

電子線後方散乱回折法

(Electron Backscatter Diffraction : EBSD)

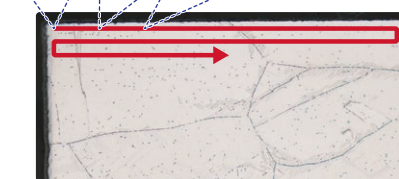
金属材料などの結晶性材料は、マクロスケール(mm~mオーダー)では一様な構造に見えても、実際にはミクロスケール(μm ~nmオーダー)で見ると結晶構造が一様でないことが一般的です。これらの結晶構造は、材料の強度などの特性に大きな影響を与えるため、材料開発において重要な情報の一つとなります。この度、弊社では電子線後方散乱回折(EBSD)解析システムを新たに導入いたしました。本システムは、電子線を用いて結晶性材料の局所的な結晶情報を取得することができる装置です。本資料では、EBSD法の原理とそのアウトプット事例についてご紹介いたします。

EBSD法の原理

■ 走査電子顕微鏡(SEM)内で70°傾斜した試料の表面に電子線を照射し、発生した電子線回折パターン(菊池パターン)を検出器に取り込みます。

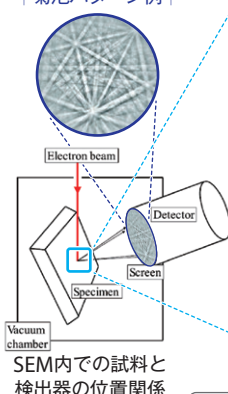
■ 得られたパターンの幾何学形状から、既知の結晶系情報を基に指数付けし、照射した領域の結晶方位を同定する手法です。

SEM内で電子線を照射して各測定点の菊池パターンを取得

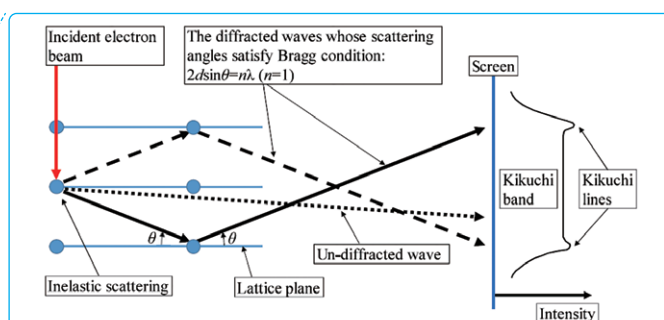


菊池パターンの取得例(SUS304鋼の断面像)

菊池パターン例

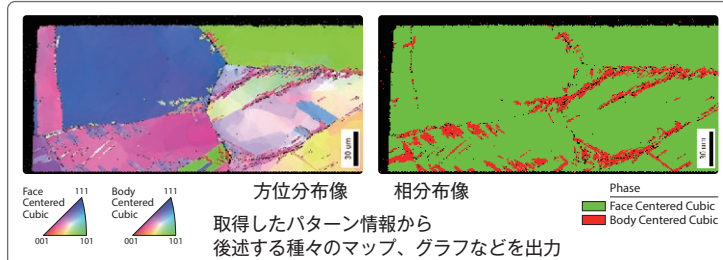


パターンに基づく結晶情報を結像



ブラッグの法則を利用して、回折パターンから結晶情報を特定

菊池パターン(電子線回折パターン)の発生原理



分析の流れ

事前検討

対象となる試料の分析可否(結晶性有無)、導電性付与や樹脂包埋の可否を事前検討

分析試料の準備

分析(菊池パターン取得)

解析(アウトプット出力)

■ パターン情報から種々のデータを出力

出力例

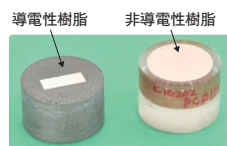
- ・ 方位分布像(IPFマップ)
- ・ 結晶粒界特性像
- ・ 相分布像(Phaseマップ)
- ・ 結晶粒歪分布像(結晶方位差マップ)
- ・ シュミット/テイラー因子像

■ 一度、菊池パターンデータを取得してしまえば、PC上のソフト(OIM Analysis 8)で何度でも再解析、再出力可能

ウラ面で事例をご紹介します



試料の樹脂包埋の様子



樹脂包埋後



自動研磨機

■ 試料内に残存する加工由来の残留ひずみは、EBSDで得られるデータの質に大きな影響を与えるため、基本的には鏡面研磨を行うことで残留ひずみを全て除去する必要があります。EBSD法において最も難しい作業項目の一つです。

■ 弊社では、**材料試験会社として長年培ってきた技術をベースに、様々な材料種に対する、条件を統一した鏡面研磨が可能**です。

※鏡面研磨のみお困りの場合でもお気軽に弊社へお問い合わせください。

■ 準備した試料をSEM内に70°傾斜した状態で導入し、分析を実施します。

- ▶ SEM本体：
日立ハイテック製SU5000
- ▶ EBSD検出器：
EDAX社製Velocity
- ▶ EBSD解析ソフト：
TSL社製OIM Analysis 8



FE-SEM、付属のEBSD検出器



EBSD専用ホルダー(70°傾斜)

事例① 方位分布像 (IPFマップ)

- EBSD法における基本となるマップであり、逆極点図 (IPF) マップとも呼ばれます。
- 結晶方位の角度を、ミラー指数を基にカラーマップ化したものであり、材料内における結晶方位の偏り (異方性) や、角度差に基づいて決定された粒界情報 (粒度分布や粒界特性) を評価可能です。

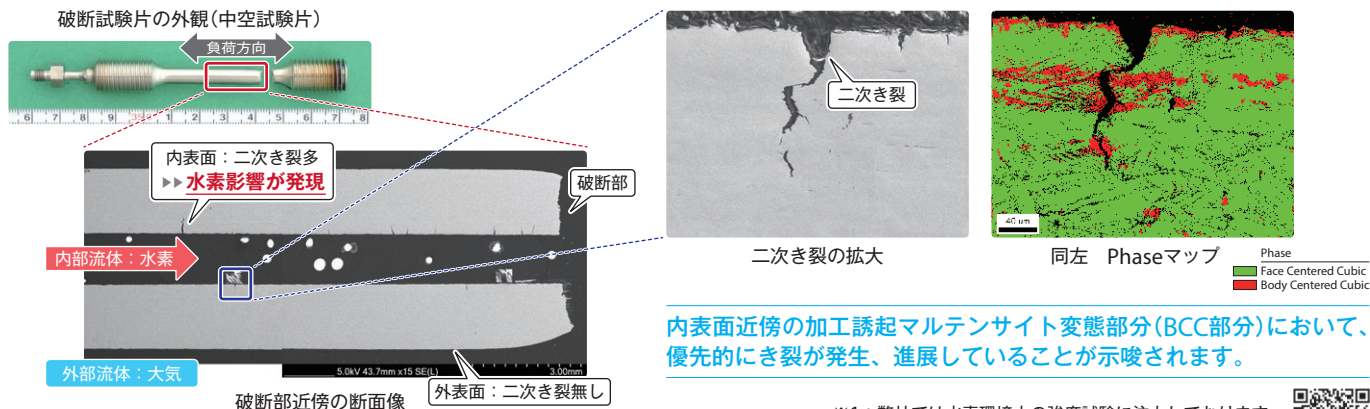
炭素鋼 (S45C) および純Ti (TB340) の丸棒の各断面の評価事例



事例② 相分布像 (Phaseマップ)

- 菊池パターンを基に特定された結晶構造 (体心立方格子、面心立方格子 等) を識別したマップです。
- 複数相を有する材料について、相の存在比率や、各相の局所的な材料特性への影響を評価可能です。

ステンレス鋼 (SUS304) の高圧水素環境下低ひずみ速度引張試験※1 後の評価事例



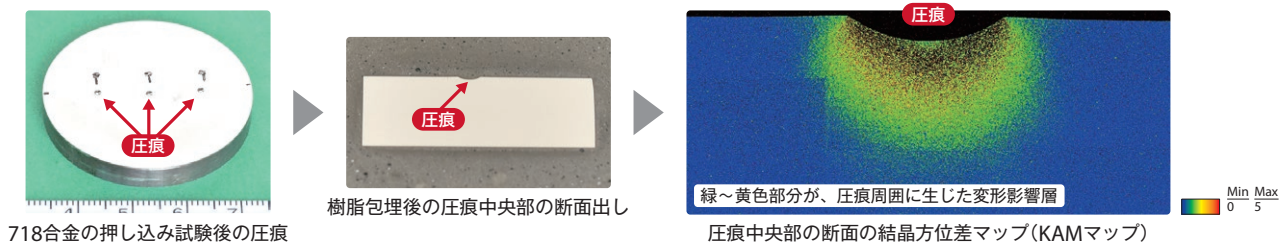
※1: 弊社では水素環境中の強度試験に注力しております。詳しくは右の二次元コードをご参照ください。



事例③ 結晶粒歪分布像 (結晶方位差マップ)

- 結晶粒の内部の局所的な結晶方位差を可視化したマップです。
- 局所的な方位差は、材料内部に導入された転位密度 (GN転位) と相関があるため、塑性変形による影響層を詳細に評価することが可能です。

インデンテーションプラストメータ試験※2 後の圧痕周囲の変形影響層に関する評価事例



※2: インデンテーションプラストメータとは、高精度な圧痕形状の測定データと有限要素法の逆解析を組み合わせることにより、通常、引張試験で得られる応力-ひずみ曲線を短い工期で取得可能な、Plastometrex社製の卓上試験機です。詳しくは右の二次元コードをご参照ください。

