

実験概要

PECS II ブロードビームイオンミリングと Octane ElectとVelocity Super

タイトル

良好なEBSD測定を可能とする多相アルミニウム合金表面の最適化

使用装置

Gatan社製 PECS™ II および Octane Elect、Velocity™ Super、APEX™ 2.0ソフトウェアから構成されるEDAX Pegasus分析システム

背景

有効なEBSD方位測定結果を得るためには、試料の真の構造が歪み無く最表面に達していなければなりません。そのため、試料作製時のあらゆるコンタミネーションやダメージは最小化されている必要があります。アルミニウムのような柔らかい材料では、真の微細構造を覆い隠してしまう薄い歪んだ最表面層が導入されてしまうこと無しに試料を機械研磨によって準備することが極めて困難です。特に研磨レートの異なる第二相が存在する場合には、全ての相を同時に適した表面状態にすることは高いハードルがあります。ブロードビームイオンミリングによる研磨によって、機械的な接触による追加ダメージの影響無く試料表面全体から変質層を除去することが可能です。

材料と手法

通常の機械研磨の後、Si、Cu、Fe、Snを含む相から構成される多相アルミニウム合金のEBSDマップの測定を行いました。ほとんどの箇所から方位データは取得出来ましたが、いくつかの結晶粒は試料作製時のアーティファクトを示しており、いくつかの中間相については指数付けが可能なパターンが全く得られませんでした(図1、上列)。測定後、試料をPECS IIにセットし低入射角の3°、4kVのアルゴンイオンで20分間研磨しました。低入射角に設定することで第二相粒子周囲に形成された表面の凹凸を除去することが出来ます。結果として、表面はスムーズになり、全ての相からEBSDパターンが取得され完全な表面分析が可能となりました(図1、下列)。

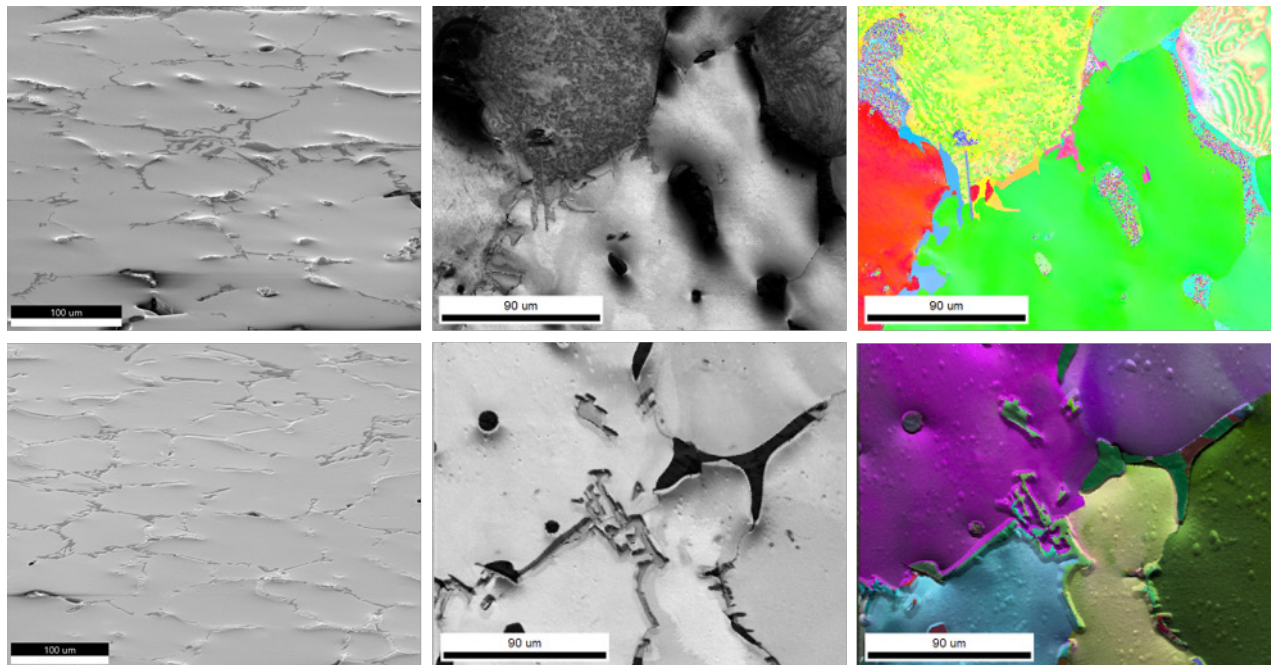


図1. (上列) (左) 機械研磨後の多相アルミニウム合金の二次電子像(試料を傾斜して撮影)。いくつかの相が良く研磨されておらず、表面から突出していることが判る。(中央) EBSDイメージオリティ(IQ)マップでは突出した相(黒い領域)からは回折図形が取得出来ていないことを示している。上部の二つの粒は複雑な下部組織を示しており、それらは機械研磨によるアーティファクトである。この構造は逆極点図(IPF)方位マップにも現れている(右)。(下列) (左) イオンミリング後の二次電子像(試料を傾斜して撮影)。表面の凹凸はほぼ除去され、全ての粒から指数付け可能なEBSDパターンが得られている。アーティファクトの下部組織は除去され、真の結晶粒構造がIQとIPFマップに示されている(中央、右)。

サマリー

ブロードビームイオンミリング処理を行うことで、異なる研磨レートの様々な相を有するアルミニウム試料のEBSD解析に適した試料準備が可能となりました。イオンミリングは清浄でダメージの無い試料表面をもたらし、研磨レートに関わらず全ての相からの電子線回折図形の信号を最適化します。

電子顕微鏡用ソリューションの詳細については、Gatan.comおよびEDAX.comにアクセスしてください。