

SEMチャンバー内のNordlys EBSD検出器。提供:
Oxford Instruments plc.

試料作製の難しさ

SEM使用に特有な課題:

試料のサイズはさまざまで、SEMチャンバーの容量により制限されます。一般的に、サイズは2 x 1 x 0.5 - 1.2 cm (幅x奥行きx高さ)を超えてはなりません。

電氣的接触が最適ではない。

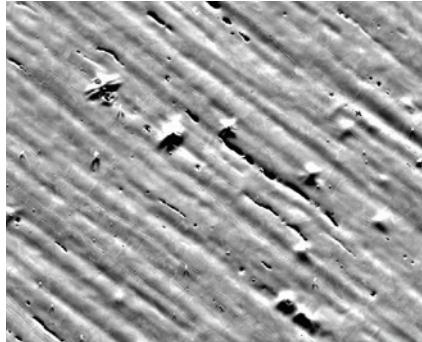
埋込みの帯電

金属組織学試料作製工程に特有な課題:

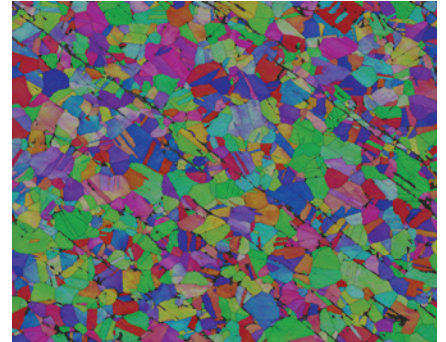
試料表面の変形と過度の浮彫

検査前のクリーニング クリーニングが不十分だと、高品質のEBSDマップを得られません。

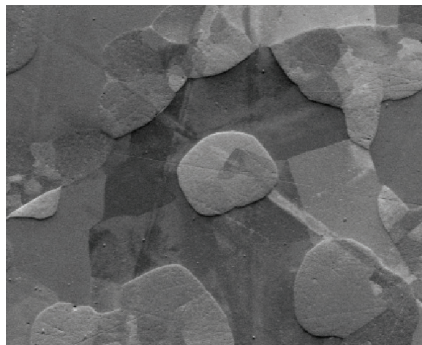
傷や環境から作製試料の保護



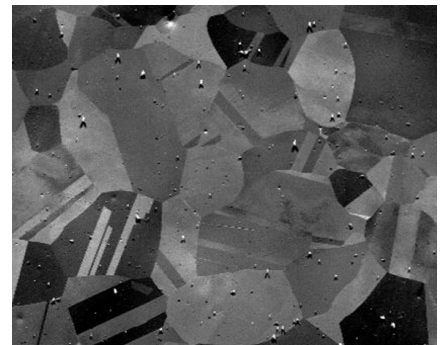
ステンレス鋼(X 5 CrNi 18-10)の深い傷。SEM、元の倍率 300x。



電解研磨前の不十分な研磨のEBSDマップ、IP F⁵着色表示 (逆極図マップコンポーネント)。黒線は、試料の表面上の変形の残りで。元の倍率300x。



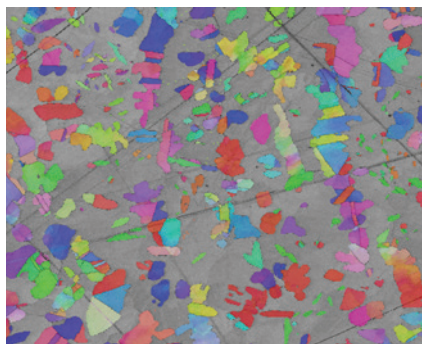
二相ステンレス鋼の傷と過度の変形。SEM、元の倍率1000x。



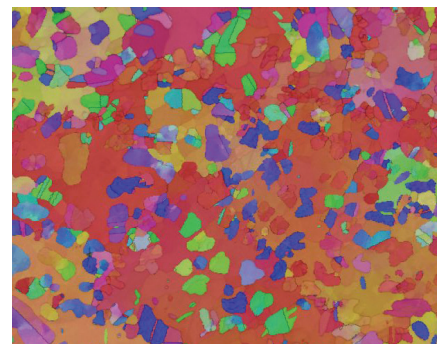
白い斑点は、作製試料表面上のシミ。これらの領域では高品質のEBSDマップは不可能。SEM、元の倍率1000x。

解決策

- 構造的損傷の発生を最小限に抑える適切な切断ホイールの選択。
- 適切な埋込またはクランプ手順の確認。
- 適切な機械研磨工程の採用。(弾性の低い作業面と短い琢磨時間を使用)
- 電解研磨の使用。
- 研磨面の徹底的な洗浄と保護。

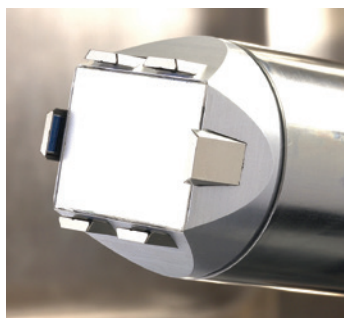


琢磨が不十分な二相ステンレス鋼のEBSDマップ、IP F着色。元の倍率 500x。



同じ二相ステンレス鋼のEBSDマップ、適切に作製されたもの、IP F着色。元の倍率 500x。

EBSDの動作原理の説明



Nordlys EBSD検出器のノーズ(蛍光面)。提供：Oxford Instruments plc.

EBSD - 電子線後方散乱回折は、結晶方位を測定するためのSEMに基づいた技術であり、あらゆる結晶材料に適用できます(理論上)。EBSDは、サブミクロンの分解能で絶対的な結晶方位を提供し、相間の識別にも有用なツールです。

EBSDは、高度に研磨された試料を入射電子ビームに対して高い角度(通常 70°)で傾けることで動作します。中程度から高度の電子ビーム加速電圧(10 ~ 30 kV)と1 ~ 15 nAの入射ビーム電流を使用して、試料表面の入射ビーム点で試料の結晶格子によって電子ビームを回折します。電子線後方散乱回折パターン(EBSP)は、この点からすべての方向に球状に発生します。

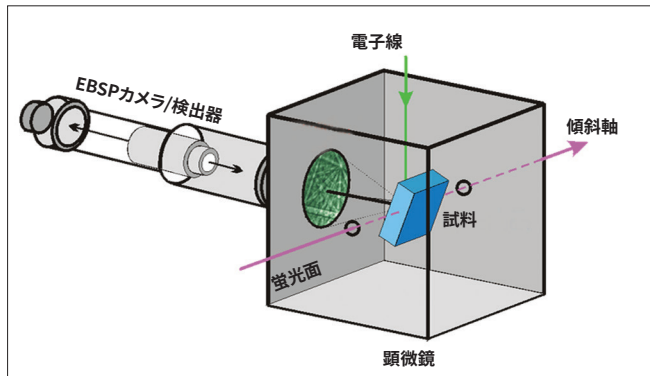
EBSP検出器は、この回折パターンの一部と交差します。検出器は、真空対応の格納式本体に格納されたデジタルカメラです。カメラのCCDチップは、球面回折パターンと交差する蛍光面によって照らされます。蛍光体は回折電子をCCDが記録するのに適した光に変換します。EBSPはビーム下の特定の結晶の格子パラメータと空間におけるその方位によって分析され、特有の形で定義されます。結晶の同一性及び方位を、最良の適合が見つかるまでEBSPと一致させます。その後、パターンは指数付けと見なされます。

パターン分析の速度が上がるにつれ、試料上の複数の点でビームをスキャンし、方位マップを作成することが実用的になりました。これは、EBSDを使用した微細構造検査の最も一般的な方法です。

EBSD設定時の実用的な推奨事項:

EBSDデータの取得時に発生する問題の多くは、EBSPの生成が困難なために起こります。試料の状態(前処理不良、激しい変形など)などによっては、これらの問題が避けられない場合があります。EBSP検出器と画像補正を慎重に設定することで、結果が改善されることがあります。SEMチャンバーとステージのサイズと形状は多くの場合制限されていますが、検出器の位置に対する試料の小さな変化はEBSPの大幅な改善をもたらします。

- 蛍光面を可能な限り試料に近づけながら、安全で快適な制限を維持することにより、信号が強くなり、キャプチャ角度が大きくなります。



EBSDの一般設定の概略図。提供：Oxford Instruments plc.

- 生(未処理)のEBSPの最強信号が蛍光面の中心に来るように作動距離を調整します。

通常のEBSD動作条件は、15 -30 kV加速電圧と1 -15 nAプローブ電流です。しかし多くの場合、EBSPはこれらのビーム条件を変更することで改善できます。一般的に、プローブ電流を増加させると信号が強くなり、EBSPが向上します。

- 変形が激しい、または非常に微細な粒子の試料の場合、表面のビーム点のサイズを小さくする、つまりプローブ電流を低減することでパターンが改善される可能性があります。
- 被覆試料で作業する場合、被覆を貫通させるために、時には加速電圧を25 -30 kVに増加すると役立ちます。

前方散乱システムまたは方位コントラスト画像:

Oxford Instrument Forescatter Detector (FSD) システムは、幅広い素材から方位コントラスト画像を生成するように設計されています。EBSD蛍光面の周りに配置された複数のシリコンダイオードを使用して、微細構造画像を生成します。一部の材料では、トップダイオードは原子番号コントラスト信号も生成します。このアプリケーションノートのSEM画像はすべて前方散乱システムを使用して取得されています。

蛍光面

Nordlys検出器の蛍光面の形状は、カメラのCCDチップの形状と完全に一致しています。これは、蛍光面に画像化された回折パターン全体がチャンネル指数付けソフトウェアで使用されることを意味します。これによりEBSDデータの信頼性と精度の両方が向上します。

埋込の帯電

SEMでの検査中は、試料が接地されない限り電荷が蓄積する傾向があります。これは、ポリファストのようなSEMに適した導電性の埋込樹脂を使用して回避できます。他の埋込み材料に埋込みされた試料の場合、スパッタ装置または導電性塗料またはテープを使用して金または炭素で表面を被膜することで、試料からスタブ/ホルダーまでの導電性トレースが作製されます。

試料の固定

試料が動かないように銀セメントなどを使用して試料がスタブ/ホルダーに適切に固定されていることを確認する必要があります。

EBSDを使用して検査する鉄系金属試料のサイズ、形状、物理的特性には幅広いバリエーションがあり、機械および/または機械/電解など、異なる試料作製工程が必要な場合があります。

したがって、作製の前に、その工程をどのように実行するかを決定することが重要です。

試料を切断する必要がありますか？ 試料は対象領域で正しい向きで切断し、適切な切断ホイールを選択する必要があります。試料を埋め込む必要がありますか？ 適切な埋込みは取り扱いと機械的な試料作製

試料作製の難しさ



図1: 汎用切断機セコト
ム-50

工程を容易にします。一方、埋込みされていない試料は電解研磨をより簡単に実施できます。

その後、変形をほぼゼロに抑え、浮彫を最小限に抑えるために、適切な機械または機械/電解を使用する試料作製方法を選択する必要があります。機械による試料作製は通常、満足のいくものですが、時間がかかります。短時間の機械工程に続く電解研磨は、迅速な結果と高いコントラストを提供し、均質な材料に非常に役立ちます。さらに、最高品質のEBSDマップを作成するには、作製された表面を完全に洗浄し、分析が開始されるまで十分に保護することが重要です。

試料作製に関する推奨事項

切断

多くの場合、試料のサイズは、使用中のSEMの真空チャンバに適したサイズに縮小する必要があります。最も一般的に使用される試料サイズは2 x 1 x 0.5 - 1.2 cm (幅x奥行x高さ)です。

構成要素全体にわたる微細構造は、同一ではないことがあります。したがって、事前に切断の最適な位置を決定すると同時に、圧延方向や圧延面の横方向など試料の向きが維持されていることを確認することが重要です。

深い変形レベルや熱損傷(セコトム-50(図1)など)を防止するため、湿式砥粒切断機を推奨します。適切な切断パラメータ(主なパラメータは切断ホイール)を選択する必要があります。鉄系金属の硬度に合わせて選択したAl₂O₃切断ホイールは、切断面作成に適しています。これは通常、中程度に硬質から軟質の切断ホイールです。炭化物を大量に含む鉄系金属には、CBN切断ホイールを使用してください。

切断後、切断した試料を水、エタノールですすぎ、乾燥させて腐食を防ぎます。

埋込み

機械的試料作製時の取り扱いを容易にするために埋込みが必要な場合、SEM(帯電なし)に適した導電性樹脂、例えば、黒鉛粉末を含有する熱間埋込み樹脂のポリファストを選択します。埋込樹脂を試料材料にしっかりと付着させるためには、試料をアルコールで脱脂し、ブロードライヤーで完全かつ慎重に乾燥させることが重要

です。最終的な埋込みは、自動研磨・琢磨装置でできるように十分に高くする必要がありますが、同時にSEMチャンバに収まる高さにする必要があります。推奨サイズは、直径25 mmまたは30 mm、高さは5 - 12 mmです。

実用的なヒント:

- 埋込みに関する通常の推奨(埋込み亀裂のリスク)と反対に、SEMチャンバ内の試料と電子ビームの距離を最小限に抑えるために、埋込みの縁付近に試料を配置する必要があります。

- 5 ~ 12 mmを超える試料を作製した後で、金属組織試料作製後に切断できます。切断作業中は、試料表面を保護してください(図2)。

- 埋込みされた試料が機械自動研磨装置に対して十分な高さがいない場合、後で簡単に取り外すことができる二重接着テープを使用してダミー試料を背面に接着できます(図3)。

- EBSDで非導電性埋込みを作製して検査する必要がある場合は、導電性接着テープ、より好ましくは導電性セメントでカバーするか、スパッタ装置または蒸発器で導電性媒体を被覆する必要があります。次に、露出表面で最良の結果を得るために、試料領域をマスクします。多くの接着金属テープは非導電性接着剤を有するため、継ぎ目にカーボン/導電性銀セメントの使用が必要になるかもしれません。

- ポリファスト内または非導電性埋込み樹脂内に埋込された試料を電解作製する必要がある場合は、試料作製表面と研磨装置の陽極間の良好な電気接続が必要です。

これは、次のようなさまざまな方法で実現できます。

- 埋込みを破壊する。この解決策は作製表面を損傷する可能性があるため、最適ではありません。
- 銀接着剤の使用。銀接着剤の領域で熱が発生するため、この解決策は最適ではありません。
- 試料にアクセスできるように埋込みの一部を切断する。銀接着剤、導電性テープ、

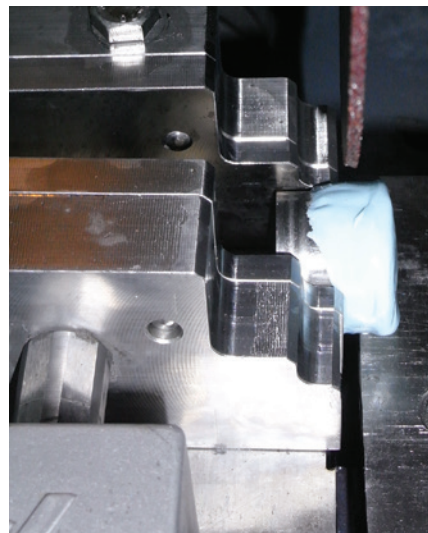


図2: 切断前にレプリフィックスで保護された試料表面。

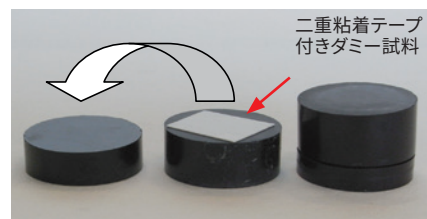
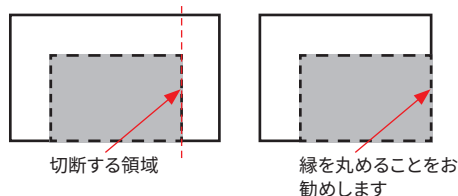


図3: 試料の高さが単独試料用の試料移動板を使用する自動研磨に不十分な場合、二重接着テープでダミー試料を試料の裏面に接着します。

または導電性材料の薄片を使用して、電気接続を確実にします。このような試料は、電解研磨前に自動研磨装置で作製できます。次に、琢磨布が過剰に摩耗しないように、切断した端部を丸めることをお勧めします(上図を参照)。

埋込みされていない試料の取り扱い

直径25 または 30 mm
の円形の埋込みされていない試料は容易に処理できます。高さが不十分な場合は、前述のようにダミー試料を試料に接着で



きます(図3)。
小さく不規則な試料の場合、カスタムホルダー(図4)が非常に便利です。試料はクランプしてホルダーと一緒に作製できます。研磨・琢磨機の加圧脚が最上部から必要な加圧力を加えます(図5)。埋込みされていない試料とそのようなホルダーにクランプされた試料は、鉄金属と直接接している場合に電気接続が最適であるため、電解研磨が容易です。

研磨・琢磨

EBSD分析に使用する鉄系金属の試料作製には機械または機械/電解など、さまざまな試料作製工程を選択できます。鉄系金属は、機械または電解など従来の試料作製手順を使用することで満足のいく結果が得られます。ただし、電解研磨を使用すると、鋼マトリックスのコントラストが向上します。

鉄系金属の切断面からの変形深さは、マイクロメートルの範囲内です。金属の硬さにより、約100 ~ 300 μm の範囲です。研磨

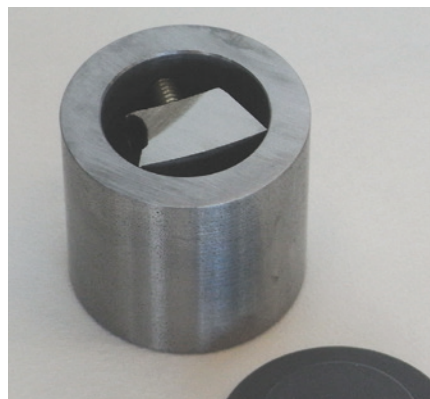


図4: ホルダーに固定された小さく不規則な形状の試料。

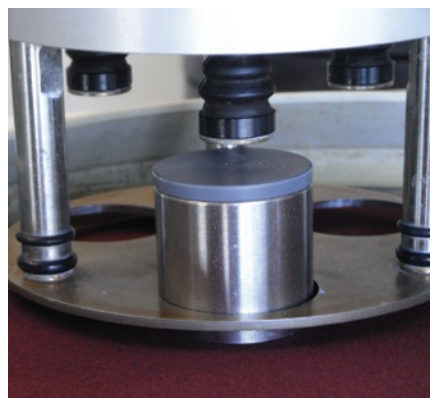
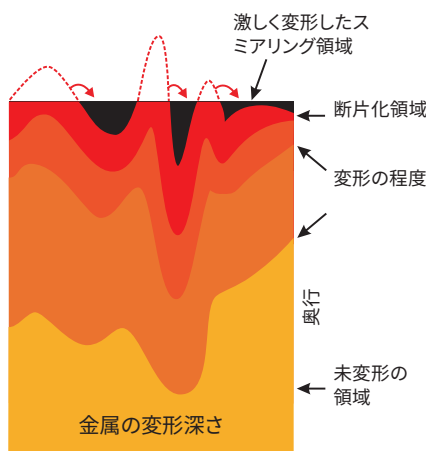


図5: 琢磨工程の試料ホルダー



と琢磨工程で新たな変形を発生させることなく、十分な材料を除去する必要があります。均質な材料に対する最も効率的な試料作製工程は、機械による研磨後に電解研磨を実施することです。

機械研磨

鉄系金属のEBSD分析では、試料の硬さに関わらず、面出し研磨にSiCフォイル/研磨紙を使用することが推奨されます。さらに、SiCフォイル/研磨紙の非常に粗い粒度と高い加圧力は深い変形を引き起こすため、避ける必要があります。原則として、試料の面積に対して、最も細かい砥粒径を面出し研磨に使用します。精研磨は、最高の平坦度を目指して剛体円板上でダイヤモンドを使用して実施され、その後、中程度に柔らかい布上で低い加圧力で徹底的なダイヤモンド琢磨が行われます。

最終研磨にはコロイドシリカ(OP-S/OP-U)またはアルミナ(OP-A)を使用します。最終研磨の工程時間は満足のいく結果が得られるまで、延長する必要があります。精研磨によって取り除かれない最初の粗研磨による変形は、痕跡を残し、最終研磨でも取り除くことはできません。

この論文に記載されているさまざまな鉄系金属はすべて、機械研磨または電解研磨の後にEBSDを使用して検査されました。

C 45鋼
ステンレス鋼 (X5CrNi18-10)
工具鋼(9CrWMn)
ノジュラー 鋳鉄 (GGG60)
二相ステンレス鋼

通常、微細構造検査用に作製された鉄系金属は、光学顕微鏡で観察するために構造のコントラストが必要です。このコントラ

ストは主に、化学エッチングを使用して試料の異なる構造要素間に浮彫を作成することにより、または異なる厚さの表面層を形成することにより得られます。EBSD分析にエッチングも使用されることがありますが、結果として生じるコントラストが高すぎてシャドーイングに問題を引き起こし、酸化物層が回折を完全に抑制することがあります。したがって、これらのコントラスト技術は鉄金属のEBSD分析には必要ありません。

通常、EBSD分析に使用できる材料は小さく、ごくわずかです。したがって、図6に示すように、小型から中型の自動試料作製システムで十分です。
本アプリケーションノートで説明されている機械研磨方法は、200mmの研磨・琢磨円板を使用して自動研磨機で作製する直径30 mmの単独の試料用です。

図6: 中型自動研磨・琢磨システム テグラミン-25



作業工程		PG	FG	DP 1		DP 2	OP
作業面		研磨フォイル/ 研磨紙 320	MD-ラルゴ	MD-Dur		MD-Nap	MD-Chem
研磨 剤	種類	SiC	ダイヤモンド	ダイヤモンド		ダイヤモンド	コロイダルシリカ
	サイズ	#320	9 μm。	3 μm		1 μm	0.25μm
懸濁液/ループリカント		水	ダイヤプロ アレグロ/ラルゴ9	ダイヤプロ Dur 3		ダイヤプロ Nap B 1	OP-Sノンドライ懸濁液
rpm		300	150	150		150	150
加圧力[N]/ 試料		30	30	30	15	10	10
時間(分)		1	5-10	5	5	5	1-5

鉄系金属に対する基本的な機械研磨方法

この試料作製条件は、EBSD分析のための鉄系金属の機械作製の基礎となります。

フェライトとセメンタイトで構成される鋼

この全工程は、さまざまな比率のフェライトとセメンタイトで構成される鋼に適しています。図7～10は中炭素鋼(C45 鋼)で得られた結果です。

注：

- ダイヤプロの代替として、多結晶タイプのダイヤモンド懸濁液P、9 μm、3 μm および 1 μmと青色のループリカントを併用できます。
- DP1は異なる加圧力で2回実行します。



図7: 3%ナイトルでエッチングされたC45鋼。白色の相はフェライトで、残りはパーライトです。光学顕微鏡 明視野(BF)、元の倍率200 x。

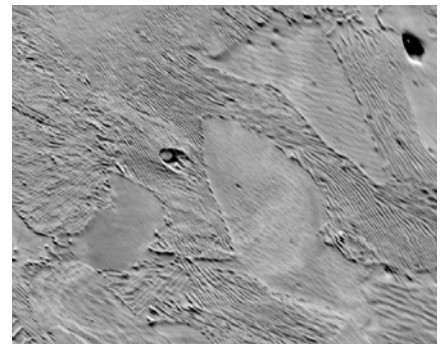


図8: C45鋼の前方散乱回折画像。SEM、元の倍率2000x。

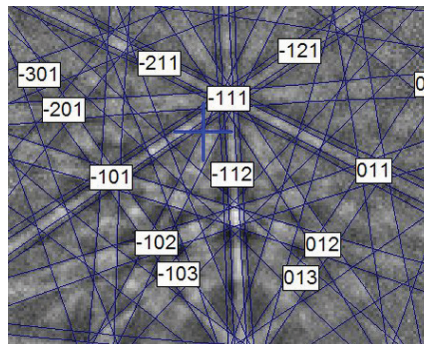


図9: C45鋼のフェライト体心立方(bcc)のEBSP、指数付き。

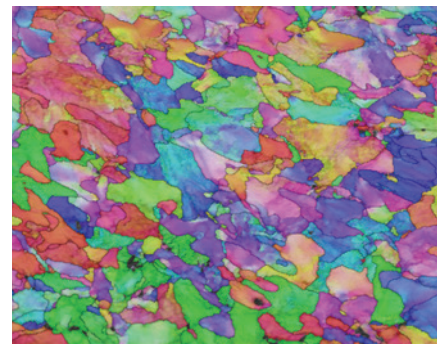


図10: IPF着色を使用したC45中炭素鋼のEBSDマップ。結晶粒径および結晶粒方位の検査用。元の倍率 500x。

図16: 研磨済み試料をデシケーターでの保管

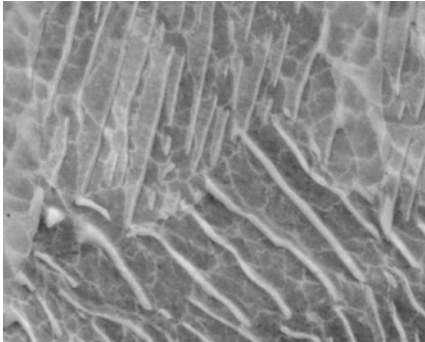


図11: C 45鋼内のパーライト (フェライトとセメンタイト)、SEM、元の倍率20,000x。

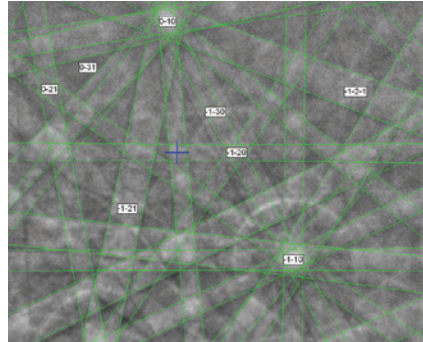


図12: C45鋼内のセメンタイト(Fe_3C)のEBSP、指数付き。

パーライトの成分 (フェライトとセメンタイト) は、20,000xなどのはるかに高い倍率を使用してEBSDで視覚化することもできます。図11および12を参照。

高合金鋼

1 μm の研磨工程を除く基本的な機械研磨は、オーステナイト系構造のみを持つ高合金鋼の試料作製にも適しています。

ステンレス鋼 X 5 CrNi18 -10 (図13 -15) から得られた結果、またはフェライト構造とオーステナイト構造の組み合わせで得られた結果を参照してください。二相ステンレス鋼 (図25 -30) から得られた結果を参照してください。

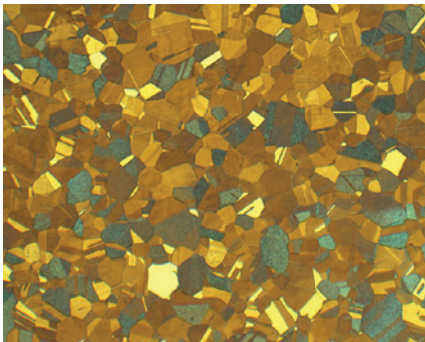


図13: Beraha II でカラーエッチングされたステンレス鋼におけるオーステナイト X 5 CrNi18 -10。光学顕微鏡。BF、元の倍率200x。

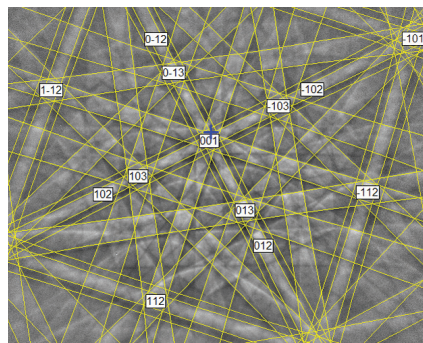


図14: X 5 CrNi18 -10 におけるオーステナイト (fcc) のEBSP、指数化済み。

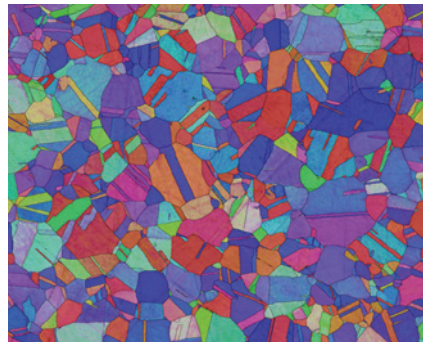


図15: ステンレス鋼 X 5 CrNi18 -10 のEBSDマップ (IPF着色)。結晶粒径および結晶粒方位の検査用。元の倍率 200x。

クリーニング

最適な試料作製結果を得るには、適切なクリーニング方法が不可欠です。個々の研磨工程間でのクリーニングは、前の研磨工程で発生した大きな砥粒による不要な二次汚染から研磨表面を保護します。

SiC 研磨紙での面出し研磨工程後、個々の試料と試料移動板を水で洗い流し、きれいな圧縮空気で乾燥させます。

精研磨とダイヤモンド琢磨の工程では、ダイヤモンドが研磨/琢磨面に追加され、個々の試料と試料移動板に研磨された材料の黒い沈着物が残ります。クリーニングの際は、個々の試料に中性洗剤をスプレーし、最初に多量の水で、次にエタノールですすぎ、清潔な圧縮空気で乾燥させます。

コロイドシリカまたはアルミナでの最終琢磨後、琢磨布に水を10 ~ 20秒間流し、試料と布をすすぎます。

その後、直ちに試料を洗剤で洗浄し、研磨面を親指で丁寧にこすり、水で完全に洗い流し、エタノールをスプレーしてから、強力な温風で乾燥させます。試料移動板は、試料作製手順ごとに装置から取り外してクリーニングします。

試料は絶対に表面に水が残っている状態で放置しないでください。特に、最後の研磨手順の後には絶対に放置しないでください。シミ、変色、腐食の原因になり、以下の分析の品質に影響を与える可能性があります。

研磨直後にEBSD検査を実施できない場合は、表面 (表面のほこりや汚れ、引っかけ傷、酸化物層の形成、水分) の変化を防ぐために作製された表面を保護する必要があります。これは、アセトンで除去可能な保護層 (ストルアスの保護ラッカー) をスプレーするか、または作製した試料をデシケーターで保管することを実施します。(図16)

その他の鉄系金属

前述の基本的な研磨条件の最初の3つの作製工程は、すべての鉄系金属で同一です。精研磨ステップで多少の変更を行うと、特定用途のEBSDマッピングの品質を向上します。

硬化鋼

マルテンサイトの歪んだ格子は、良好な品質のEBSDを得ることを困難にします。長いダイヤモンド精琢磨プロセスを用いることで、さまざまな量のマルテンサイトを含む硬化した普通炭素鋼と低合金鋼に優れた結果が得られます。最低限の浮彫で適切な最終結果を得るためには、最終仕上げにアルミナ(OP-A)を使用することをお勧めします。図17-20は工具鋼(9CrWMn)で得られた結果です。

硬化鋼								
作業工程		PG	FG	DP 1		DP 2	DP 3	OP
作業面		研磨フォイル/ 研磨紙	MD-ラルゴ	MD-Dur		MD-Nap	MD-Nap	MD-Chem
研磨 剤	種類	SiC	ダイヤモンド	ダイヤモンド		ダイヤモンド	ダイヤモンド	アルミナ
	サイズ	#320	9 μm。	3 μm		1 μm	¼ μm	
懸濁液/ルー プリカント		水	ダイヤプロ アレ グロ/ラルゴ9	ダイヤプロ Dur 3		ダイヤプロ Nap B 1	ダイヤプロ Nap ¼	OP-A
rpm		300	150	150		150	150	150
加圧力[N]/ 試料		30	30	30	15	10	10	10
時間(分)		1	5-10	5	5	5	5	5

注記： - ダイヤプロの代替として、多結晶タイプのダイヤモンド懸濁液P、9 μm、3 μm、1 μmと青色のループリカントを併用できます。
- DP 1は異なる荷重で2回、5分間実行します。

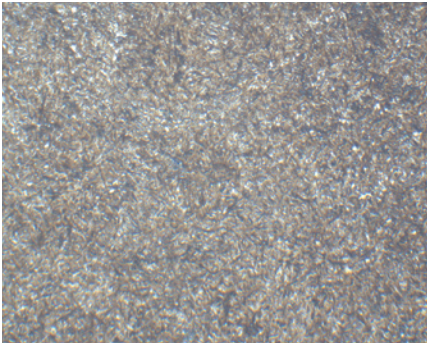


図17: 3%ナイトルでエッチングされた工具鋼(9 Cr-WMn)内のマルテンサイト。光学顕微鏡 BF、元の倍率 500x。

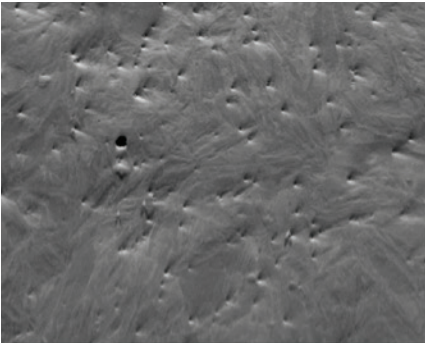


図18: 工具鋼 (9CrWMn) 内のマルテンサイトの前方散乱回折像 SEM、元の倍率 1500x。

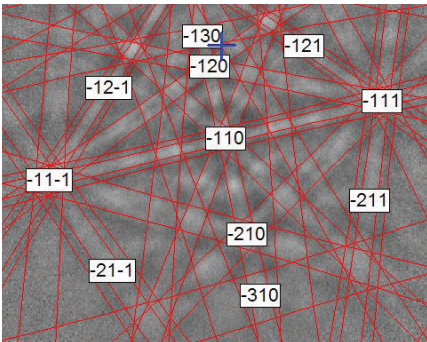


図19: 工具鋼(9CrWMn)内のマルテンサイト(bcc)のEBSP、指数付き。

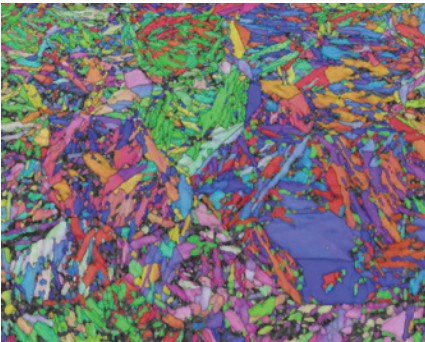


図20: 工具鋼の金属結晶構造検査用EBSDマップ(9 CrWMn)。IPF着色。元の倍率 1500x。

状の軟質黒鉛を本当の形状とサイズで保持することです。したがって、黒鉛の最適な平坦度を確保するために、弾性の低い研磨布MD-DurとOP-Uノンドライ懸濁液を使用して最終仕上げを行います(この工程は介在物と炭化物を含む鋼の試料作製にも役立ちます)。図21~24は結節状/球状の黒鉛鑄鉄GGG60について得られた結果です。

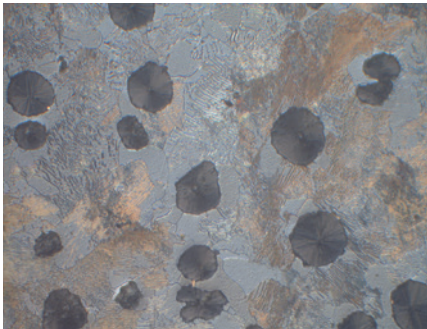


図21: ノジュール鑄鉄、3%ナイトルでエッチングされたGGG60。フェライトは薄い灰色、球状黒鉛は非常に暗い灰色、残りはパーライト(濃い灰色/茶色)。光学顕微鏡、DIC、元の倍率500 x。

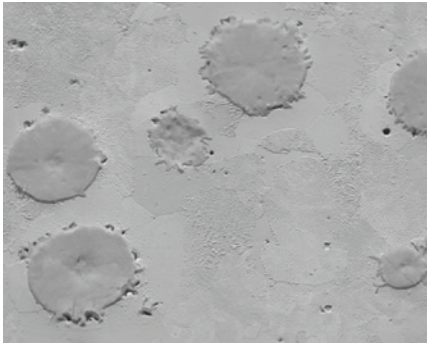


図22: ノジュール鑄鉄の前方散乱回折像、GGG 60。保持された球状黒鉛。SEM、元の倍率750x。

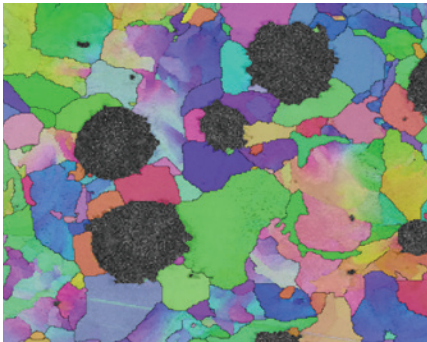
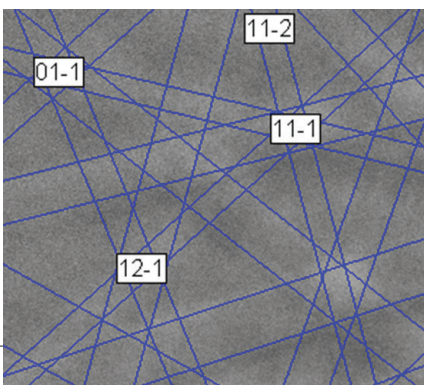


図23: 鑄鉄GGG60のEBSDマップ(IPF着色)。結晶粒径および結晶粒方位の検査用。元の倍率 750x。

ねずみ鋳鉄							
作業工程		PG	FG	DP 1		DP 2	OP
作業面		研磨フォイル/ 研磨紙	MD-ラルゴ	MD-Dur		MD-Nap	MD-Chem
研磨 剤	種類	SiC	ダイヤモンド	ダイヤモンド		ダイヤモンド	コロイダルシリカ
	サイズ	#320	9 μm。	3 μm		1 μm	0.25μm
懸濁液/ルーブリカント		水	ダイヤプロ アレグロ/ ラルゴ9	ダイヤプロ Dur 3		ダイヤプロNap B 1	OP-U ノンドライ懸濁液
rpm		300	150	150		150	150
加圧力[N]/ 試料		30	30	30	15	10	10
時間(分)		1	5-10	5	5	5	1-2

この試料作製工程により、試料マトリックスのEBSD検査が可能になり、過度の浮彫がない良好に保持された黒鉛が示されます。ただし、黒鉛の性質のために、長い最終仕上げの後でも、EBSDにノジュールの自動実行を設定させることはできません。黒鉛のEBSPは低品質です。それにもかかわらず、図24は、黒鉛の指数化が可能であることを示しています。



注記：
- ダイヤプロの代替として、多結晶タイプのダイヤモンド懸濁液P、9 μm、3 μm および 1 μmと青色のループリカントを併用できます。
- DP1は異なる荷重で2回、5分間実行します。

図24: 鋳鉄GGG60内の黒鉛の六方最密充填構造(hcp)のEBSP、指数付き。

電解研磨

電解研磨は高速(数秒)で機械的変形を残さないため、優れた代替試研磨技術として、機械研磨の代わりに鉄系金属に使用されることがあります。

電解研磨では、電解セル内で試料表面の材料を除去します(陽極溶解)。試料は陽極です。

電解研磨では、試料の構造を比較的均質にする必要があります。いくつかの異なる相を有する鉄金属(すなわち、異なる電気化学ポテンシャル)の場合、相のうちの1つは、別の相と比較して優先的に研磨されるため、この相の過度の浮彫又は損傷をもたらすことがあります。

自動研磨装置レクトロポール-5は、特定の金属の電解処理に関連するほとんどのパラメータを制御できます。ソフトウェアは、電圧、研磨面積のサイズ、電解液、電解液の温度、流量、処理時間などのパラメータの記録を保持します。電解研磨の前には、研磨する表面の前処理が必要です。試料はまず、SiCフォイル/研磨紙(例: # 320、# 500、# 1000)の各研磨紙で1分間研磨されます。基本的な研磨

条件に沿って試料を3 μ m単位で機械的に研磨すると、浮彫が少なくなり、平坦度が向上します。

ほとんどの鋼に対する電解研磨による試料作製

高品質のEBSDパターンは、表1に示すデータを使用して普通炭素鋼と低合金鋼を電解研磨することで得られます。

また、このプロセスを使用して、介在物または炭化物を含むねずみ鋳鉄および鋼のマトリックスを明らかにすることもできます。これらの異なる電気化学ポテンシャルにより、これらの構成要素は研磨されずに洗い流され、それらが占める場所は拡大したように見えます。

しかしながら、マルテンサイトのEBSD分析には、電解研磨は適していません。研磨時に構造物が電解液でエッチングされることは避けられません。結果として得られるコントラストは、あまりにも顕著であり、陰

影のため良好なEBSD パターンを得ることができません。

高合金鋼の電解研磨による試料作製方法

高品質のEBSDパターンは、表2に示すデータを使用して高合金鋼を電解研磨することで得ることができます。

電解研磨と比較した機械研磨

試料の表面は、同じ材料を電解または機械で作製した後にSEMにおいて大きく異なるように見えますが、両方の表面仕上げで高品質のEBSDマップが得られます。図

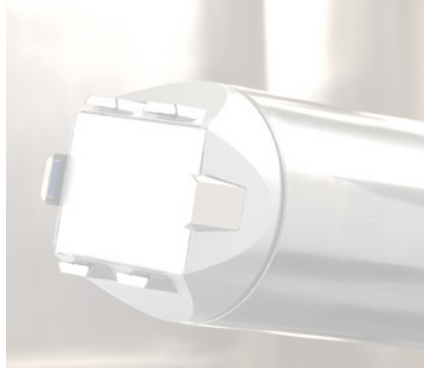
レクトロポール-5、自動電解研磨・エッチング装置。



表1 普通炭素鋼、低合金鋼	
電解液:	A2*
領域:	1 cm2
電圧:	40 V
流量:	14
時間:	12 秒

表2: 高合金鋼	
電解液:	A3*
領域:	1 cm2
電圧:	35 V
流量:	13
時間:	25 秒

*電解液の配合については、ストルアス代理店にお問い合わせください。



26及び27の二相ステンレス鋼試料がその違いを示しています。

ほとんどすべての鋼に適切な機械研磨方法を使用することで、変形がほぼゼロで浮彫りが最小の結果を得ることができます。次に、EBSDを使用して、黒鉛、介在物、炭化

物などの構造要素も分析できます。しかし、これは25～35分の時間のかかるプロセスです。一方、電解研磨は高速で、より高いコントラストを提供し、合計約5分後に試料のマトリックスを示します。

まとめ

EBSD分析を使用して得られるさまざまな情報には、結晶粒サイズの評価、形状、分布、サイズ、境界、変形、方位の分析、相、介在物、炭化物、析出物の特定など、幅広いものがあります。

このアプリケーションノートでは、鉄金属

二相ステンレス鋼

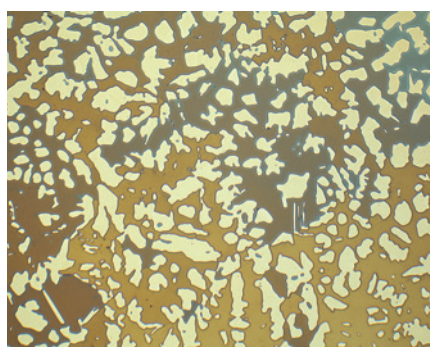


図25: 40%水酸化ナトリウム水溶液で電解エッチングされた二相ステンレス鋼。白色のオーステナイト(fcc)、黄色および青みがかったフェライト(bcc)を示す。光学顕微鏡、BF、元の倍率200x。

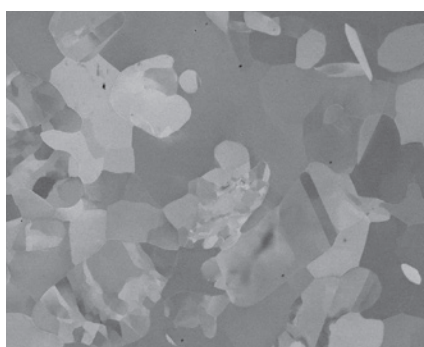


図26: 最高1000 #のSiC研磨紙を使用して研磨され、後に電解研磨された二相ステンレス鋼。SEM、元の倍率800x。

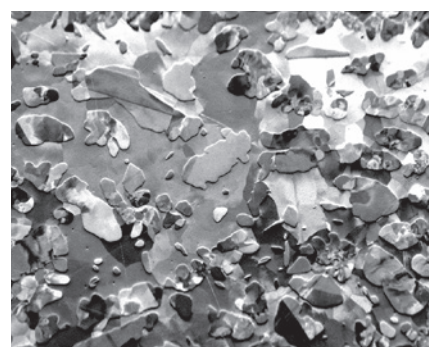


図27: 機械研磨後にOP-S懸濁液を使用した二相ステンレス鋼、元の倍率800x。

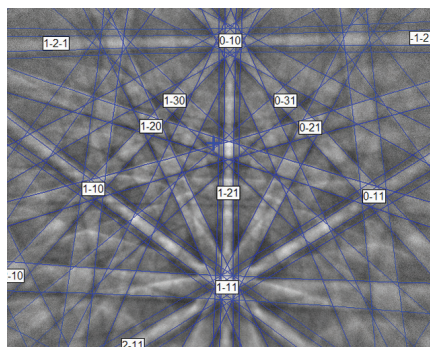


図28: 指数付きEBSP、bcc結晶構造、二相ステンレス鋼内のフェライト。

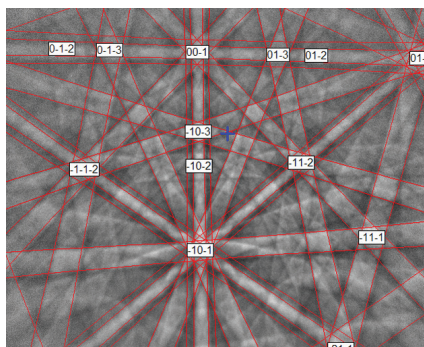


図29: 指数付きEBSP、fcc結晶構造、二相ステンレス鋼内のオーステナイト。

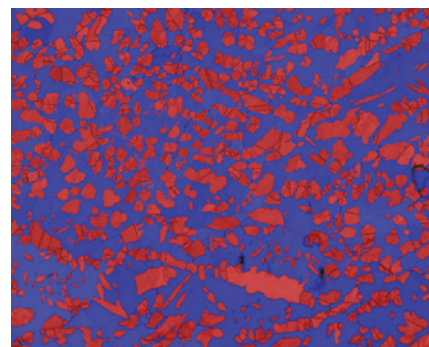


図30: 赤色のfcc相と青色のbcc相を示す二相ステンレス鋼の位相マップ。元の倍率800x。



のEBSD分析のアプリケーション例をいくつか紹介します。EBSD技術の多くは、高合金鋼におけるシグマ相の評価、鋼への介在物評価、鋼における保持されたフェライトおよびオーステナイト測定など、この材料グループの特定の試料分析に適用されます。

EBSD分析の目的が何であれ、試料のサイズはSEMチャンバーの容量によって制限されるため、埋込みまたは一部のクランピング装置を使用して試料を容易に取り扱うためには、特定の作製方法と特定のソリューションで注意深く試料を作製することが必要です。

機械研磨を成功させるために、以下が提案されています。

- 粗い研磨材での面出し研磨を避ける。
- 面出し研磨からのすべての変形を除去するには、ダイヤモンド研磨剤による精研磨と琢磨を徹底的に行う必要があります。
- コロイドシリカによる最終的な酸化物琢磨は、変形のない表面を提供するために実施されます。

変形のない表面を実現する電解研磨は、均質な鉄系金属に適した迅速で適切な試料作製技術です。

鉄系金属の電子後方散乱回折(EBSD)分析に用いる微細構造検査用の正しい機械・電解研磨工程について説明します。最適な結果を得るためには、両方の研磨技術で最良研磨状態を組み合わせ、作製された試料表面を徹底的に洗浄し適切に保護することが推奨されます。

用語解説

¹ **EDS:** エネルギー分散型X線分光法は、試料の元素分析や化学特性評価に使用する分析技術です。分光法の一つとして、電磁放射線と物質の相互作用を介した試料調査に依存しており、帯電粒子に接触したときに物質が放出するX線を分析します。その特性評価能力の大部分は、各元素が独自の原子構造を有し、元素の原子構造に特徴的なX線を相互に一意に識別できるという基本原理に起因しています。

² **ブラッグ:** ブラッグ条件: ブラッグ条件は回折が発生する条件を定義します。これ

は次の式で表すことができます。

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta_B$$

- θ_B は、ブラッグ角度
- n は整数であり、回折次数、例えば最初の回折次数を定義します。
- d_{hkl} は、(hkl)平面の平面間の間隔です。
- λ は入射放射線の波長

SEM 電子では、波長(Å)は、

ここで、 kV は加速電圧(kV)を指します。

³ **菊池バンド:** 菊池バンドは、EBSP (菊池パターン)で表示される線形の特徴です。これは、背景レベルからの電子強度の差に相当します。菊池バンドの幅は、関連する面に対するブラッグ角度の2倍です。

⁴ **Hough変換:** チャネル取得ソフトウェアでの菊池バンドの自動検出は、Hough変換に基づいています。このHough変換は、角度「シータ」で傾斜し、画像の中心から「距離」だけ変位した線に沿った平均強度を計算することによって、EBSP画像(X,Y)をハフスペース(「シータ」、「距離」)に変換します。EBSPの点は、Houghスペースの正弦曲線、つまり点に変換される薄い線

$$\lambda = \frac{0.387}{\sqrt{kV}}$$

に変換されます。幅 d の菊池バンドは、距離 d に分離された1対の極大値(または極小値)に変換されます。バタフライフィルタを使用して、これらの極大値を識別します。

⁵ **IPF:** 逆極点図マップ成分により、結晶方位を試料座標系に関して迅速に解釈することが可能になります(例えば、圧延方向)。



Oxford Instruments
NanoAnalysis
Halifax Road, High Wycombe,
Bucks HP 12 3 SE, UK
電話: +44 (0) 1494 442255
電子メール: nanoanalysis@oxinst.com
www.oxford-instruments.com



Struers ApS
Pederstrupvej 84
DK-2750 Ballerup, Denmark
電話 +45 44 600 800
Fax +45 44 600 801
struers@struers.dk
www.struers.com

The Business of Science®

アプリケーションノート

電子線後方散乱回折 (EBSD) 分析のための鉄系金属の
試料作製

Rikke Elleman - Bilstoft,
Oxford Instruments NanoAnalysis
Halifax Road, High Wycombe,
Bucks HP 12 3 SE, UK
電話: +44 (0) 1494 442255
電子メール: nanoanalysis@oxinst.com
www.oxford-instruments.com

アンネ・グエスニエル、
Struers A/S
、コペンハーゲン、デンマーク

参考文献

電子後方散乱回折によるマイクロテクスチャの決
定、Dingley,
D.J. & Randle, V. 1992, J. Mat. Sci. 27,
Vol. 17, 4545 -4566.

バルク材料の走査電子顕微鏡法における電子回折に基
づく技術、

A.J. WilkinsonとP.B. Hirsch、Micron.,
Vol. 28, 279 -308 ,(1997).

レビュー: 電子線後方散乱回折法による粒子及び亜結晶
粒の特性評価、F. J. Humphreys, J. Mat. Sci. 36 (2001),
3833 - 3854

ラボポール-4/ラボフォース-1と電子線後方散乱回折法
を使用した構造38の試料作製、Danka Katrakova,
Morten J. Damgaard and Frank Mücklich

Journal of Microscopy, 205, 3 (March 2002) 10 papers
on the EBSD technique (EBSD技術に関する10の論文)

Journal of Microscopy, 213, 3 (March 2004) 13 papers
on the EBSD technique (EBSD技術に関する13の論文)

電子線後方散乱回折法による定量金属組織学、F.J.
Humphreys, Journal of Microscopy, V 195, Pt 3 Sept
1999, P 170 -185。

使用装置の参照

EBSD: NORDLYS検出器とCHANNEL 5ソフトウェア

SEM: Zeiss LEO Supra 55 VP - 電界放出タイプ