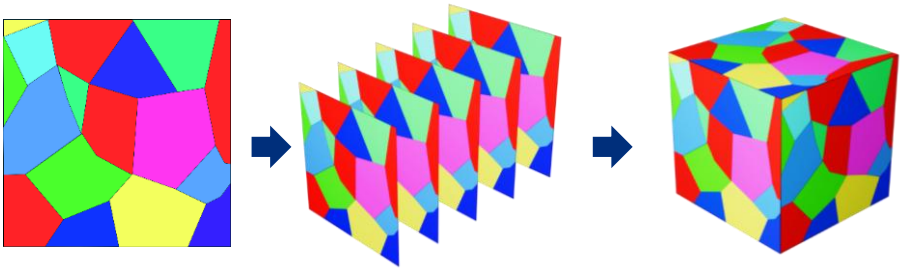
FIB–SEMおよびEBSDを用いた二相ステンレス鋼の三次元結晶マッピング

関連製品:FIB-SEMシステム(FIB-SEM)

はじめに

3D-EBSD法は、連続したスライス加工および EBSD 測定を用いて得られた連続断面EBSD（2D-EBSD）データを再構築することで、結晶構造を三次元で可視化する技術です(**Figure 1**)。これにより、二次元のEBSD画像による分析では断面情報としてのみ得られていた結晶粒の形状や分布、界面構造に関する三次元情報を取得することができます。

本アプリケーションノートでは、**高電流を用いたEBSD測定が可能なSEMを搭載し、簡便な3D-EBSDワークフローを可能にする**FIB-SEMシステム である JIB-PS500i (**Figure 2**)を用いて、二相ステンレス鋼で3D-EBSD測定を行い、得られた結果を示します。



(a) 2D-EBSD画像　(b) 連続 2D-EBSD データ　(c) 3D-EBSD再構築像

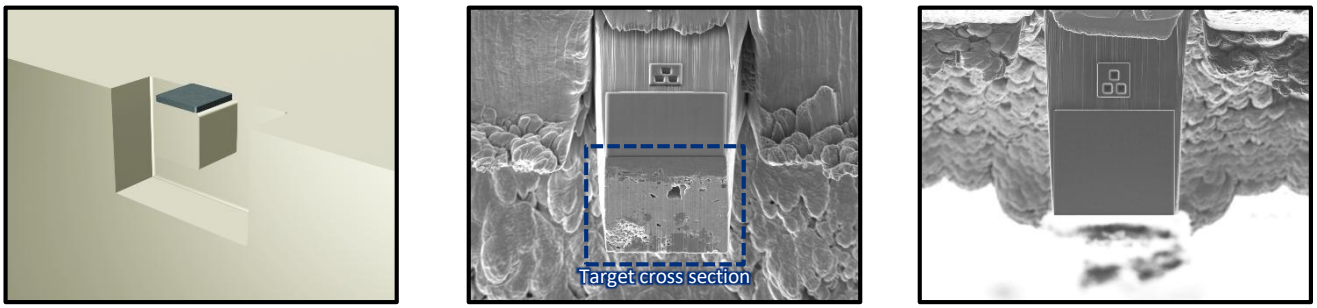
Figure 1. 3D-EBSD法の模式図



Figure 2. JIB-PS500iの外観

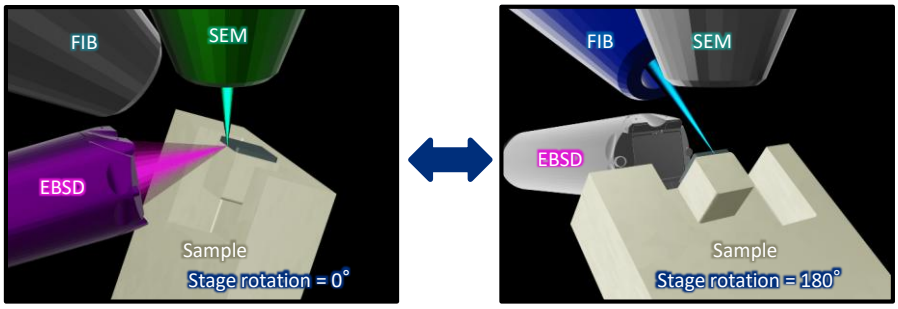
3D-EBSDデータ取得方法

JIB-PS500iを用いた3D-EBSD測定では、試料を長方形のピラー状に加工し、その先端をFIBで一定間隔ごとにスライスしながらEBSD測定を繰り返すことで、再構築用の連続2D-EBSDデータを取得します（**Figure 3**）。このプロセスでは、SEMによるEBSD測定とFIBによるスライス加工を交互に実施するため、試料ステージを180° 回転させてそれぞれの位置へ移動します。したがって、高品質な3D再構築結果を得るためには、**高いステージ位置再現性と正確なドリフト補正**が重要となります（**Figure 4**）。



(a) ピラー形状の模式図　(b) ピラー状試料 (SEM画像)　(c) ピラー状試料 (FIB画像)

Figure 3. 3D-EBSD測定用ピラー試料の作製



(a) EBSD画像取得　(b) スライス加工

Figure 4. 3D-EBSD測定中のステージジオメトリ

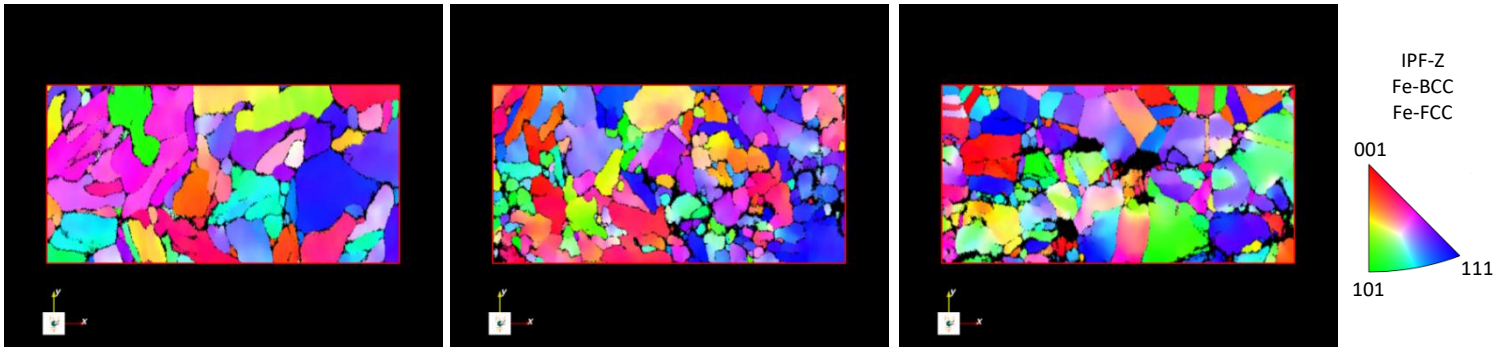
この資料に掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせください。

日本電子株式会社
本社・昭島製作所
〒196-8558　東京都昭島市武蔵野3−1−2　TEL：(042) 543−1111(大代表)　FAX：(042) 546−3353
www.jeol.co.jp　ISO 9001・ISO 14001　認証取得

Copyright © JEOL Ltd. All rights reserved.

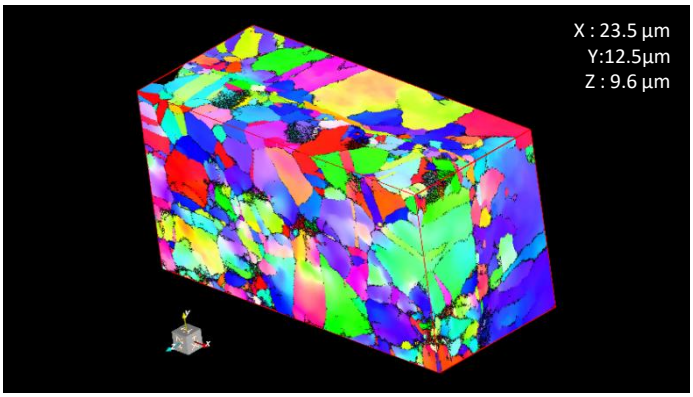
結果

以下に取得したEBSDスライス画像(IPF-Z)の代表例 (**Figure 5**) および三次元再構築の結果 (**Figure 6**) を示します。

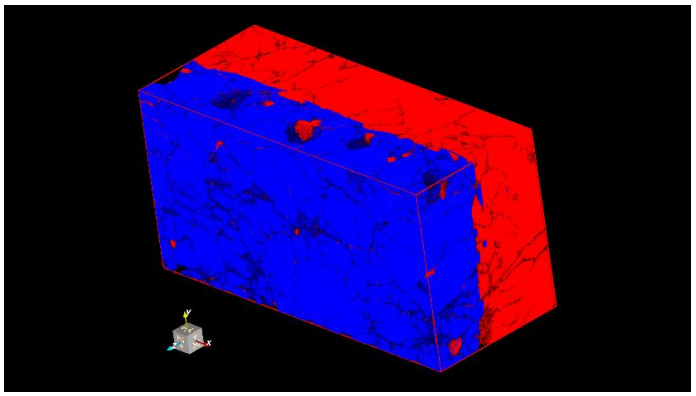


(a) 5枚目 **(b) 95枚目** **(c) 185枚目**

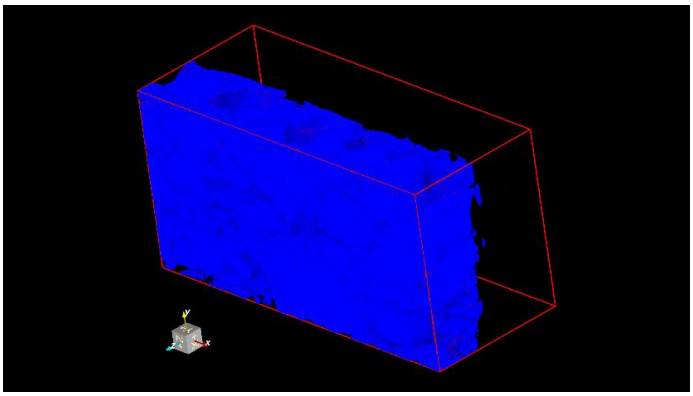
Figure 5. EBSDスライス画像



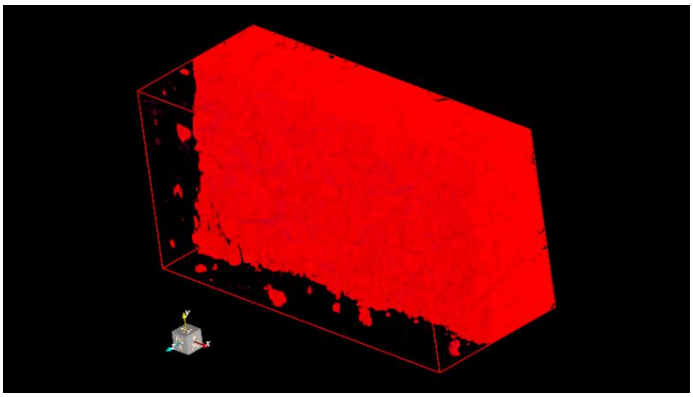
(a) IPF-Z



(b) 相マップ



(c) フェライト相



(d) オーステナイト相

データ提供：Tanguy Roche (JEOL SAS)
再構築ソフトウェア：Stack N Viz（システムインフロンティア社製）

Figure 6. 3D-EBSD再構築

Figure 5 に、各EBSDスライスの方位マップを示します。いずれのスライスにおいても明瞭な結晶方位情報が取得されており、連続切片を通して安定したEBSD測定が実施できていることが確認できます。

Figure 6 に示す三次元再構築結果では、フェライト相とオーステナイト相、および両相の界面を明瞭に識別することができます。また、二相ステンレス鋼中における各相の分布状態や形態の関係を三次元的に観察できます。さらに、本手法では相ごとに結晶方位解析を行うことができるため、多相材料の三次元結晶解析にも適用可能であり、複雑な微細組織の評価に有効です。

項目	内容
加速電圧	20 kV
照射電流	90 nA
スライス数	192
スライスピッチ	50 nm
EBSD検出器	Symmetry S3 (Oxford Instruments社製)

結論

- **高電流EBSD測定が可能なSEMを搭載し、簡便な3D-EBSDワークフローに対応したJIB-PS500i**を用いて、二相ステンレス鋼の3D-EBSD測定を実施しました。
- **高いステージ位置再現性と高精度なドリフト補正**により、高品質の3D-EBSDデータを安定して取得できることを確認しました。

この資料に掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせください。

JEOL 日本電子株式会社
本社・昭島製作所
〒196-8558 東京都昭島市武蔵野3−1−2 TEL：(042) 543−1111(大代表) FAX：(042) 546−3353
www.jeol.co.jp ISO 9001・ISO 14001 認証取得
Copyright © JEOL Ltd. All rights reserved.