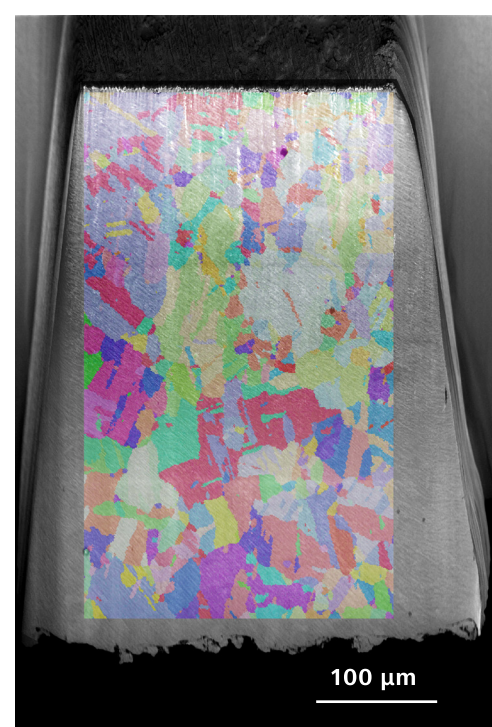
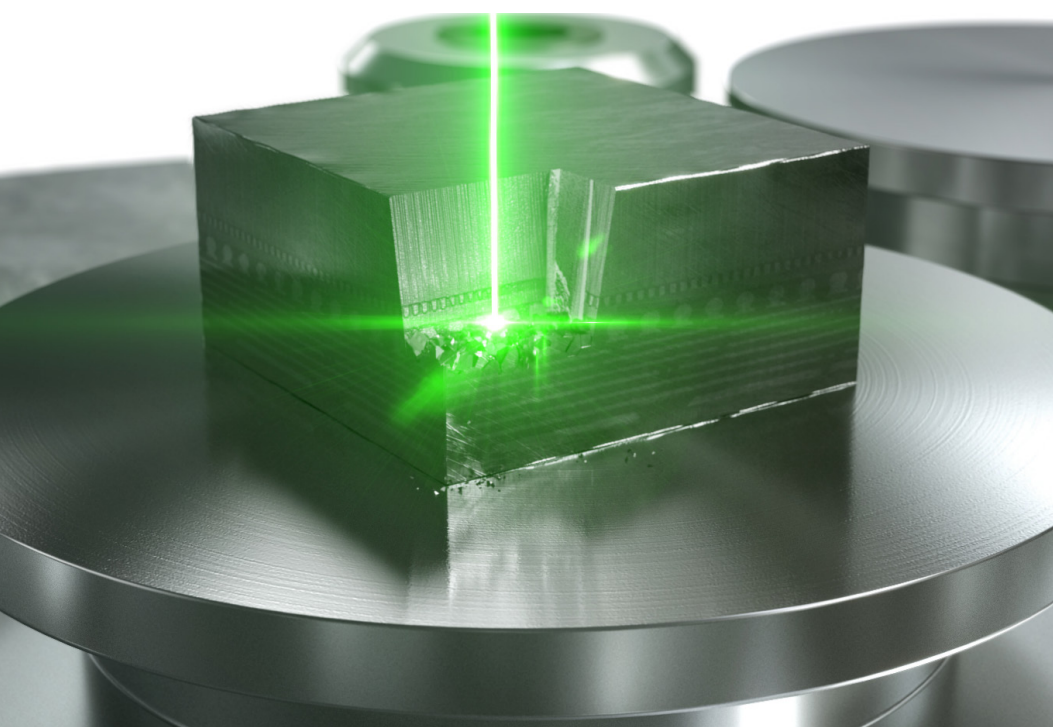


## EBSD 解析のための試料調製

LaserFIB が実現する迅速な材料加工



Seeing beyond

著者： Tim Schubert, Dr. Timo Bernthaler,  
Prof. Dr. Gerhard Schneider  
Materials Research Institute Aalen, Aalen University,  
Tobias Volkenandt  
Carl Zeiss Microscopy GmbH

発行： 2020 年 4 月

ここ数年、EBSD カメラ技術、パターン取得、インデキシングが大幅に改善され、今日では、3000 フレーム / 秒を超える取得速度が標準となりつつあります。こうした改良により、EBSD は純粋に科学的な解析手法から、産業界や品質保証・管理の目的にも適用可能な技術へと進化してきました。検出技術とインデキシングが改良された一方で、試料調製にはまだ時間がかかり、それが制限要因となっています。最新の試料調製方法には、大きな面積の試料を振動研磨で仕上げる機械研磨と、小さな面積の試料や繊細な材料に適した集束イオンビーム (FIB) 研磨があります。機械研磨は FIB 研磨よりも短時間で済み、大きな面積の調製に適していますが、対象の調製には限界があります。一方、FIB 研磨は特定エリアの調製に適した方法であるものの、その効果が発揮されるのは小さな面積に限られます。本書で紹介する実験では、両者の限界を克服するために ZEISS Crossbeam 用の新しいフェムト秒レーザーを用いて、各種金属シートの断面を迅速に調製し、レーザー研磨された表面で EBSD を実施しました。

## はじめに

集束イオンビーム走査電子顕微鏡 (FIB-SEM) は、材料科学分野で使用される機会が大幅に増えています。透過型電子顕微鏡 (TEM) 専用の試料調製ツールとしてだけでなく、微細構造の直接調製と材料特性評価のための多目的な研究機器として使用されています。FIB の利点は、微細構造をほぼ変形させることなく、特定位置の断面を作成できることです。典型的な FIB ビーム径は約 5 nm ~ 数マイクロメートルで、これらのシステムは主に数十原子 ~ 数十ミクロンの領域を切り取るのに使用されます。長さや深さが数百マイクロメートルに及ぶ断面の調製が可能であるため、微細構造の特性評価においてより優れた統計データを得ることができます。しかしながら、この方法には時間とコストがかかることが問題とされてきました。

この問題を解決するべく ZEISS の FIB-SEM に導入されたのが、ナノ秒レーザーアブレーションシステムです。しかし、ナノ秒レーザーは試料に熱を加えるため、微細構造を変化させてしまうという欠点があり、FIB による大幅な後研磨が必要となります。レーザーアブレーションによる微細構造への熱影響を低減し、FIB での後研磨の時間を短縮するため、近年、ナノ秒レーザーからフェムト秒 (fs) レーザーへの切り替えが行われました。フェムト秒レーザーは、超高速の試料加工と表面調製を簡素化し、さらに、疑似熱アブレーションプロセスにより、レーザー研磨表面における直接の EBSD 解析を可能にします。



図 1：LaserFIB：新しいフェムト秒レーザーを搭載した ZEISS Crossbeam

## 実験の準備、結果および考察

EBSDでの直接測定に適した断面調製を行うための1つ目のステップとして、表面の損傷をできるだけ抑えて目的の材料をミリングするための適切なプロセスパラメータを見つける必要があります。調整可能で、かつ表面品質に最も影響を与えるパラメータは、レーザー出力 [%]、スキャン速度 [mm/s]、繰り返し周波数 [Hz]、およびライン間隔 [μm] であることがわかっています。各種金属試料を用いた広範にわたる予備テストにより、表1に示す3つのステップからなる一般的な調製レシピが一通り確立されました。最高レベルの表面品質を実現するには、その後行うテストにおいて、最終ステップのみを個別に設定しなければなりません。

I	レーザー出力	100%
	スキャン速度	950 mm/s
	繰り返し周波数	300 kHz
	ライン間隔	4 μm
II	レーザー出力	25%
	スキャン速度	10 mm/s
	繰り返し周波数	12 kHz
	ライン間隔	4 μm
III	レーザー出力	20%
	スキャン速度	3 mm/s
	繰り返し周波数	800 Hz
	ライン間隔	4 μm

表 1: 一般的な 3 ステップで用いるパラメータ

ここで説明する3つのステップは、I. 粗ミリング、II. 粗研磨、III. 精密研磨です。目的の深さまで研磨するために、定義されたハッチパターンを所定のパラメータで繰り返し、各ラスタで材料を特定量除去するようレーザー研磨ソフトウェアを設定します。特に、レーザー研磨を施した断面のEBSD測定では、断面に残留する材料によってEBSDシグナルが妨害されるのを避けるために、試料全体を研磨することが重要です。これは、試料とEBSDカメラの幾何学的なセットアップに起因するものです。

厚さ全体を確実にミリングするには、ラスタごとの正しい除去率を決定し、レーザーがそれに応じてフォーカスを調整できるようにすることが不可欠です。そこで、一般的な3ステップに従い、各種パラメータと固定ラスタ数で、試料材料に溝をミリングしました。その後、ミリングした溝の深さを測定し(図2を参照)、各種パラメータの除去率を計算しました。銅試料を観察したところ、粗ミリングと粗研磨の除去率はラスタあたり2.5 μm、精密研磨の除去率はラスタあたり1.6 μmでした。ただし、層あたりの除去率を決定することなく、一定のレーザー焦点を適用した場合でも、最後の研磨ステップで優れた表面品質が得られることが示されています。

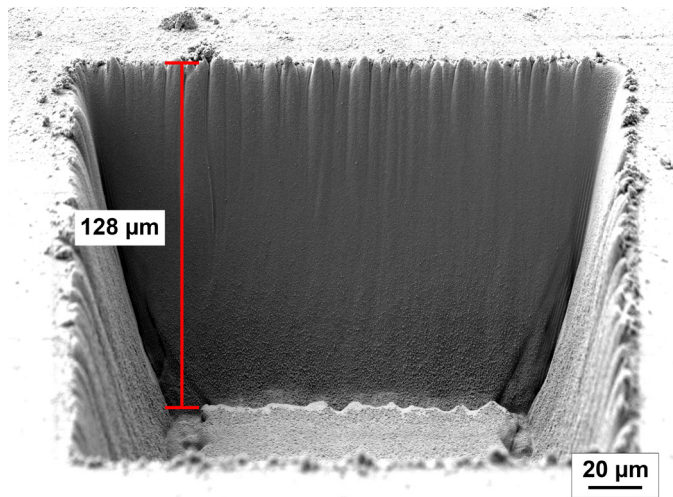


図 2: ラスタあたりの除去率を決定するための銅の溝加工例

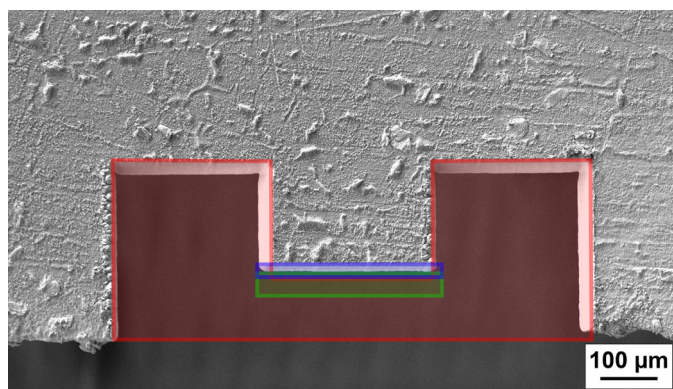


図 3: レーザー研磨した断面における EBSD 測定のための調製ステップ

金属や合金、さらには、同じ合金のバッチごとに、少なくともわずかに異なる除去率があると考えられるため、各試料のラスタあたりの正しい除去率を決定することが極めて重要です。

EBSD 検出では、EBSD カメラに向かって、回析電子の自由経路を確保することが重要とされています。図3は、この自由経路を確保するための適切な方法を示しています。最初の粗ミリング工程では、再付着およびエッジ効果を避けるために、試料に自立した突出部を作成しました(図3の赤枠)。突出部は、目的とするEBSDスキャンに適した寸法である必要があります。次のステップでは、断面の粗研磨でリデポジションを除去し、粗ミリング工程後の表面を平らにしました(図3の緑枠)。ここでは、粗研磨を行う部分が粗ミリングの部分とある程度重なるようにすることが重要です。これにより、潜在的な不正確性や位置ずれを回避できます。最後のステップは精密研磨です。これもミリング部分を小さくし、前ステップの粗研磨部分と重なるようにします。除去率がすべて正しく決定されていれば、結果は図4のようになります。回析電子の経路を妨げる残留材料はなく、ミリングされた溝は鋭いエッジと急勾配の側壁を示し、下端の傾斜は最小限に抑えられます(全体の断面サイズ: 280 x 120 μm)。最後の研磨工程では、微細構造が見えるような滑らか

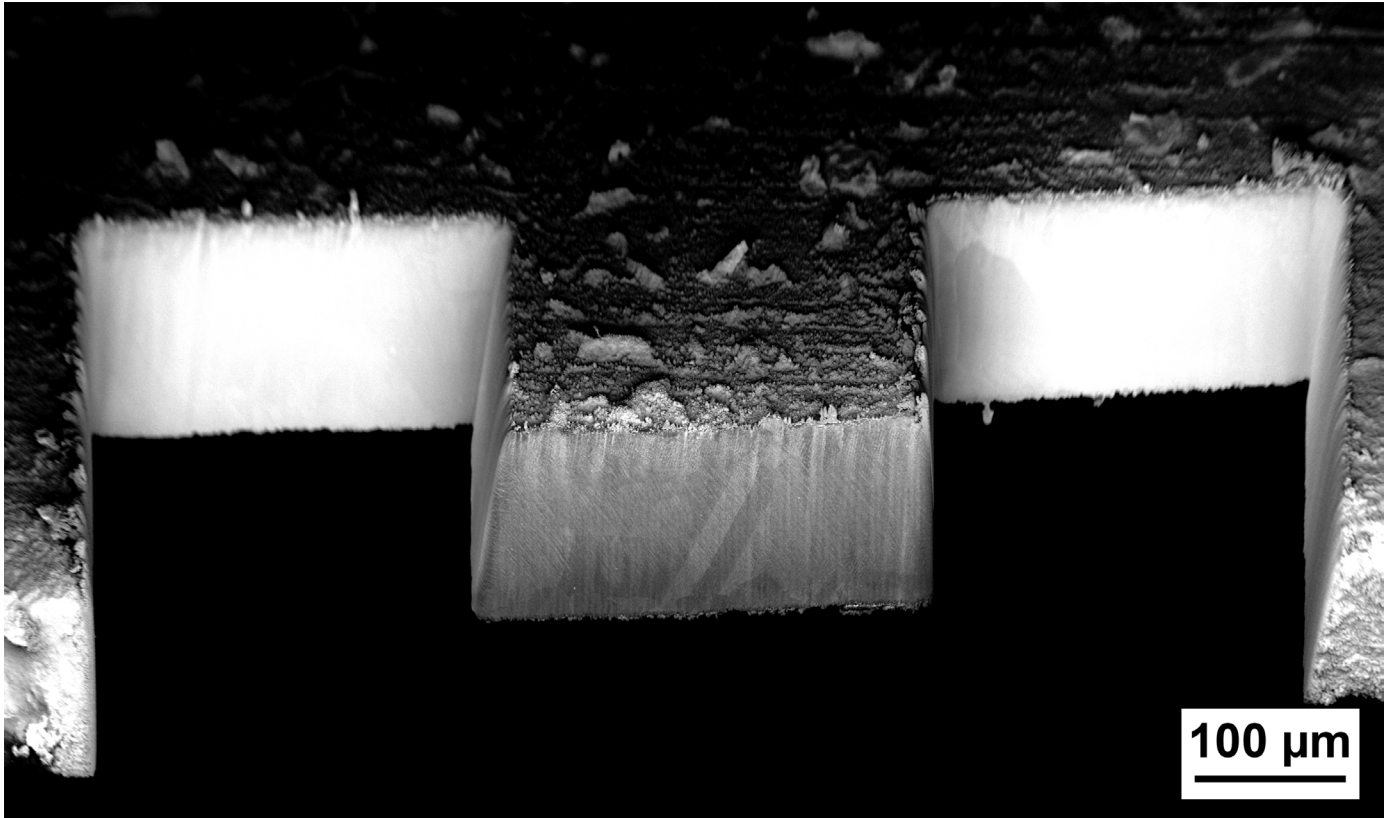


図 4: 銅板の最終レーザー研磨断面。微細構造 / 粒構造が確認できる。Inlens SE 検出器を搭載した SEM を用いて 130x でイメージング。

な表面仕上げを行うのが理想的です。これら 3 ステップの所要時間は約 15 分で、これで断面のイメージングと EBSD の取得準備が完了します。

しかし、最終的な研磨パラメータは材料に対して最適化されたものの、断面にはまだ超微細構造が残っています。この周期的な線構造は、LIPSS (Laser Induced Periodic Surface Structures) と呼ばれ、超短パルスレーザーと材料の相互作用により生成される構造です。LIPSS の形成は現在進行形で研究が行われているトピックであり、文献上でも議論されています。図 5 は、レーザー研磨した銅試料上の LIPSS を詳細に観察したものです。LIPSS を通して微細構造が見えるため、EBSD シグナルに大きな影響を与えることはないと考えられます。LIPSS のわずかな影響は、比較のために断面の一部を FIB 研磨した図 6 から推定することができます。FIB 研磨では、FIB プロープ電流 7 nA で、4 時間かけて断面の幅すべてと高さの半分を研磨しました。全断面を FIB 研磨すると 8 時間以上かかるため、現実的ではないと判断しました。

解析する表面に LIPSS がある場合、強い EBSD シグナルを得るには、高加速電圧 (20 kV) と高プロープ電流 (3 nA) を使用するのが最善の方法です。EBSD カメラは自動最適化により設定されました。

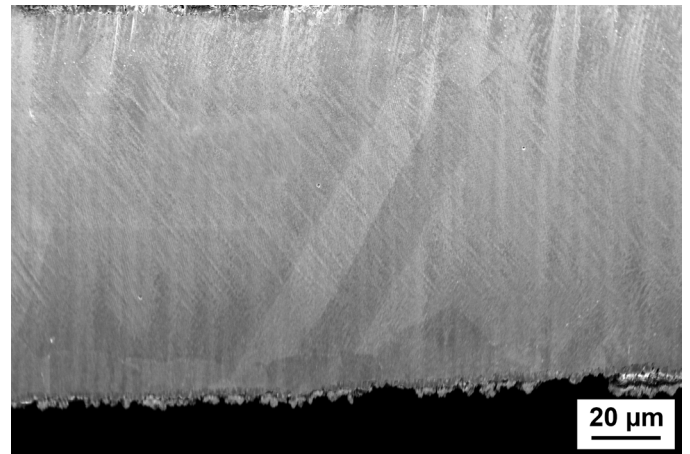


図 5: レーザー研磨した銅の LIPSS を詳細に観察した図。Inlens SE 搭載の SEM を用いて 500x でイメージング。

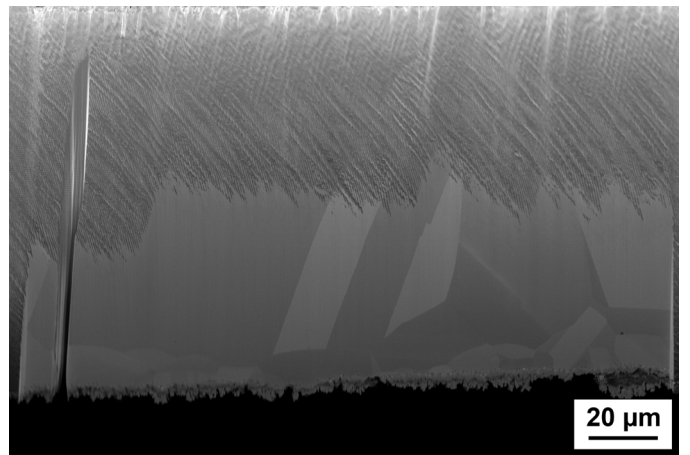


図 6: レーザー研磨した断面の下半分を 4 時間かけて FIB 研磨 (7 nA)、Inlens SE 搭載の SEM を用いて 500x でイメージング。

図 7 に示す取得した EBSD の Raw データでは、EBSD シグナルがインデキシングを行うのに十分でなかった点が、IPF-Map に黒いピクセルで表されています。これらの構造周期性は、レーザー研磨表面の LIPSS と類似しており、LIPSS がこれら特定の領域ではより厚く、そのため適切な電子線回折パターンの生成を妨げていると推測されます。インデキシングされていないピクセルがまばらに存在し、適切にインデキシングされた点に囲まれている限り、解析結果に大きな変化を及ぼすことなく、様々なフィルターを適用して補正を行うことができます。図 8 では、EBSD の Raw データセットに Neighbor Orientation Correlation (NOC) フィルターを適用しています。このフィルタリングにより、インデキシングされていないピクセルの大部分を

割り当てることができます。さらに、ソフトウェアで 2 つ目のフィルタを適用して、インデキシングされていないピクセルをすべて除去し、マッピング結果を更に改善することが可能です。図 9 は、2 ピクセルの粒子拡張フィルタを追加した後の結果です。

フィルタリングされていない EBSD の結果はすでに適切な品質を示しており、フィルタリングによりさらなる改善の余地があることがわかります。EBSD 解析の目的が、粒径測定や粒子配向を大まかに把握する事である場合、レーザー研磨は、EBSD で質の高い面を迅速に調製するのに適した方法であると言えます。このシグナル品質がひずみ測定においても十分であるかは、さらなる実験によって評価を行う必要があります。

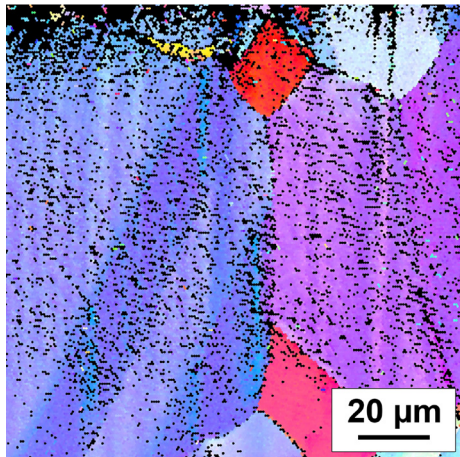


図 7:レーザー研磨した銅の IPF-Map。フィルタリングされていない Raw データ

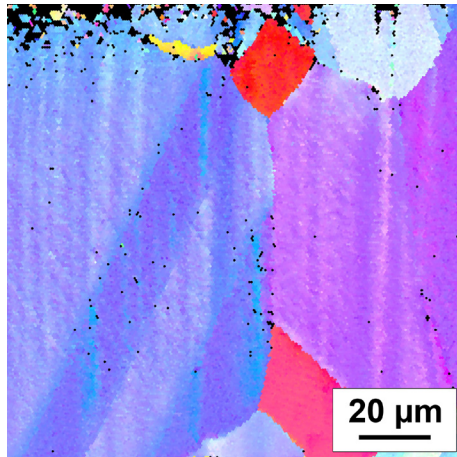


図 8:レーザー研磨した銅の IPF-Map。NOC フィルター適用

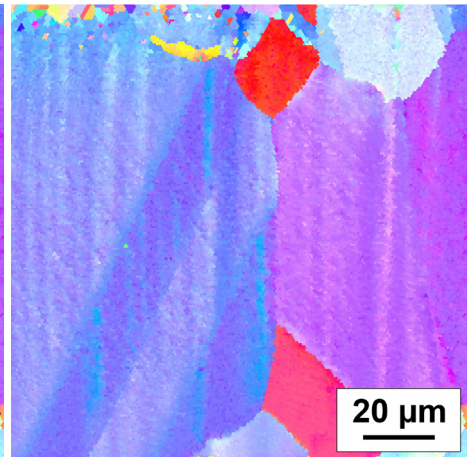


図 9:レーザー研磨した銅の IPF-Map。NOC と粒子拡張フィルタ適用

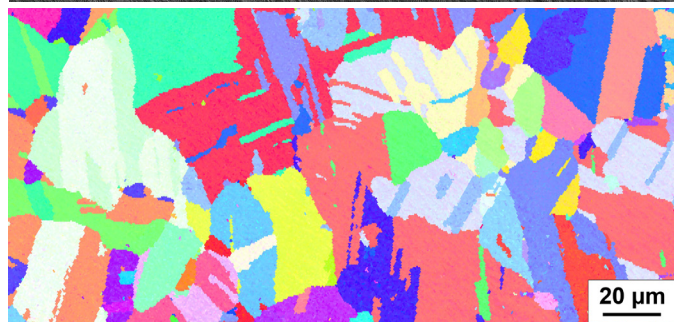
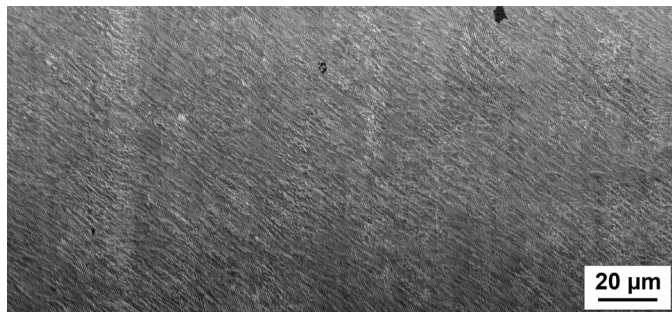


図 10:インコネル 600 シート。上:レーザー研磨後の表面、微細構造は見えない。下: EBSD の IPF-map

フェムト秒レーザーを利用して最適なパラメータを見つけ、EBSD 解析に適した断面を迅速に調製する手順は、もちろん、ここで示した銅の例に限られるものではありません。図 10 は、アニール処理したインコネル 600 シートの研磨と EBSD の結果を示しています。レーザー研磨面は微細構造を直接示していないものの、それでも良好な EBSD シグナルが得られ、双晶を含む個々の結晶粒が

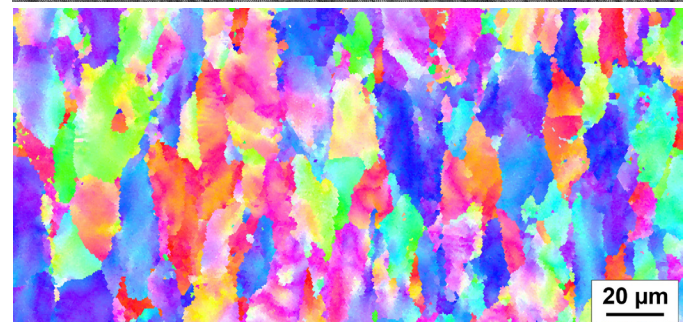
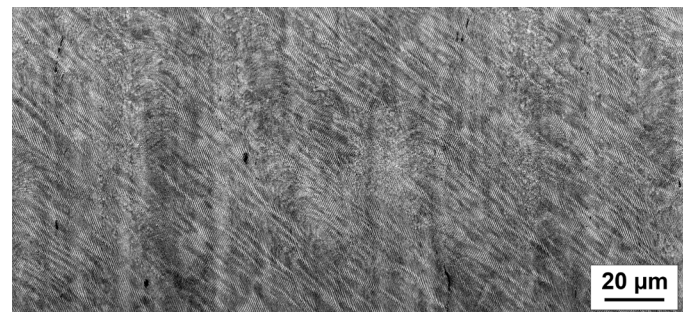


図 11:軟鋼板。上:レーザー研磨面、微細構造がわずかに見える。下: EBSD の IPF-map

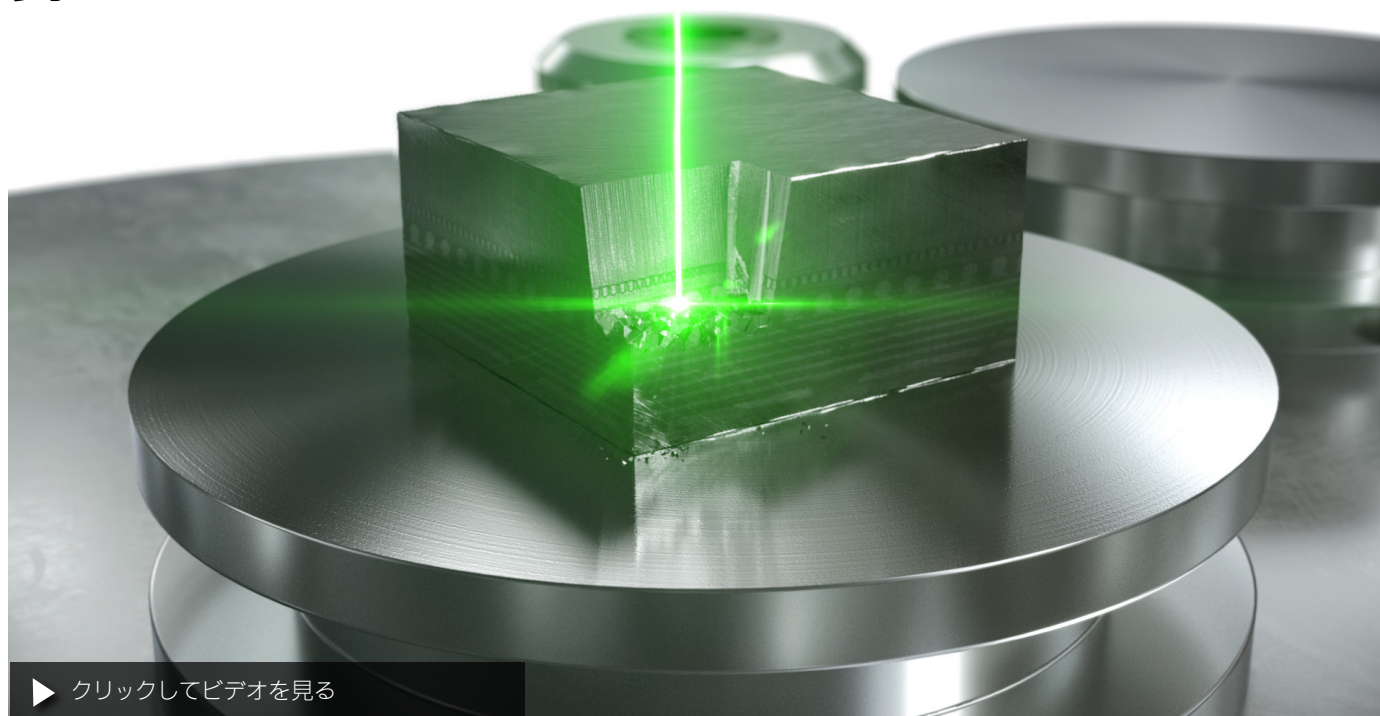
明らかになっています。図 11 で示すのは軟鋼板の結果です。レーザー研磨した表面では微細構造がわずかにしか見えませんが、ここでも、個々の結晶粒の EBSD マップを得るのに十分な研磨品質が達成されています。試料を圧延版から切り出しているため、色の遷移がぼやけていることから、個々の結晶粒の歪みが見取れます。

## まとめ

本書で紹介した実験は、ZEISS Crossbeam レーザーが、断面に大きな欠陥や熱影響を及ぼすことなく、様々な金属の断面を迅速に調製するのに非常に適したツールであることを示しています。堅牢なパラメータ設定により、レーザー研磨表面で直接 EBSD 測定を行うのに適した調

製品質を達成することも可能です。これらの結果は、近年の X 線顕微鏡におけるラボ向け回析コントラストトモグラフィー (LabDCT) の進歩と合わせて、結晶学の大規模統計における大きなブレイクスルーとなる可能性を秘めています。

## 参考



▶ クリックしてビデオを見る

このアニメーションで LaserFIB のワークフローをご覧ください。この関連実験では、電子部品試料内部の欠陥が、XRM (X 線顕微鏡) によって非破壊のまま特定されました。LaserFIB で再配置後、フェムト秒レーザーで ROI を露光、FIB で微細研磨し、最後に SEM で高解像度解析を行いました。



**Carl Zeiss Microscopy GmbH**  
07745 Jena, Germany  
microscopy@zeiss.com  
www.zeiss.com/microscopy

**Carl Zeiss Co., Ltd.**  
2-10-9 Kojimachi, Chiyoda-ku  
Tokyo, 102-0083, Japan  
Phone: + 81-570-02-1310