

広領域 SEM/EBSD 法の確立

山本康晶¹⁾, 柴田昌照¹⁾, 川内一晃¹⁾, 小倉一道¹⁾, 新船幸二²⁾

1)日本電子株式会社SM事業ユニット, 2)兵庫県立大学

Introduction

SEM/EBSD 法は材料の結晶方位解析に必要な不可欠なツールとして様々な分野で使用されている。しかしながら一般的に SEM/EBSD の測定領域は約百倍～数万倍で有効であり、百倍以下の低倍率での測定は画像歪の影響が大きく困難であった。このため、太陽電池用ポリシリコンなど 100 μm 以上の大きな結晶粒で構成される試料では、数百倍での SEM/EBSD 法による結果をつなぎ合わせて広領域をカバーしていた。

今回、我々は低倍率で走査歪の影響が少ない光学系を搭載したJSM-7001F/TTL(Through The Lens)を開発した。この装置を用いて、結晶粒径が大きい試料の極低倍率EBSD測定^{*1}を行ったので、Resultにその結果を示す。

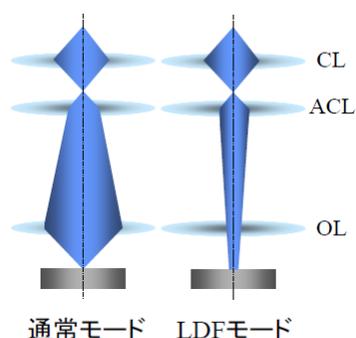
- JSM-7001F/TTL の電子光学系 -

深い焦点深度が得られる LDF モード

JSM-7001F/TTLの電子光学系を下に示す。この電子光学系はコンデンサーレンズ(CL)、開き角制御レンズ(ACL)、対物レンズ(OL) の3種類のレンズで構成されている。

通常モードではフォーカス制御をOLで行う。一方、LDF (Long Depth of Focus) モードではOLではなくACLを用いてフォーカス制御を行う。この場合、図の様に実質の作動距離(WD)は通常モードより大幅に長くなる。

これにより、電子プローブの開き角が鋭角となって、非常に深い焦点深度が得られる。同時に像の歪の影響も小さくなる。

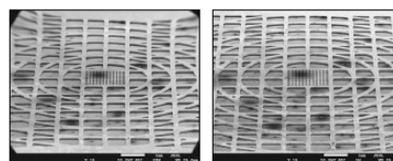


電子光学系の模式図

- LDF モードの特長 -

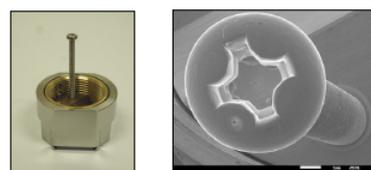
低倍率・広範囲の観察

通常モードと LDF モードで撮影したメッシュの観察像において、通常モードの像は画面周辺部の歪が大きいが、LDF モードでは歪の無い像が得られている。この時、傾斜焦点補正(Dynamic Focus)機能は不要である。また、LDF モードでの観察例としてネジの観察を行った。ネジの頭部から底部まで、40mm の長さにわたって深い焦点深度が得られている事がわかる。これらの特長を持つ LDF モードを用いることにより、低倍率で広範囲の EBSD 測定が可能となる。



通常モード LDF モード
メッシュの観察像

(共通条件:加速電圧:20kV, 倍率:15 倍, 照射電流:5nA, WD:25mm, 傾斜:70°)



ネジの観察像

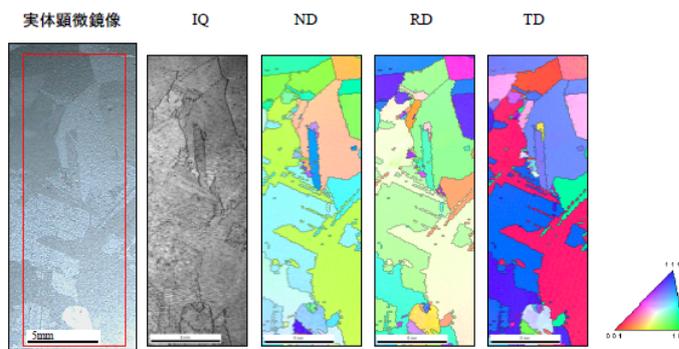
(加速電圧:20kV, 倍率:12 倍, WD:40mm, 傾斜:6.6°)

Result

LDF モードを用いて太陽電池用ポリシリコン基板、純鉄の極低倍 EBSD 測定を行った。結果を以下に示した。IQ は Image Quality マップであり、取得した菊池パターンを表している。ND、RD、TD は IPF マップであり、試料面各方向に対する結晶方位面を表している。

太陽電池用ポリシリコン基板(測定点数: 15000point)での EBSD 測定結果において、良好な IQ マップが得られている。各 IPF マップでは、得られた菊池パターンに対して指数付けが的確になされている事がわかる。これらの結果から、歪の影響が無い EBSD 測定が行えたといえる。

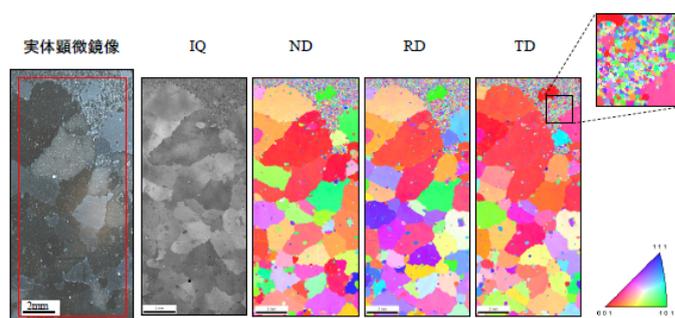
太陽電池用
ポリシリコン基板※2



倍率: 15 倍、測定範囲: 7 mm x 21 mm (赤枠内)、ステップサイズ: 100 μ m

純鉄の EBSD 測定(測定点数: 250000point)においても、同様に歪の影響が無い、良好な EBSD 測定結果が得られた。この時、拡大図で示した様に、画像上部の比較的細かな結晶粒に対しても、正確に指数付け出来ている事がわかる。

純鉄



測定範囲: 6.7 mm x 15 mm (赤枠内)、ステップサイズ: 20 μ m

Conclusion

JSM-7001F/TTL の新機能である LDF モードを用いて純鉄、太陽電池用ポリシリコン基板の極低倍 EBSD 測定を行った。両者ともに歪の影響が無い、良好な EBSD 測定結果が得られた。LDF モードにより、結晶粒径が大きい試料の極低倍率 EBSD 測定が行え、短時間での測定が期待できる。また、極低倍での EBSD 測定結果を踏まえ微結晶領域をピックアップし、高倍率での EBSD 測定を行う事が可能となった。

- ※ 1
EBSD システムは TSL 社製 OIM™ を用いた。
- ※ 2
試料提供: 兵庫県立大学
新船 幸二先生