

走査電子顕微鏡 (SEM-EBSD) を用いた結晶組織の解析 ～試料作製から観察・解析まで～

1 はじめに

金属やセラミックスのような結晶材料の機械的特性、熱的特性、電気的特性等は、材料を構成する元素の種類とその組み合わせや比率の影響を受けることが知られています。しかし、それだけで結晶材料の特性が決まるわけではなく、どのような結晶組織であるかということも特性に影響を与えます。EBSD (Electron Back Scatter Diffraction) ではミクロな結晶組織として結晶相分布、結晶方位、結晶粒径等を解析することができます。この記事では中丹技術支援室で利用可能な機器を用いた試料作製からEBSDでの観察・解析までの流れを紹介します。

2 試料作製

EBSDの検出深さは観察する試料表面から約50nm以下の領域であり、凹凸や酸化等の影響を大きく受けますので、真の状態を現す解析結果を得るためには観察する試料断面に十分に気を使う必要があります。一般的な金属材料の試料作製手順においては図1のフローチャートのように試料を適切な大きさに切断後、樹脂に埋め込み、

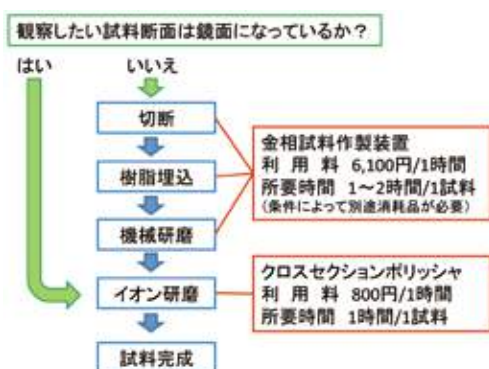


図1 EBSD観察試料作製手順の一例

機械研磨により鏡面を作製します。その後、さらにイオン研磨により微細な研磨痕などを取り除くことで試料が完成します。ただし、試料作製手順は試料の性質や解析の目的に応じて適切な手順を検討・選択する必要があります。

EBSDで得られるデータの善し悪しは試料作製の善し悪しで決まるといっても過言ではありません。最初は試料に合わせた最適な試料作製方法や条件を見出すのに苦労する場合がありますが、十分に検討する必要があります。

3 試料の観察・解析

EBSDは70°に傾斜させた試料面へ電子線を照射し、映し出される菊池パターンを解析することで一点の結晶方位情報を得ます。さらに電子線をスキャンすることで試料面の各測定点の結晶方位情報をマッピングし、結晶相分布、結晶方位、結晶粒径等を解析します。

鉄鋼材料の解析結果の一例を紹介いたします。図2は試料断面の逆極点図マップで、各点の結晶方位を001 (赤色)、101 (緑色)、111 (青色)の色で表現しています。このマップから結晶の方位、粒径、形状などを確認することができます。また、例えば図3のように結晶粒径がどのように分布しているかといった情報を目的に応じて

解析することが可能です。鉄鋼材料では結晶粒が小さいほど強度や靱性が高くなると言われていますが、この解析結果からは概ね20μm前後の粒径で結晶方位が揃っていない結晶構造であることが確認できます。

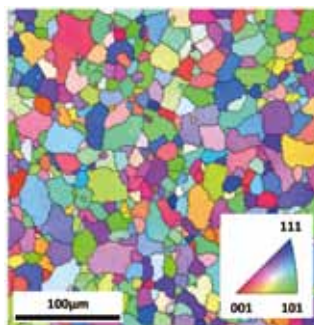


図2 逆極点図マップ (結晶方位図)

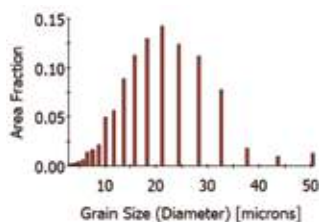
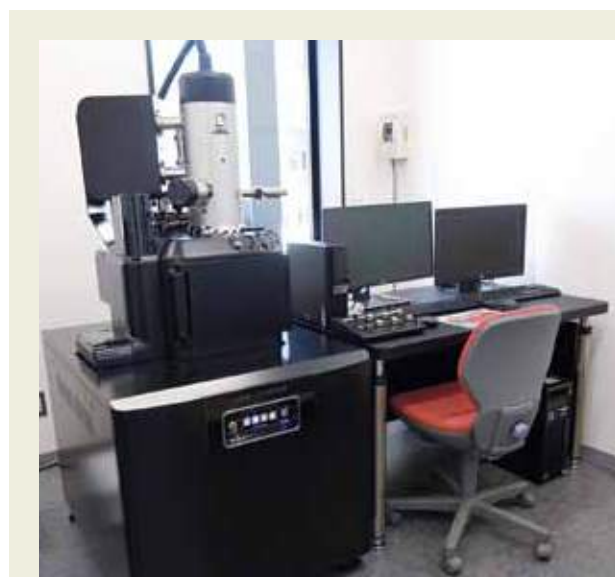


図3 結晶粒径分布

4 おわりに

SEM-EBSDの登場で新素材の開発や材料・部品の受入れ検査・品質管理等のためのミクロな領域での結晶系解析を短時間で行えるようになりました。今後は結晶系の制御や解析による材料特性の向上や管理がますます重要になっていくと考えられます。材料の種類や解析目的により、試料の前処理や解析方法の検討などの試行錯誤が必要ですが、当センターでは職員が技術相談・補助を行いながら機器をご利用いただいておりますので、SEM-EBSDのご利用について興味のある方はぜひ下記までお問い合わせください。



走査電子顕微鏡 (JSM-IT-300HR/LA) (観察+結晶方位分析)
 使用料 6,000円/1時間
 所要時間 30分~数時間/1試料
 (目的に応じた観察条件や解析方法によって必要な所要時間は変わります。)