



ORIST

## EBSD を用いた結晶方位解析における新機能の紹介

キーワード：EBSD、結晶方位、粒界性格、低真空 SEM、加熱その場観察

### はじめに

電子線後方散乱回折 (Electron Backscatter Diffraction: EBSD) 法は、結晶性材料の組織評価の一つとして利用が広がっており、これまでに EBSD に関する報告を行ってきました<sup>1)2)</sup>。この度、当研究所ではショットキー走査電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM) を新規導入しました<sup>3)</sup>。この SEM には、CMOS イメージセンサを搭載した最新の EBSD 用検出器 (EDAX 社製 Velocity Pro) が付属しており、解析スピードが従来よりも数十倍速くなりました。さらに、様々なオプション機能により、これまでできなかった解析が可能になっています。ここでは、本装置によって新しく解析可能となった事例を紹介します。

### 非導電性材料の解析

セラミックスや鋳物などの絶縁材料を SEM 観察する場合、帯電現象 (チャージアップ現象) により、像の飛びやゆがみが発生し、適切な観察ができません。この帯電現象を回避するため、表面に金、白金、炭素などをコーティングすることがありますが、EBSD の情報深さは数十 nm のため、コーティングの条件に制約が多く、解析の弊害となっています。このような場合、新規導入 SEM の低真空モードを用いれば、コーティングなしでも帯電の影響なく EBSD 解析ができます。図 1 はアルミニウム (上側) とアルミナ (下側) の接合界面を、高真空、10 Pa お

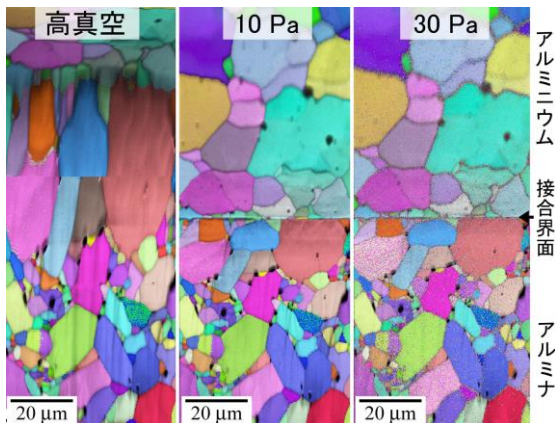


図 1 アルミニウムとアルミナの接合界面の EBSD 解析結果<sup>4)</sup>

よび 30 Pa で解析した結果です<sup>4)</sup>。高真空雰囲気では、帯電により像が縦に伸縮する箇所や、スキヤンが不連続となっている箇所が多く確認できます。一方、低真空雰囲気にする事で、帯電による像の異常は軽減されます。しかしながら、30 Pa では 10 Pa よりも解析の乱れが多くなるのがわかります。これは、低真空モードにおいても、装置内のガス量が適正でないと試料に照射される電子量が減少し、試料から十分な信号を得られなくなるためです。そのため、帯電を抑えつつ、EBSD 解析にも支障がない観察条件を選定する必要があります。

### EDS-EBSD 同時解析による結晶相の同定

EBSD 法は、結晶構造由来の回折パターンを参照し、結晶方位を同定していることから、同じ結晶構造からなる異なる材料を回折パターンだけで識別することはできません。例として、銅合金とアルミニウム合金を摩擦攪拌接合した接合界面を EBSD 解析したケースを図 2 で説明します。接合界面では、接合中に銅とアルミニウムが反応し、 $\text{CuAl}_2$ 、 $\text{Cu}_9\text{Al}_4$  などの化合物が形成します。ここで、各金属および化合物相の結晶構造に着目すると、 $\text{CuAl}_2$  は正方晶ですが、Cu、Al はいずれも面心立方晶です ( $\text{Cu}_9\text{Al}_4$  は立方晶ですが面心ではありません)。つまり、両相から得られるパターンは、同一となるため、EBSD だけでは各相を識別できません。しかし、元素同定が可能なエネルギー分散型 X 線分析 (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy: EDS) を EBSD と同時に行い、EDS で得られた元素情報を EBSD にフィードバックすることで、図 2 に示す通り、同じ結晶構造でも各相を明確に同定できます<sup>4)</sup>。

### 加熱ステージを利用した高温その場解析

金属は、製造時の熱履歴により、金属組織が大きく変化し、種々の特性に影響を及ぼします。その組織変化過程をリアルタイムで捉えることが可能な「その場観察・解析」は、材料研究および開発を飛躍的に発展させるツールとして期待されています。当研究所では、以下の仕様の高温加熱ステージを導入し、高温加熱中のその場観察・解析が可能となりました。

- ・最大加熱温度 : 1000 °C
- ・最大加熱速度 : 10 °C/sec
- ・推奨試料サイズ : 5 mm × 7 mm × t1.0 mm

図3は極低炭素鋼の冷間圧延材に対して、種々の温度に保持した時の再結晶過程をEBSD解析した結果です<sup>4)</sup>。再結晶粒は、結晶粒内のひずみが少ないという特徴に着目し、ひずみと相関性を有するEBSDにおける解析パラメータである「結晶方位差」で整理します。結晶方位差が大きい結晶粒を未再結晶粒と定義して各温度の左側に示し、結晶方位差が小さい粒を再結晶粒として右側に示しています。その場観察の結果、600°Cから再結晶粒が現れ始め、720°Cでは約9割で再結晶が完了している様子を直接的に確認することができました。この他に、炭素鋼の $\alpha$ 相が加熱中に $\gamma$ 相に変態する

様子なども解析でき、EBSD法は加熱過程の組織変化を考察するための重要な解析手法となっています。

### おわりに

材料特性の基幹となる組織情報を比較的容易に得ることができるEBSDは、品質管理や製品開発に貢献できます。本装置にご興味がありましたら、担当職員までお気軽にお問い合わせください。

### 参考文献

- 1) 大阪産業技術研究所テクニカルシート No.11001.
- 2) 大阪産業技術研究所テクニカルシート No.15010.
- 3) 大阪産業技術研究所テクニカルシート No.23-07.
- 4) 田中, 澤, 平田, 鑄造工学, 96-4(2024), 185-190.

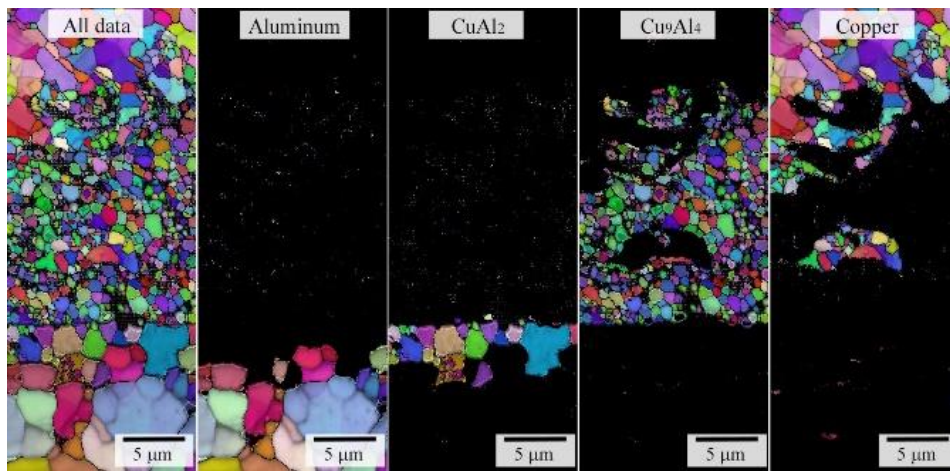


図2 銅とアルミニウム合金の摩擦攪拌接合材接合界面のEBSD解析結果<sup>4)</sup>

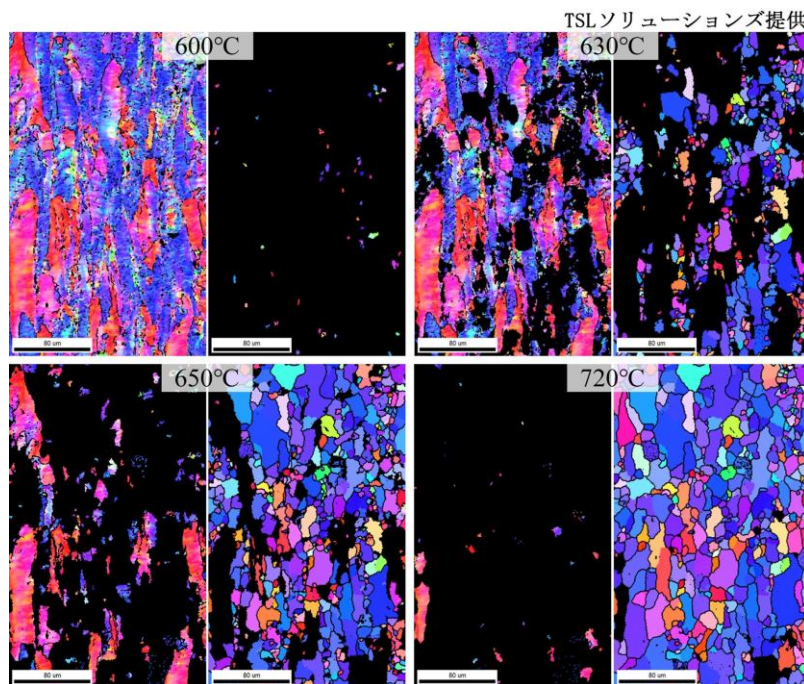


図3 冷間圧延極低炭素鋼の各温度におけるその場EBSD解析結果<sup>4)</sup>

発行日 2024年7月1日  
 作成者 金属材料研究部 微細構造評価研究室 田中 努、澤 源士郎、平田 智丈  
 Phone: 0725-51-2654 (田中)、2567(澤)、2695(平田)  
 E-mail: t\_tanaka@orist.jp (田中)、sawa.genshiro@orist.jp (澤)、hirata@orist.jp (平田)