

材料の性能を 微細構造と関連付ける



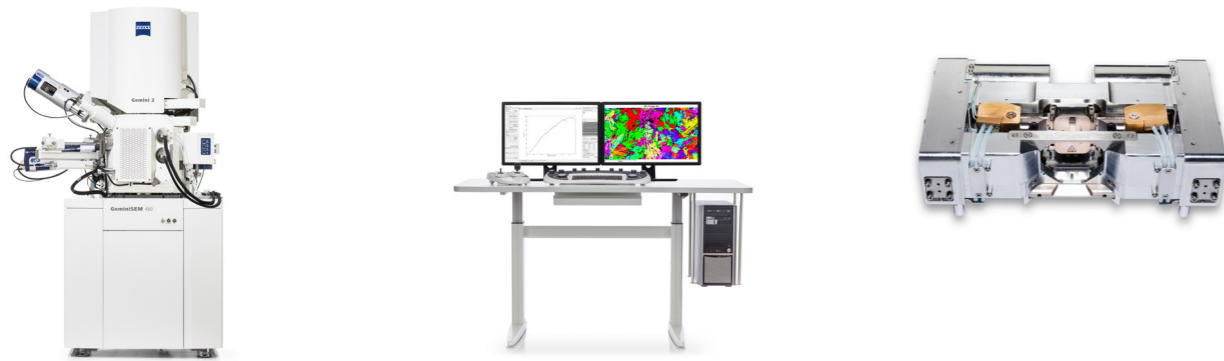
ZEISS FE-SEM 用 *in situ* ラボ



ZEISS FE-SEM 用 *in situ* ラボ

マルチモーダル *in situ* 実験のための統合ソリューション

材料開発において、材料特性と微細構造を組み合わせる場合は、ZEISS が提供する自動化された *in situ* 加熱・引張実験ラボをご利用ください。これにより、応力-ひずみ曲線をその場でプロットしながら、熱が加えられ張力がかかっている材料を自動的に観察できます。ZEISS の FE-SEM* (電界放出型走査電子顕微鏡) に、加熱・引張実験用の *in situ* ソリューションを追加できます。すべての ZEISS FE-SEM は ZEN core システムに組み込んで使用可能です。これにより、ZEN core ツールキットの Connect、AI または Materials Apps を使用する際に、ネットワークに接続された顕微鏡、AI ベースの処理または分析にアクセスすることができます。



機械的引張または圧縮ステージ、加熱ユニット、専用高温二次電子検出器 (SE)、および反射電子検出器 (BSE) を、エネルギー分散型 X 線分光法 (EDS) や電子線後方散乱回折法 (EBSD) による解析と組み合わせることができます。

ZEISS の *in situ* 用ステージを使用することで、FE-SEM 本体との連携が可能となり *in situ* 測定を非常に簡単に実行可能です。

ZEISS FE-SEM* での無人自動材料試験を可能にする統一されたソフトウェア環境により、1 台のパソコンからすべてのシステムを制御できます。自動特徴追跡は、EDS や EBSD マッピングなどの自動連続イメージングおよび解析の新たな標準となるものであり、さらに複数の関心領域も観察可能です。EDS や EBSD データの収集は、統合ソフトウェアによって自動化されます。完全に統合されたこの *in situ* ラボでは、金属、合金、ポリマー、プラスチック、複合材料、セラミックスなどの材料を調べることができます。

利点:

- 自動化された *in situ* ワークフローにより、再現性が高く、正確かつ信頼のおけるデータ収集を実現
- ハイスループットかつ高分解能のデータ取得により、信頼できるデータを迅速に取得可能
- GOM のデジタル画像相関法 (DIC) を使用したひずみマッピングなど、信頼性の高い後処理のための高品質データを提供
- 容易なデータ後処理および管理

統合 *in situ* ワークフローで

材料特性に関するより深い考察を可能に

SEM における *in situ* 材料試験では、定義された温度条件下で機械的負荷に対する微細構造の動的反応の正確な測定を行います。これにより、材料研究者は機械的特性と微細構造との関連を理解することができます。EDS、EBSD などの解析技術を組み合わせることで、局所的な化学組成や結晶方位などの情報を得ることで、新規材料を効率よく開発するために不可欠な、材料特性と微細構造の関係を深く理解できます。

自動特徴追跡とオートフォーカスで意味のあるデータを収集

複数の関心領域 (ROI) を定義したら、それらを自動的に中央に配置してオートフォーカスを実行し、それぞれの画像倍率、スキャンスピード、検出器を使用して *in situ* 実験を開始します。次に、各変形ステップの自動ワークフロー中に各関心領域を観察します。スキャン方法、スキャンスピード、および画像解像度などの異なるイメージング条件を、各関心領域に対して個別に選択することができます。設定された温度で加えられた張力に応じて、選択した関心領域の EDS および EBSD マップが自動的に作成されます。

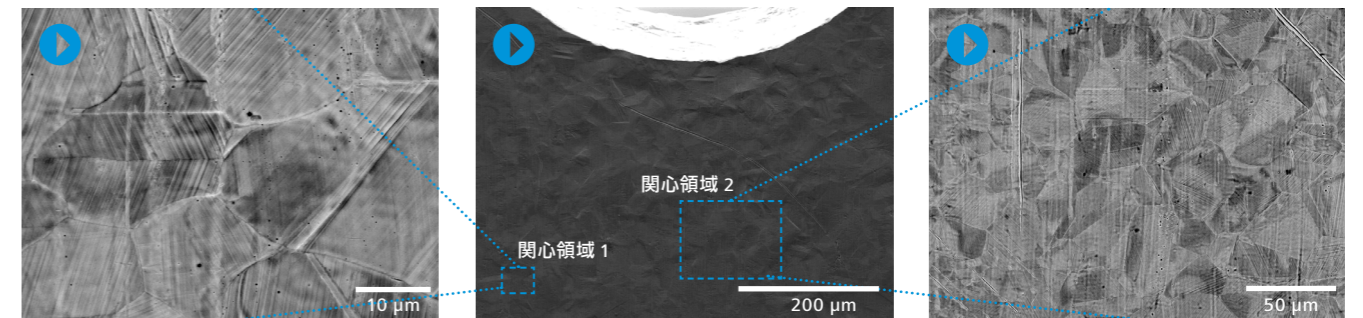


図 1: 各種倍率および検出器を用いたステンレス鋼試料の *in situ* 引張実験。左: 関心領域 1、倍率 2000x (ポラロイド倍率)、1k (768 x 1024 ピクセル) 画像、反射電子検出器。画像は非常に高いチャネリングコントラストを持ち、*in situ* 引張試験中のすべり線の形成を捉えています。中央: 全体像、200x、SE、4k (3072 x 4096 ピクセル) 画像。右: 関心領域 2、500x、BSE、1k 画像。

続いて、長時間の無人での引張試験実験を行います。例えば、試料の変形を観察する場合、異なる関心領域を設定して追跡し、試料が破損するまでの数百の変形ステップに対して自動的にイメージングすることができます。ソフトウェアが試料の破損を検出し、実験を安全に停止します。試料の変形が数 mm に達した場合でも関心領域は正常に追跡され、常に SEM 画像の中心に配置されます。こうした実験の測定は、ユーザーの操作なしに一晩で行うことが可能です。

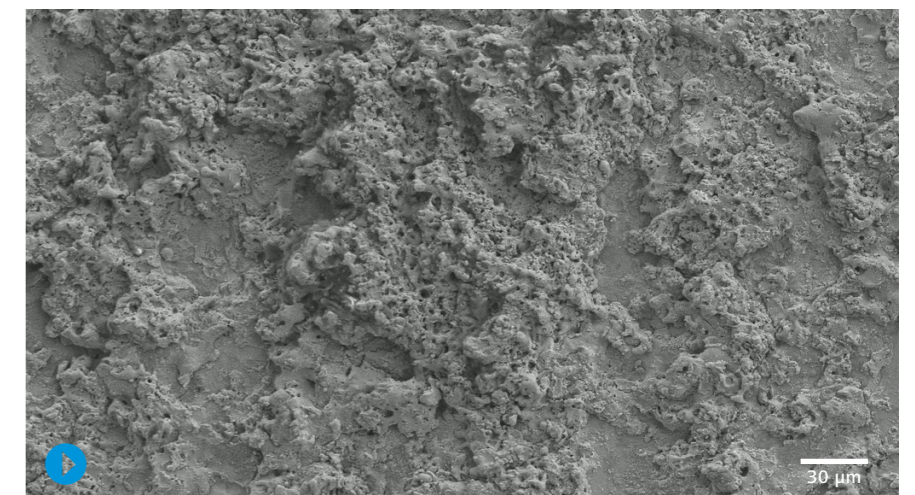


図 2: 3D プリント高温 Ni 基超合金の *in situ* 引張試験。3 つの異なる関心領域を追跡し、試料が破損するまで 200 以上の変形ステップに対して二次電子検出器で自動的にイメージングを行いました。関心領域の 1 つの画像が示されています。

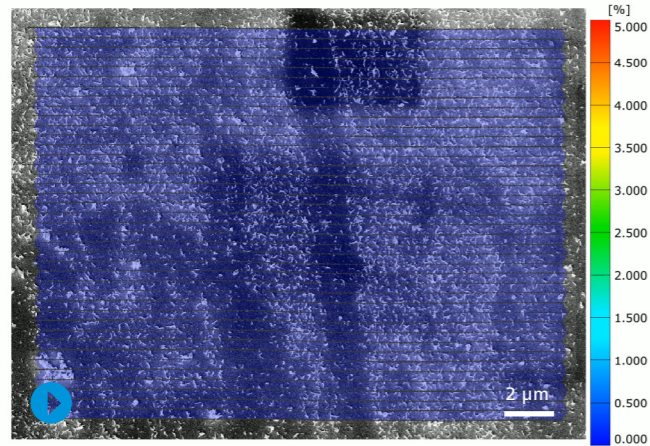


図 3: 軟鋼試料 (S235JRC) を研磨し、試料表面の小さな粒子を DIC のマーカーとして使用。変形中に自動特徴追跡が行われます。ひずみ振幅の色分けとひずみ方向を表す矢印を使用して、主なひずみの振幅と方向を画像に表示できます。

ひずみマッピングにデジタル画像相関法 (DIC) を使用
 実験の目的が微小なひずみ分布を得ることである場合、高分解能の SEM 画像が最適なツールとなります。変形中に特徴の追跡が行われ、最終的にはデジタル画像相関 (DIC) に使用されます。作成したイメージを 2D DIC GOM 相関ソフトウェア ** にエクスポートして、ひずみ分布を解析し、SEM イメージと重ね合わせます。その後高分解能 SEM 画像を DIC ソフトウェアに移し、ひずみ分布を計算します。

**2D DIC GOM 相関ソフトウェア
<https://www.gom.com/3d-software/gom-correlate.html>

機械的試験中に自動連続イメージングを実行し、EDS 解析と組み合わせる

金属と合金の機械的特性、および介在物が破壊の開始と移動にどのように影響するかを理解できます。機械的試験中に介在物の自動連続 SEM イメージングとエネルギー分散型 X 線分光法 (EDS) マッピングを行い、亀裂挙動を包括的に観察することが可能です。イメージングと解析を組み合わせることで、形状、サイズ、量、間隔、分布、方向、および界面強度などの介在物パラメータによって影響を受ける機械的特性を評価できます。

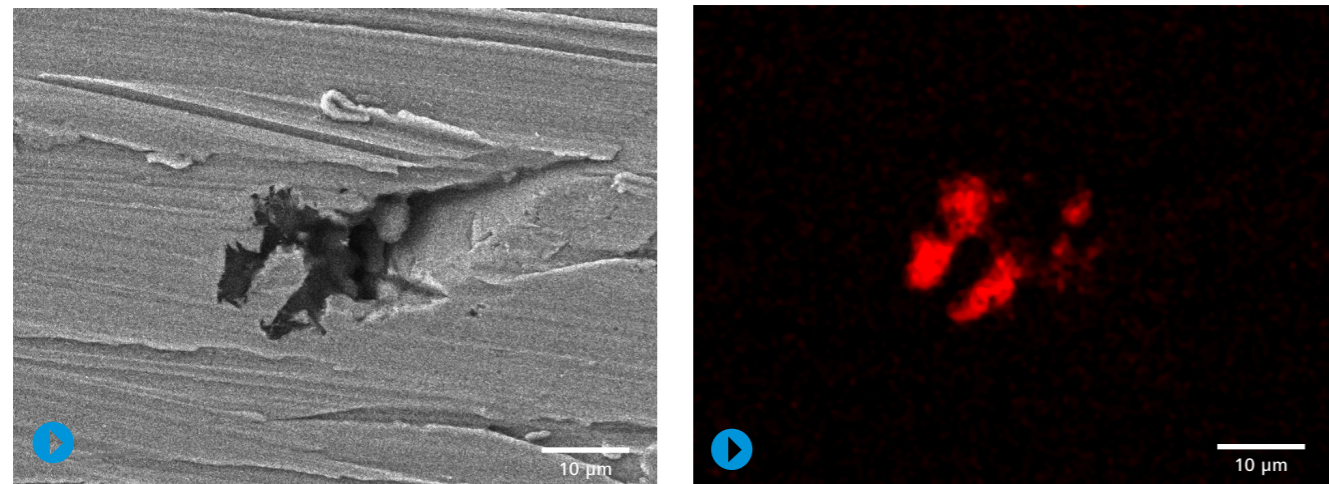


図 4: 20kV、500pA のビーム電流でイメージングした真鍮試料の *in situ* 引張実験の連続イメージングおよび解析 (左: 二次電子画像、右: EDS マップ)。変形ステップごとに試料をイメージングし、対応する EDS マップを自動的に取得。このマップは、亀裂が発生した介在物上の Si の元素分布を示しています。

解析による画像処理の補完 - 高温時での引張試験中の EBSD マッピング

試料の特性を総合的に評価したい場合には、基本的なイメージングだけでは不十分です。EBSD 解析と *in situ* 引張試験を組み合わせることで、高温での機械的荷重時に発生する結晶粒の方位差や欠陥などを観察できます。自動化された *in situ* 実験の応力 - ひずみ曲線を導出し、*in situ* 加熱ステージを用いる場合に一連の EBSD マッピングを実施することが可能です。

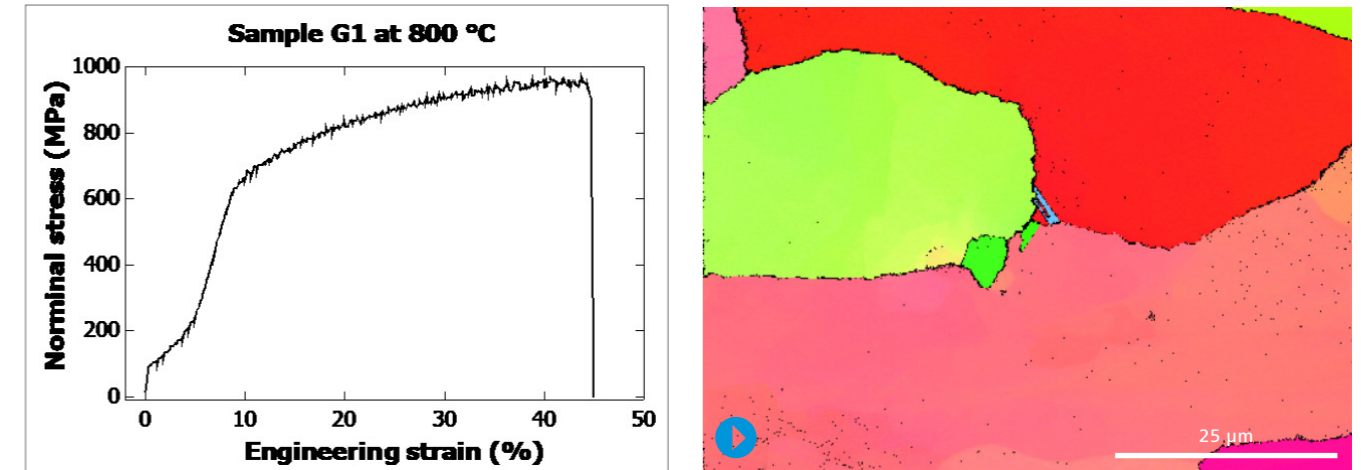


図 5: 高温対応部品用の強化型鍛造超合金 Haynes 282 の試料を用いた *in situ* 引張試験と EBSD 解析により、結晶粒の方位差と欠陥が認められます。左: 応力 - ひずみ曲線。 *in situ* 加熱ステージを使用した例として、関心領域の 1 つに対する一連の EBSD マップが示されています。すべり線がはっきりと確認できます。中央の小さな緑の粒 (EBSD) の近くに空洞ができています。

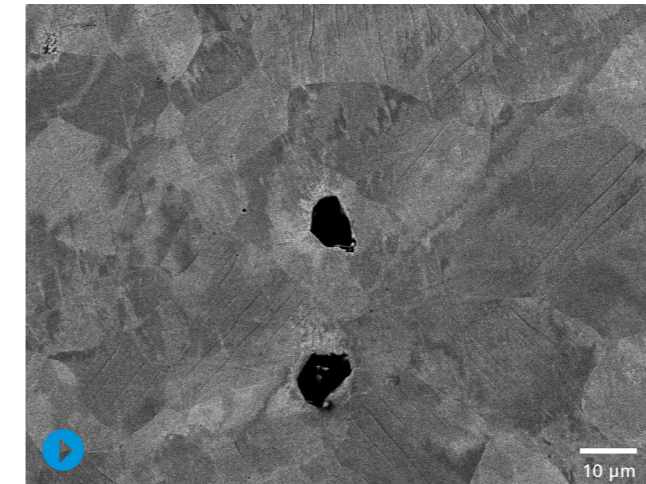


図 6: 冷却機能付きシンチレータ BSD 検出器を使用して、*in situ* 引張荷重下でイメージングした 600 °C の鋼試料。画像は非常に高いチャネリングコントラストを示し、ビデオで示されているように、*in situ* 引張試験中のすべり線の形成を捉えています。

優れたチャネリングコントラストの実現

加熱実験では、優れたチャネリングコントラストを実現する高温対応 BSD 検出器を利用して、試料からさらに多くの情報を得ることができます。 *in situ* 引張試験でステンレス鋼試料を観察する場合、BSD 画像は、すべり線の形成を捉えることができるチャネリングコントラストを示します。冷却機能を備えたカスタマイズされた高温対応 BSD 検出器により、長時間に及ぶ観察が可能です。

ZEISS FE-SEM 用 *in situ* ラボ

マルチモーダル *in situ* 実験のための統合ソリューション

図 7: 引張ステージ。EBSD 解析のために試料が 70° に傾けられ、高温試験のためにヒーターが試料の下に取り付けられています。

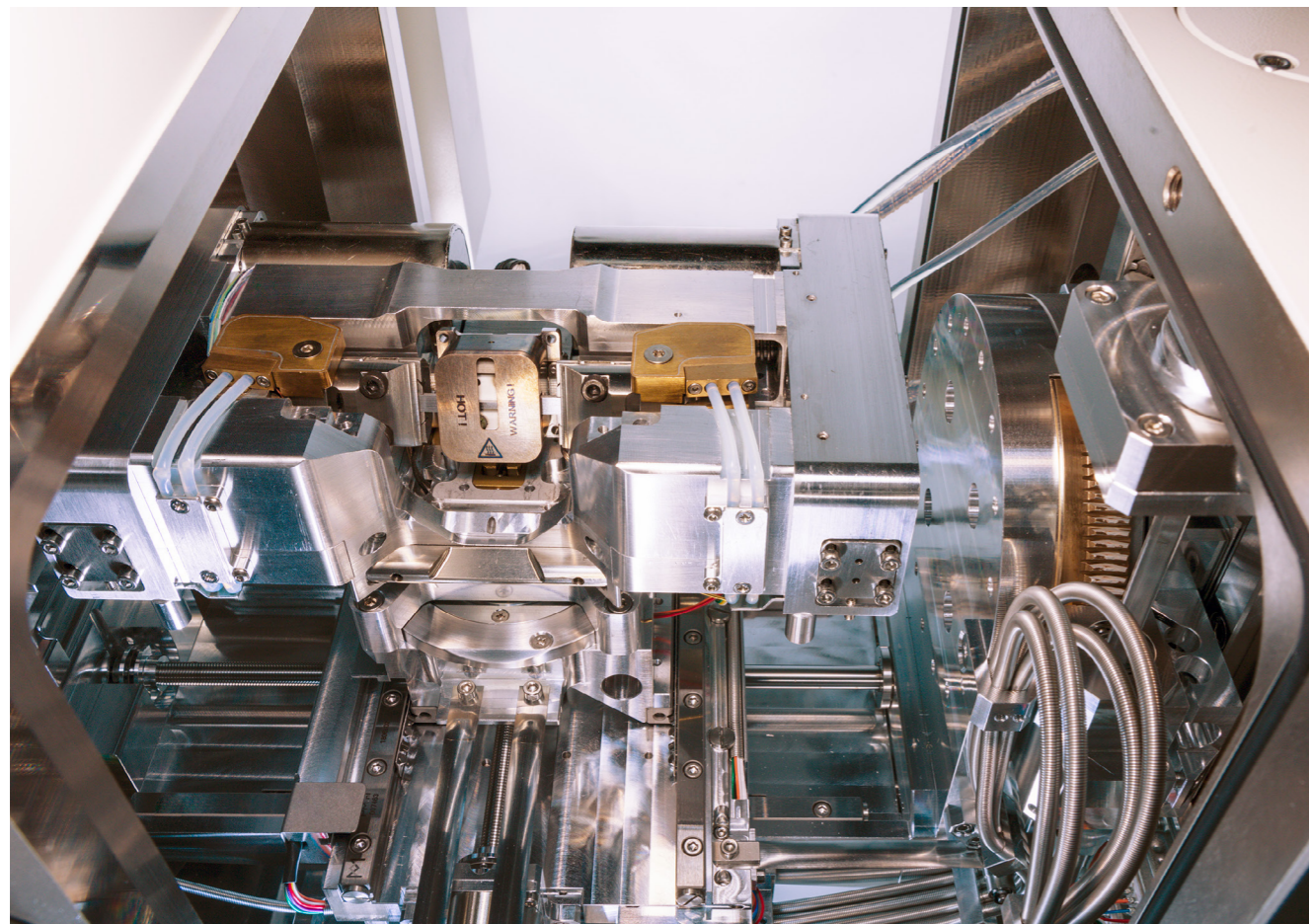
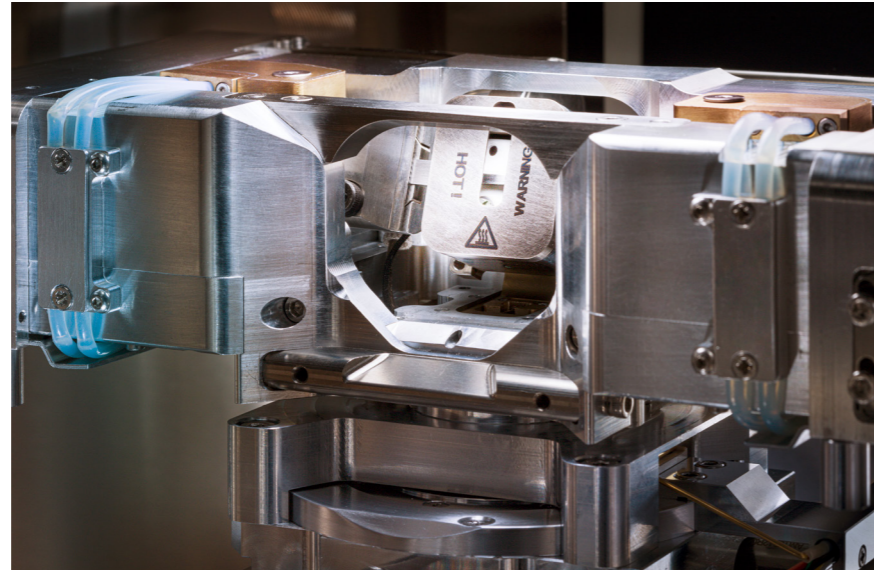


図 8: SEM ステージに取り付けられた引張ステージ。

テクニカルデータ

ZEISS FE-SEM 用 *in situ* ラボ

ZEISS FE-SEM 用 *in situ* ラボは以下を提供します:

基本仕様	試験ステージとソフトウェア
ステージ	最大 5kN の機械的引張 / 圧縮、ダブルモーター設計
ロードセル	温度補償機能付き、交換可能 200N (分解能: 0.02N)、1kN (分解能: 0.1N)、5kN (分解能: 1N)
ヒーターモジュール (オプション)	取り外し可能で、室温から最高 800°C (ヒーター上) まで、0.1°C の分解能で調整可能
引張・圧縮速度	0.55 ~ 30 μm/ 秒
サンプル傾斜	イメージング、EDS: 0° EBSD マッピング: 70°
フラットイメージングの作動距離	最小 10mm
ソフトウェア	引張・加熱実験の自動化 自動特徴追跡 設定可能な結果グラフ 試料交換ウィザード 任意のイメージングまたは解析パラメータを持つ複数の関心領域 (ROI) GOM ソフトを使ったデジタル画像相関
デジタル画像相関の推奨ソフトウェア	GOM 相関ツール
高温対応 BSD 検出器 (オプション)	長時間の実験に適した冷却機能付き高温対応 BSD 検出器 (ヒーター温度 800°C まで対応)
* 互換性	ZEISS FE-SEM の GeminiSEM 360、GeminiSEM 460、ユーセントリックステージ搭載 Sigma 560 のオプションとしてご用意しています。 最も要求の厳しいアプリケーションには GeminiSEM 460 をお勧めします。Gemini 2 のデザインをベースにした GeminiSEM 460 は、非常に高い電流密度を調整することができ、低加速電圧でも解析能力を拡張できます。Sigma 560 と GeminiSEM 360 は、Gemini 1 の光学系をベースにしたイメージングと解析機能を組み合わせています。 詳細は、お客様の地域のセールス担当者にお問い合わせください。

Carl Zeiss Microscopy GmbH
07745 Jena, Germany
microscopy@zeiss.com
www.zeiss.com/fesem-insitu

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