

D

電子後方散乱回折像法(EBSP)による結晶方位解析

多結晶材料においては、結晶方位やその分布状態が材料特性に大きな影響をおよぼすことが多い。これらの測定・評価手段のひとつに、EBSP法(Electron Backscatter Diffraction Pattern:電子後方散乱回折像)があるが、数年前までは高度な解析技術が必要とされることなどから、あまり一般的には利用されていなかった。しかし近年、コンピュータ制御による測定および解析の自動化技術が進歩したことにより、EBSP法が急速に普及してきている。ここでは、TSL社 (TexSEM Laboratories,Inc.)のOIM™ (Orientation Imaging Microscopy™,TSL社の商標) 自動解析システムに基づいたEBSP法による結晶方位解析技術¹⁾を紹介する。

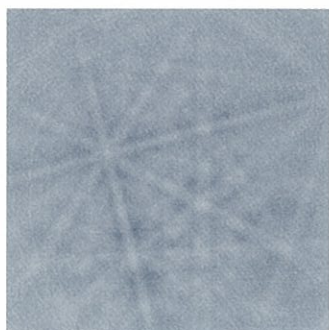
D-1

EBSP法

EBSPとは

EBSPの発生原理²⁾は、透過型電子顕微鏡(TEM)で観察される菊池線の発生原理と同一である。EBSPすなわち反射電子によって得られる菊池線は、本来の菊池線と区別する意味で、最初はBackscattered Kikuchi Diffraction(BKD)と名付けられ³⁾、現在では、Electron Backscattering Pattern(EBSP)⁴⁾やElectron Backscatter Diffraction(EBSD)²⁾などとも呼ばれている。

第1図にEBSPの一例として、面心立方金属から得られたパターンを示す。このようにEBSPは交差する複数のバンドによって形成されている。1本のバンドはひとつの結晶面からの回折によって生じ、バンドの幅や強度は格子定数をはじめとする結晶構造に依存している。また、バンド同士が交差する角度やそれらが現れる位置は結晶方位によって一義的に決まっている。したがって、パターンを解析することにより、物質を同定したり結晶方位を知ることができる。



第1図 EBSPの一例

特徴

本法による材料評価のもっとも特筆すべき特徴は、①測定・解析の全自動化によりきわめて短時間でデータが得られること、②結晶粒径、第二相分率など結晶方位以外のデータも同時に得られるためにさまざまな解析ができることである。

多結晶材料の結晶方位分布状態を評価するため

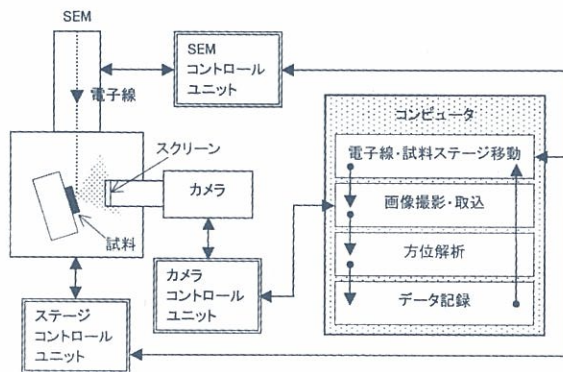
には、通常、数十～数百個の結晶粒の測定、解析が必要である。電子線回折法や菊池線解析法のようにTEMを用いる方法では、個々の解析精度が高いという利点があるが、1試料あたりの観察視野が小さいために多くの結晶粒について測定、解析をおこなうとなると多大な時間を要する。また、従来のEBSP法のように観察視野が広くても、得られたパターン像をひとつひとつ写真撮影あるいは画像取込みをおこない、方位解析をするという手法では、やはり測定できる結晶粒の数には限界がある。

これに対して、本法では、測定が全自動化されているので、数百個レベルの結晶粒の方位解析を約1日でおこなうことができる。また、結晶粒ごとの測定ではなく、指定した領域を任意の一定間隔で走査して測定するため、領域全体を網羅した数万点以上の情報を得ることができる。

EBSP法の概略図⁶⁾を第2図に示す。

走査型電子顕微鏡 (SEM) の鏡筒内にセットした試料に電子線を照射するとスクリーン上にEBSPが投影される。これを高感度カメラで撮影し、コンピュータに画像として取込む。コンピュータでは画像解析がおこなわれ、既知の結晶系を用いたシミュレーションによるパターンとの比較によって方位が決定される。

算出された方位は角度で表される数値データとして、座標(x,y)などとともに記録されるので、これらのデータをもとに結晶方位マッピングや粒界表示など多種多様な解析ができる。



第2図 自動EBSP法の概略図

1)B.L.Adams et al.: Metall. Trans.,Vol.24A(1993), p.819

2)V.Randle : Microtexture Determination and Its Applications,(1992), The Institute of Materials

3)D.G.Coates : Phil.Mag., Vol.16(1967),p.1179

4)J.A.Venables et al.: Phil.Mag.,Vol.27(1973), p.1193

5)鈴木清一: OIM ACADEMY テキスト,(1999),TSL

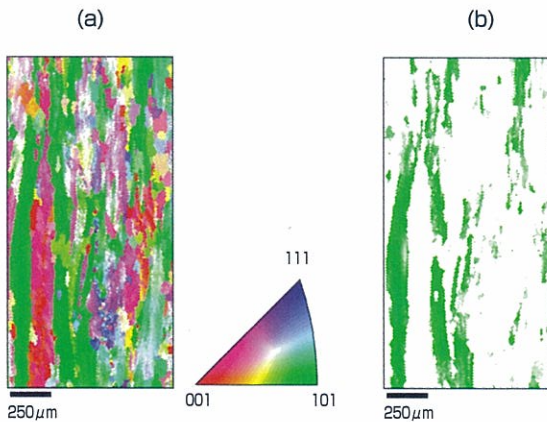
6)D.Dingley : OIM ACADEMY テキスト,(1999),TSL

本法では測定で得られた数万点を超える測定点のデータをもとにさまざまな解析をおこなうことができる。以下にいくつかの解析例を紹介する。

結晶方位解析

第3図はアルミ合金圧延板の結晶方位をカラー表示した例である。(a)は全方位をカラーグラデーション表示した例で、カラーキーの色との対応から測定領域内のあらゆる箇所の方角（ミラー指数）を識別することができる。

いっぽう(b)は(101)面から10°以内の方角のみを緑色で表示した例である。実際に材料の結晶方位分布を評価する場合は、ある特定の方角のみに着目することがほとんどであるため、視覚的にも理解しやすい(b)のような解析方法は非常に有効である。



第3図 アルミ合金圧延板の結晶方位
(a)全方位表示 (b)(101)から10°以内を表示

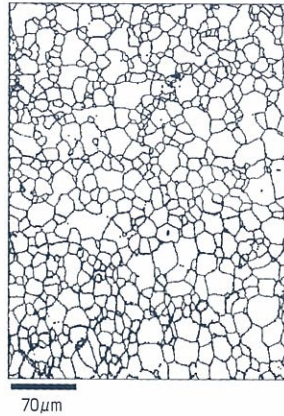
結晶粒サイズおよび結晶粒界解析

本法では、隣り合う測定点間の角度差が、指定した角度範囲（たとえば15°以上）を満たす場所を結晶粒界として認識する。言い換えれば、15°以内の角度差で連続する領域はひとつの結晶粒として扱う。

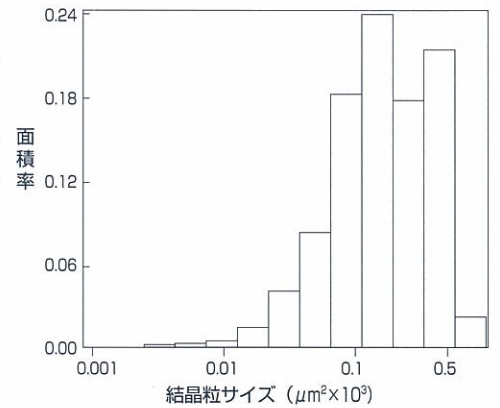
第4図は、鋼の再結晶組織を角度差15°以上の場所を粒界として表示した図であり、第5図は同じ組織の結晶粒サイズ分布を表すグラフである。

第4図は、あたかも光学顕微鏡で観察された組織のように見える。

しかし、本法によって表示される結晶粒界は、上述のように、光学顕微鏡でエッチング組織として観察される結晶粒界とは異なるので、たとえば表示角度差を5~15°と指定することによって、光学顕微鏡観察では困難なサブグレインの判別も容易におこなうことができる。



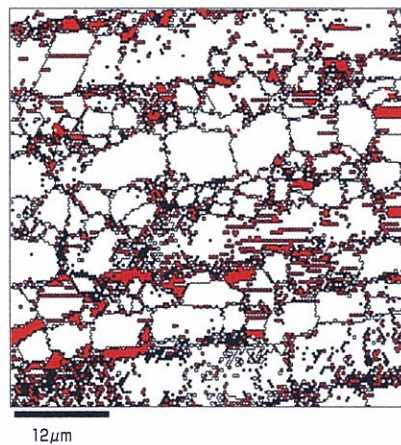
第4図 鋼の再結晶組織の結晶粒界 (15°以上)



第5図 鋼の再結晶組織の結晶粒サイズの分布

二相組織の識別

EBSPは結晶構造によって決まっているので、結晶構造が異なる複数の相で構成されている組織を相別に識別することができる。例として、第6図にフェライト（結晶構造は体心立方晶）と残留オーステナイト（面心立方晶）からなる二相組織の測定結果を示す。図中、赤色の箇所が面心立方晶、すなわち残留オーステナイトを表しており、分布状態を視覚的にとらえることができる。



第6図 残留オーステナイトの分布 (赤色部分)

ここで紹介した解析例は自動EBSP法による解析技術のごく一部であり、当社では、このほかにも材料や研究目的に合わせたさまざまな解析をおこなっている。ご利用いただければ幸いです。なお、EBSP法の応用技術として、透過型電子顕微鏡と組み合わせた自動解析技術もすでに開発されており⁷⁾、このような技術の発展とともに、EBSP法は、多結晶材料の評価方法としてますます有力な手法となっていくものと思われる。

[加古川事業所 技術室 与田利花]

7) S.Zaefferer et al.: 再結晶・集合組織とその組織制御への応用, (1999), p.291, (社)日本鉄鋼協会