

透過 EBSD による金属微細組織の観察

山室 賢輝

熊本大学 技術部 自然科学系第二技術室

1. はじめに

EBSD(電子線後方散乱回折: Electron Back Scattered Diffraction Pattern)法は、電子線照射により得られた反射電子回折パターンから、結晶方位や相の同定、局所的な歪み等を解析する分析法である。特に近年は装置の普及と共に、スループットの向上や新たな関連アプリケーションの提案など、急速に発展している分野である。今回はその関連アプリケーションである透過 EBSD 法に着目し、実験を行った。透過 EBSD 法は、別名 TKD(Transmission Kikuchi Diffraction)法とも呼ばれ、Keller⁽¹⁾らによって提唱された比較的新しい手法であるが、2015年にはBruker社より専用の検出機構を備えた On Axis 型の TKD 検出器も発売されるなど、近年目にする微小領域の EBSD 分析には本手法が用いられている。本手法の最大のメリットは、試料が薄片化されることによる分析分解能の向上にあり、従来の反射型の EBSD と比較し 1 桁以上の分解能向上が見込まれる。今回は、従来型の検出器を用いた透過 EBSD⁽²⁾について、ここ数年実施してきた分析事例の紹介と条件設定について考察する。

2. 実験方法

透過 EBSD 分析を実施するには、透過電頭で用いるような薄膜試料を作製する必要がある。今回は、試料作製から EBSD 分析までの一連の作業が 1 台で可能な日立ハイテク製 FIB-SEM: NB5000 を使用した。付属する EBSD 検出器は、EDAX(TSL)社製の DigiView である。まずは対象の試料を FIB によりマイクロサンプリング、薄片化し TEM 試料を作製、その後各種条件の下で透過 EBSD 分析に供した。試料には、半導体テストパターンと OmniProbe 社製 Cu メッシュを用いた。

3. 実験結果と考察

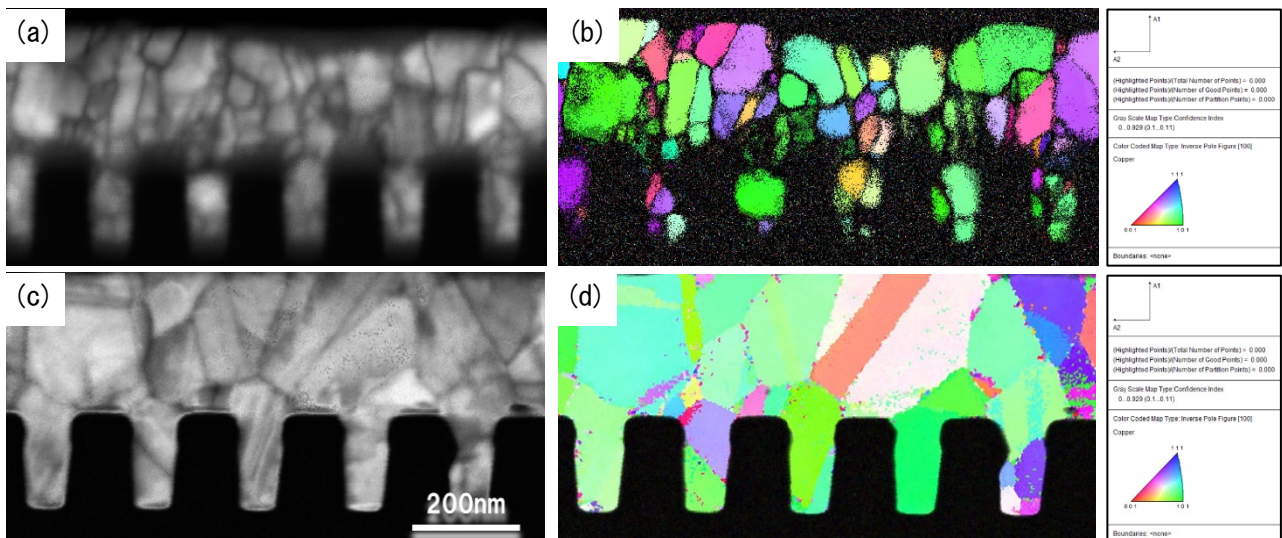


図 1. 上段: 電子線に対する試料傾斜角 40° の時の (a) IQ MAP と (b) IPF MAP。下段: 同 0° の時の (c) IQ MAP と (d) IPF MAP。

図1は、半導体テストパターンにCuメッキを施した試料の断面を、マイクロサンプリングしたものである。観察領域下部に見える黒い楕状の領域が、半導体デバイス中のトレンチ（配線用の溝）である。電子線に対する試料傾斜角 40° の試料(a)で全体的にボケが生じているのに対し、同 0° の試料(c)では、それが軽減されている。また IPF MAP についても同様のことが言えるが、こちらの像質の改善は、Vertical bias や Background 取得の見直しを合わせて行ったことによるものである。これらを踏まえ、Cuメッシュを薄片化し透過EBSD分析を行った結果を、図2に示す。上段は、 $10 \times 10 \mu\text{m}$ の領域を 40nm ステップで分析したもの、下段は、 $1 \times 1 \mu\text{m}$ の領域を 3nm ステップで分析したものである。尚、分析分解能の評価のため、事後のクリーニング処理

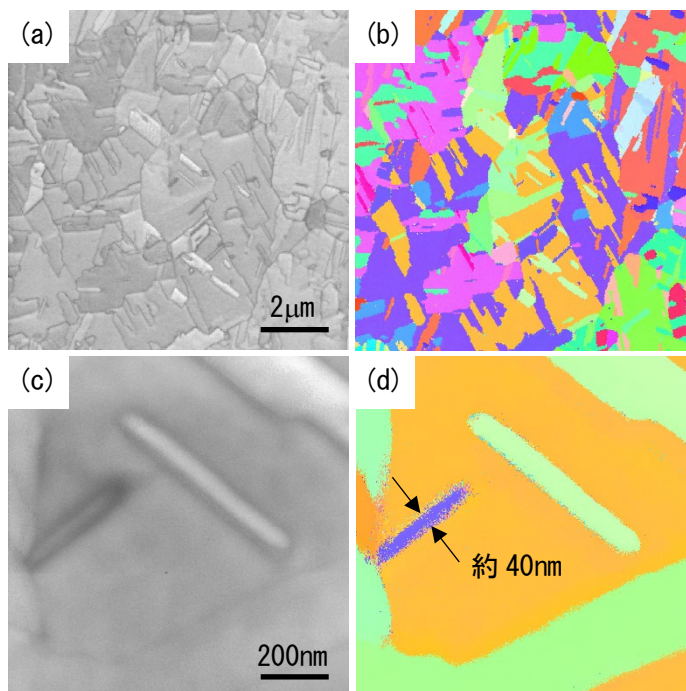


図2. Cuメッシュの(a)IQ MAPと(b)IPF MAPとその中央部を拡大した(c)IQ MAPと(d)IPF MAP。

は一切施していない。上段の分析において、通常の反射型のEBSDでは取得不能な、解析不良点が極めて少ないデータを取得可能であることが分かる。更に下段では、およそ 40nm の細長い結晶粒を検出することができている。Keller⁽¹⁾らによると 10nm 程度のドメインを観察可能とのことなので、ある程度の証明ができていると考える。

4. おわりに

本学においては、金属分野の研究者が多いこともあり、EBSDは欠かせない分析法の一つである。特に近年は、検出器のCMOS化により、スループットが飛躍的に向上し、試料全体など大面積を分析することもしばしばである。更にEDAX社においては、NPARやPRIASといった新たなアプリケーションが開発されており、これまでノイズに埋もれていたものや検出困難な分析が可能となっている。まだ実際に触れる機会には恵まれていないが、今後の展開として非常に注目しているところである。

参考文献

- (1) R. R. Keller, R.H. Geiss, "Transmission EBSD from 10 nm domains in a scanning electron microscope", Journal of Microscopy, Vol. 245, Pt3 (2012), 245-251.
- (2) 鈴木清一, "透過EBSD法の評価と材料マイクロ組織観察への応用", 日本金属学会誌, Vol. 77, No. 7, (2013), 268-275.