4545.
- 4) D. J. Dingley and K. Baba - Kishi, *Scan. Electron Microsc.*, (1986) 383.
- 5) P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley and M. J. Whelan, 「*Electron Microscopy of Thin Crystals*」, Butterworths, London, (1965) 119.
- 6) 「OIM ACADEMY」テキスト, テクセルラボラトリーズ日本事務所.

お 知 ら せ

(1) 新設装置の紹介

超高感度示差走査熱量計（筑紫地区）

型 式：セイコー電子工業㈱DSC6100

測定温度範囲： - 150 ~ 500

熱流計測方式：熱流束型

感 度：0.2 μ W

昇降温プログラム速度：0.01 ~ 20 /min

最大試料量：密封容器 70 μ l

試料容器の種類	密封型	Ag	15 μ l、	70 μ l
		Al	15 μ l、	70 μ l
		SUS	15 μ l、	70 μ l
	簡易密封型	Al	15 μ l	

利 用 料 金：1 件当り 2,000 円

試料容器は各研究室で用意してください。

この装置は超高感度ですので、普通の物質の測定には向きません。この場合は、従来からの熱分析装置（DSC20、DTA30）を御使用下さい。

