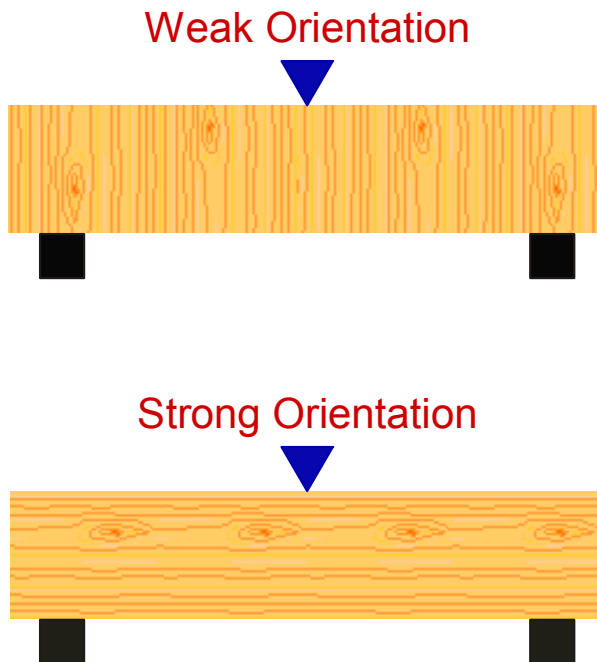




OIM とは何ですか？
何に使えるのでしょうか？

材料にも組織構造があります



木材は、その木目の方向によって強度が著しく異なります。

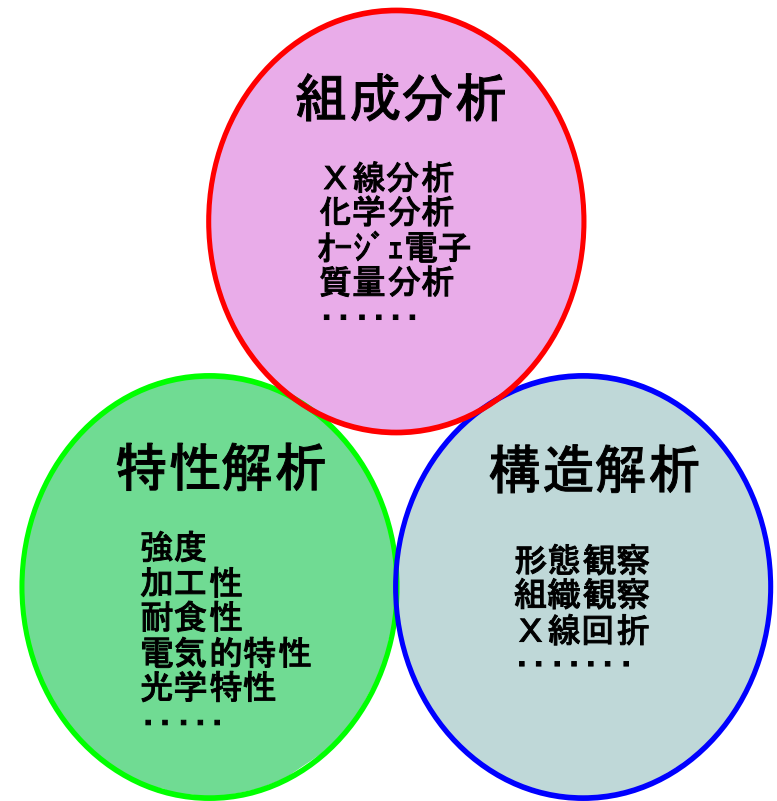
実は日常的に使用される鉄鋼材料をはじめ多くの金属材料でもこのような異方性を持つことが多々あります。また、結晶粒の大きさやその分布で強度が変わることも知られています。

この材料の組織構造がどうなっているのかを、その材料を作っている結晶の方位という点に着目して解析する装置が **OIM** (Orientation Imaging Microscopy) です。

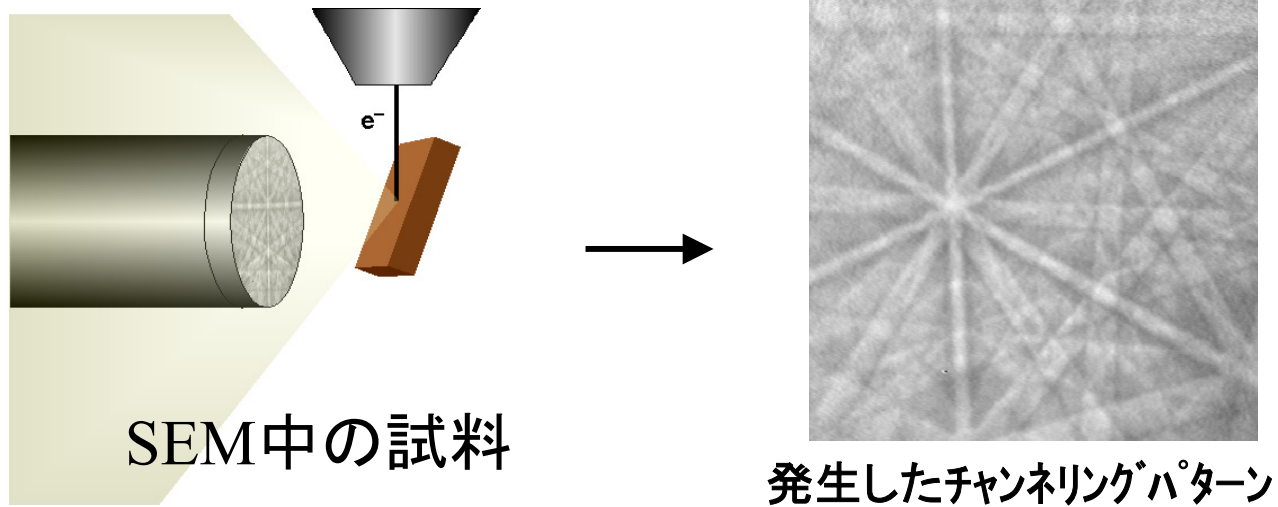
分析装置としてのOIMの位置付けは？

分析装置にはいろいろなものがありますが、OIMは構造解析の中の組織観察の1手段と考えることができます。ところがこれまでは、結晶方位の情報を得られる組織観察はTEMによる観察に限られていました。

しかしTEMでは極点図のような定量的な情報を得ることは不可能でした。この結晶粒というマイクロないわばSEMレベルの組織構造を結晶方位に基づき解析できるようにしたのがOIMです。1点1点の情報は、ECPによる結晶方位情報と同じですが、マッピング像として得られるという点で決定的に違います。これまで不可能だった観察を可能にした点が大きく評価されています。



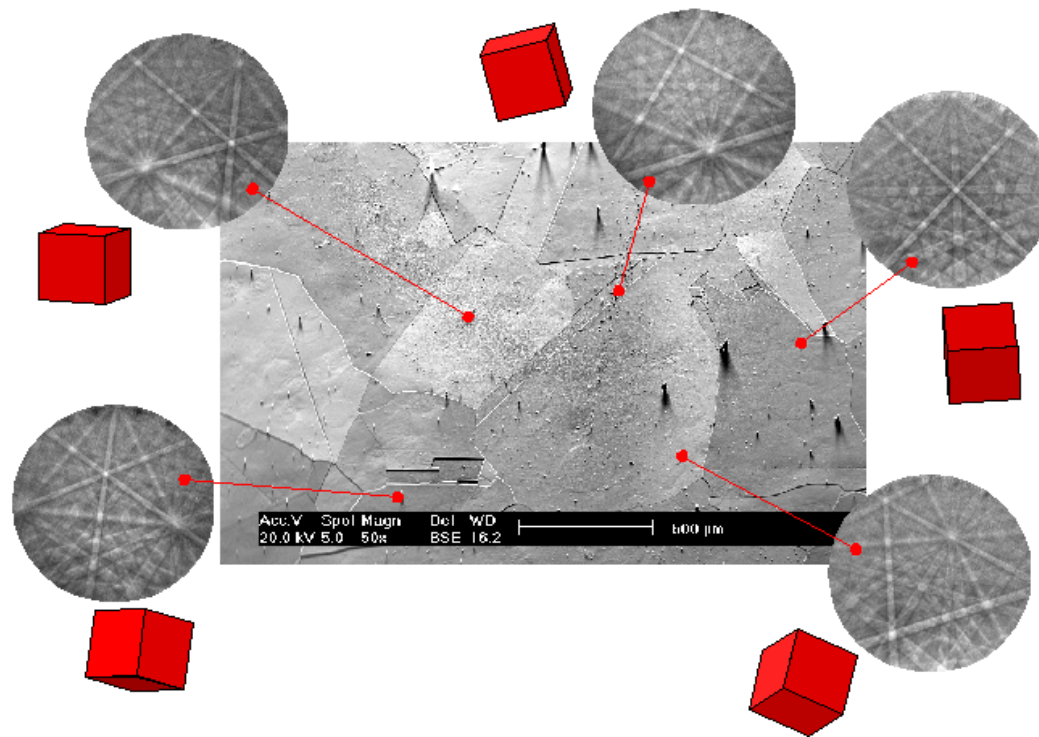
OIMで使用する情報はチャンネルングパターンです



OIMでは、SEM中に試料を大きく傾斜(70°)してセットし、そこで電子線を止めるとチャンネルングパターンが発生します。このパターンを解析することにより、その点の結晶方位や結晶系を決定します。この測定は非常に高速で1秒間に10~30点程度処理することが可能です。この測定を連続的に行うことで方位マッピング像のデータとなり、さらに粒界構造、結晶粒分布、極点図等々のデータとして定量的な解析も可能となる。

個々の結晶粒は異なる方位を示します

下図のように各結晶粒は異なる方位(異なるパターン形)を示します。連続して同じパターン形を示すものは同一の結晶粒と考えられます。これを連続的に測定することにより組織構造を解明します。



OIMでは、パターンを得るのにビームを角度走査させる必要はありません。また、波として見た反射電子を使用するため、試料中でのビームの拡がりを考える必要もありません。したがって、EDS等と比較し非常に高い空間分解能が得られます。

パターンの発生領域について

チャンネルングパターンは、電子が波として振舞ったときの回折現象の結果生じます。したがって、そのエネルギーを大きく失った電子はパターンの発生には寄与しません。つまり右図のように試料内を拡散した電子はパターンの発生には寄与しません。したがって、パターンの発生領域はSEMのプローブサイズに直結します。

◆ 高空間分解能

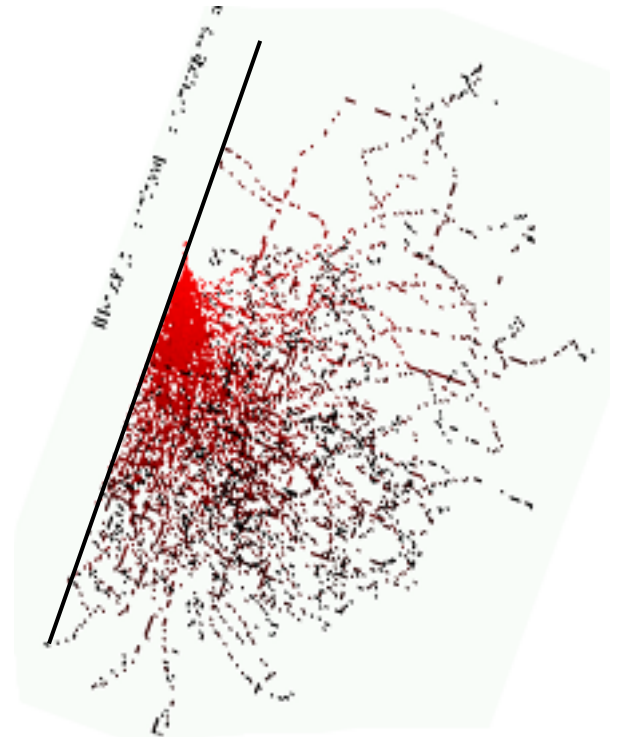
SEMのプローブサイズによる分解能の違い

| | |
|----------------|-------------|
| Shottky型FE-SEM | 10~15nm φ |
| LaB6フィラメント SEM | 100~200nm φ |
| Wフィラメント SEM | 200~300nm φ |

◆ 情報深さは非常に浅い

加速電圧、試料のZ番号の影響あり
約 50 nm 程度

このためOIMにて、0.1μm以下の高分解能観察をするには、Shottky型FE-SEMが非常に強力なツールとなります。



微小領域の結晶方位測定手法の比較

数十 μm 以下の微小領域の結晶方位を測定する方法は限られていますが、現在可能な以下の技術について基本的な項目を比較してみます。

| | TEM/菊池線 | ECP | コッセル線 | EBSP |
|------------------------|----------|----------|--------------|----------|
| 空間分解能(μm) | 0.01 | 5 | 10 | 0.03 |
| 測定深さ(μm) | 1 | 0.05 | 100 | 0.05 |
| 角度範囲($^{\circ}$) | ± 10 | ± 10 | (± 30) | ± 40 |
| 方位精度($^{\circ}$) | 0.05 | 0.5 | 0.1 | 0.5 |
| 測定/解析時間 | 数分～数十分 | 数分～数十分 | 数分～数十分 | 0.2秒以下 |

微小領域の結晶方位を統計的に有意な意味を持つデータ数を測定しマップ像にできる手法は現実的にはOIM法に限られます。

OIMを取り付けるSEMについて

◆ SEMに必要な条件とは

- ✓ 照射電流量が取れること → 0.5nA以上
- ✓ 長時間安定性があること → 変動は30%以下(SS-CCDカメラは10%以下)
- ✓ 試料が磁界中にセットされないこと → バンドが曲げられるため指数付が困難
- ✓ ラスターローテーションがあること

◆ 望ましい条件

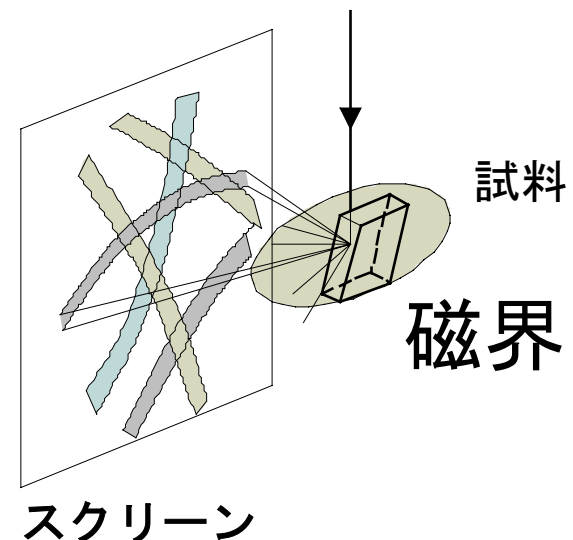
- ✓ フォーカスの傾斜補正があること

以上のような条件を考慮すれば、Shottky型FE-SEMが最も適しています。しかし、観察対象の組織が $1\mu\text{m}$ 以上の場合には、W-SEMでも充分ということができます。

□ 他の装置との干渉について

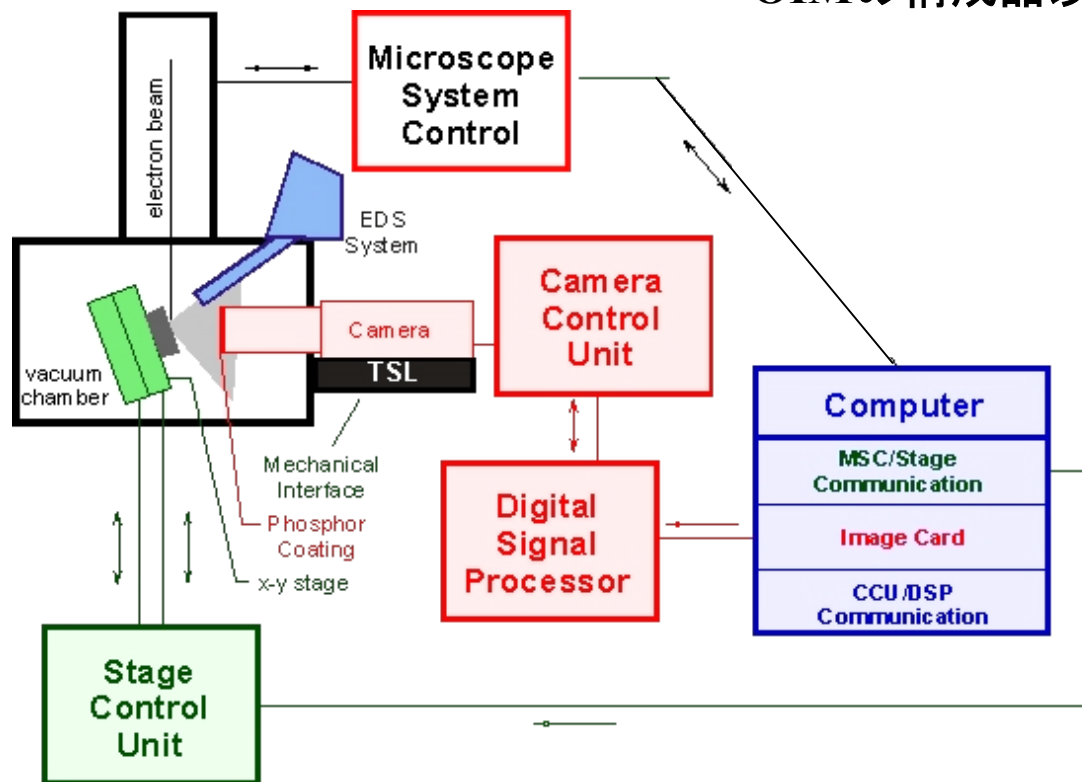
- ✓ EDS / BEI検出器等

最近ではOIM/EDAXのコンパインシステムにより、EBSP/EDSの同時検出が可能になっています。この場合には、より高度な情報を提供することが可能となります。



OIMの構成図

OIMの構成品以下のようになっています。



1. パターン検出部/高感度カメラ
 2. カメラスライドコントローラー
 3. ビームコントローラー
 4. カメラコントロール/画像処理装置
 5. PC/イメージキャプチャーカード
 6. ステージコントローラー(オプション)
 7. データ収集ソフトウェア
 8. データ解析ソフトウェア
- SS-CCDカメラの場合は4は構成されません。
 - EDAXとのコンパインの場合は3はEDS側に構成されます。

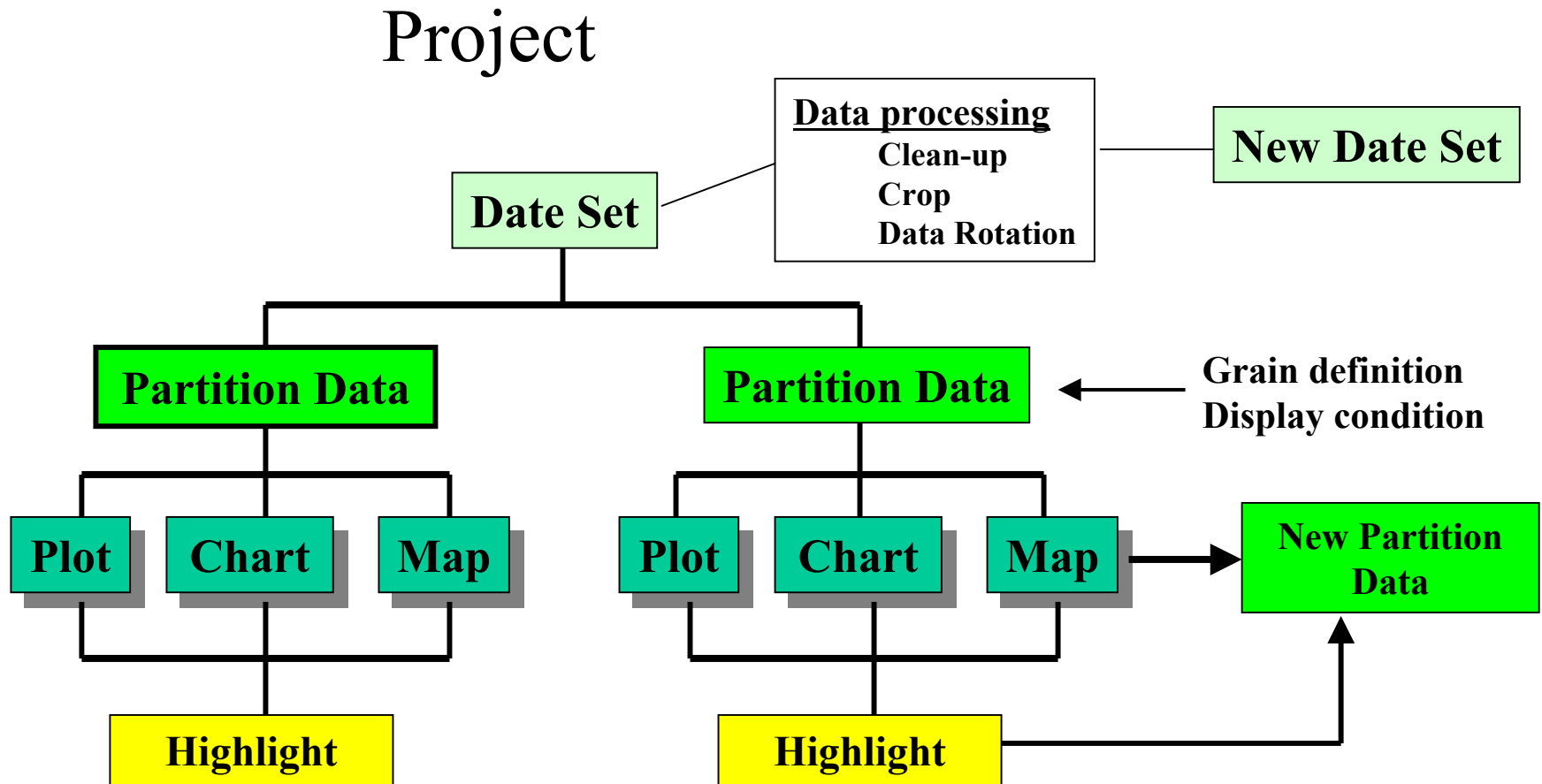
OIMのソフトウェア

OIMシステムを構成しているソフトウェアは2つに分かれています。

- ◆データ収集用(OIM-DC) → ハードウェアを制御し方位データを収集します。
- ◆データ解析用(OIM-Analysis) → データ解析専用ソフトウェアです。

OIMのデータ解析の基本的概念は形態計測ですが、SEM像や反射電子像の解析と異なる点は、方位という定量的なデータも同時に持っていることです。この情報を組み合わせることにより多種多様なデータに展開することが可能です。言い換えれば、**解析する人が持つ試料に対する知識を基に解析ソフトウェアに働きかけることによって、解析の幅は無限に広がります。**（この点がこれまでの分析装置と大きく異なる点で、一方では複雑と捕らえられてしまうこともあります。）個々に、最も時間を費やすべきで、そのためには測定と独立している必要があります。また、異なる試料で同じ形式のデータが欲しい場合には単に解析データの種類の記述をコピーしたりテンプレートを使用し自分なりの解析の内容を作成できる柔軟性が必要です。したがって、解析の本質を考えれば、ナビゲーションという解析操作の概念は解析の幅を非常に限定してしまうことになり、TSLではそのようなおこがましいことはできないと考えています。また、マップや極点図そしてグラフ等々の各種データをリンクして情報を引き出すことも重要です。これらの点を考慮すれば、解析ソフトが複数に分かれていることもまた解析の本質を見据えていないと考えられます。

OIMのメイン機能とデータ管理

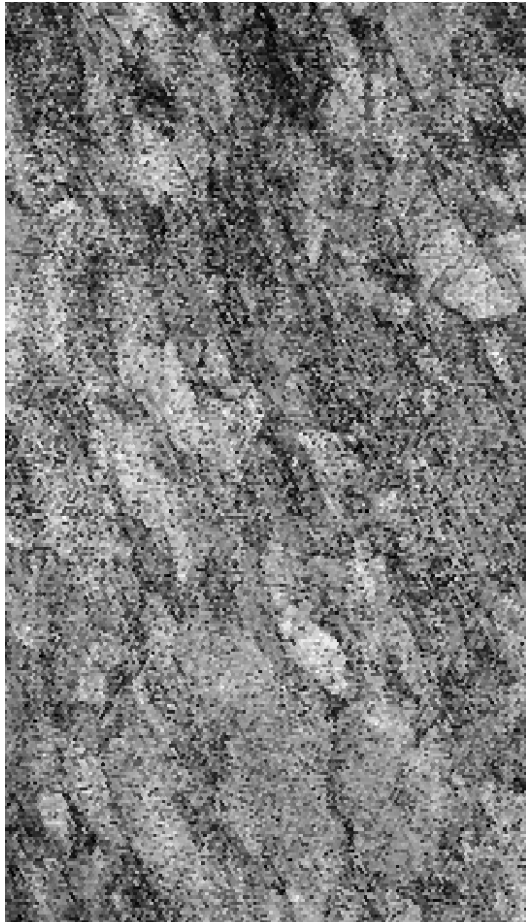


OIM法で得られる情報

OIMで得られるデータは、主として3つの形式で表現しています。つまり、マップ、チャートそしてプロットです。マップ、チャート、プロットには次のような表現が可能な機能が含まれています。

- **Image Quality像** (パターンの良し悪しにより結晶の歪等に対応した情報を表示)
- **方位マッピング像** (方位を逆極点図を利用した色配置で表示)
- **結晶粒像** (任意の粒界傾角で定義した結晶粒を表示)
- **結晶粒界構造像** (傾角、対応粒界等による結晶粒界を表示)
- **相分布像** (結晶系による相の違いを表示)
- **極点図、逆極点図** (測定した方位から極点図/逆極点図にプロット)
- **方位分散関数 (ODF)**
- **方位差分散関数 (MDF)**
- **結晶粒径分布等各種データの数値およびグラフ表示**

Image Quality像



280.0 μm = 35 steps

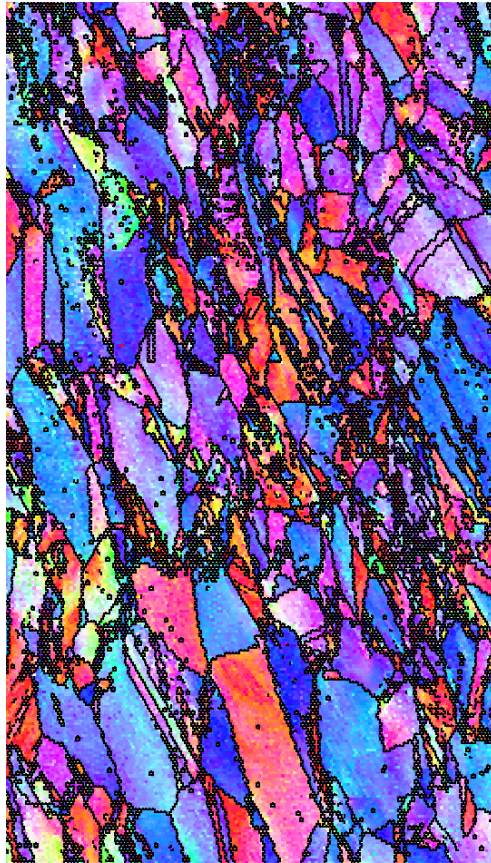
イメージクオリティ像(IQ像)は、Hough空間上で得られたスポットの強度をその点のIQ値としている。つまりパターンが鮮明であればIQは高くなり、その点はより明るく(白く)表される。したがってIQマップは、試料中残留歪等を定性的に表示しているとも考えられる。

IQ値に関連する要因は次のようなものが考えられる。

- 試料自身が加工等による歪を持つ場合
- 表面の異質相(コンタミ/酸化皮膜等)がある場合
- 結晶粒界等で2つの粒にまたがった場合
- 研磨歪み等で試料表面の結晶性が悪くなっている場合

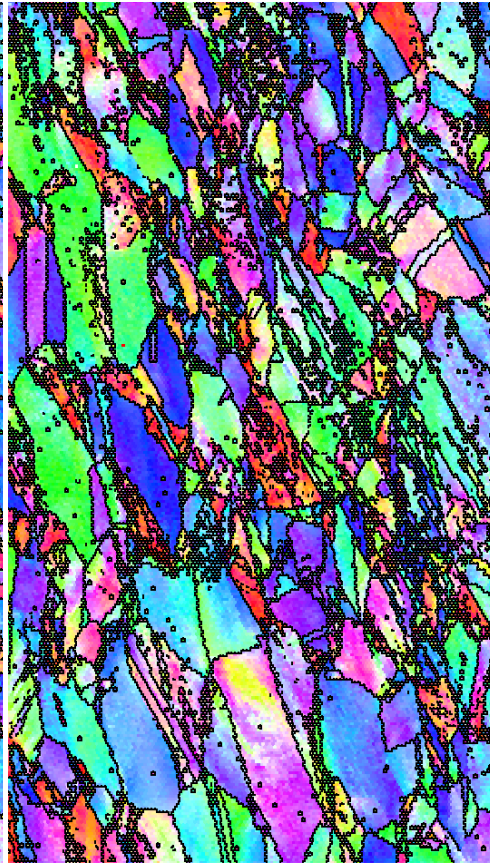
純銅を室温で60%圧延した試料の断面を観察した場合のIQ像

方位マッピング像



280.0 μm = 35 steps

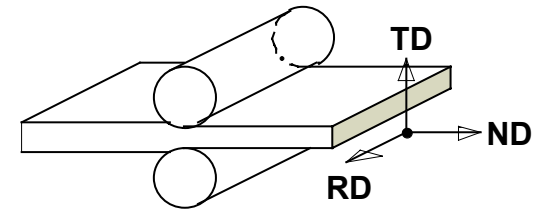
ND方向



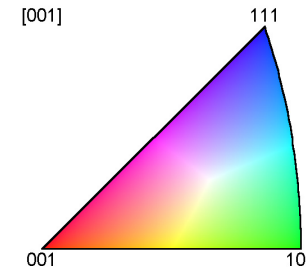
280.0 μm = 35 steps

RD方向

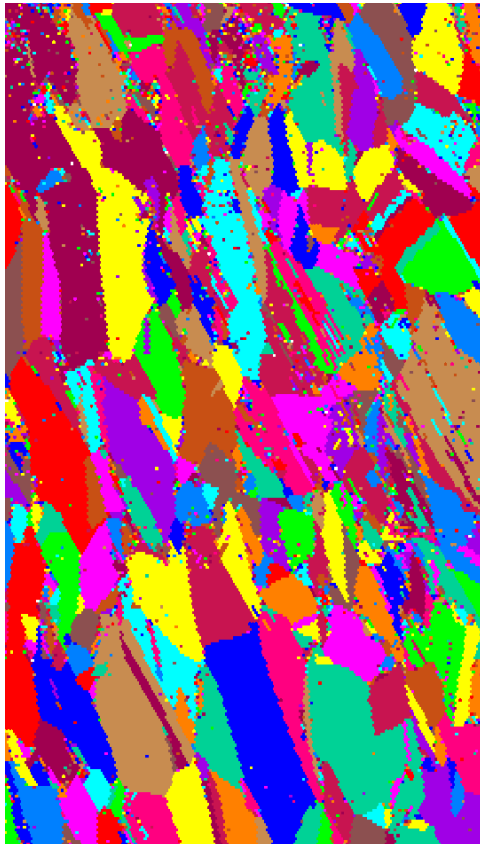
各測定点の方位を、下図の逆極点図のカラー-Keyにしたがって色付けする。表示をする方向は任意に指定可能。



測定時の座標系

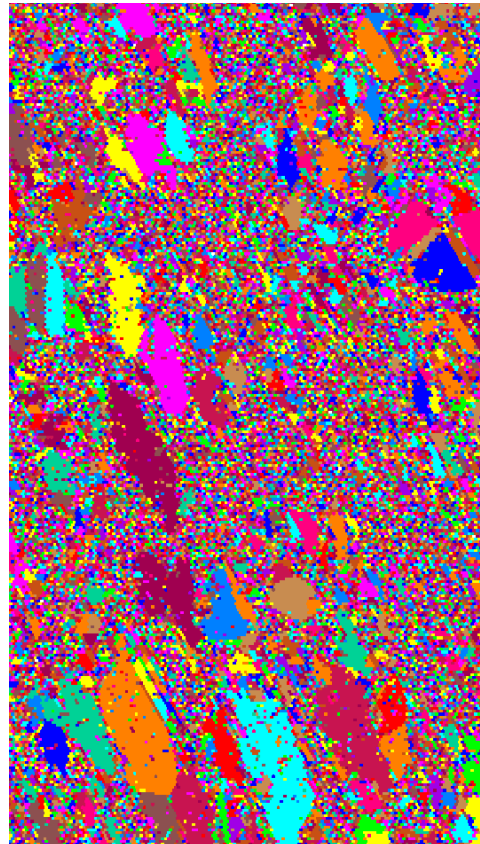


結晶粒マッピング像



280.0 μm = 35 steps

粒界の方位差: 15°



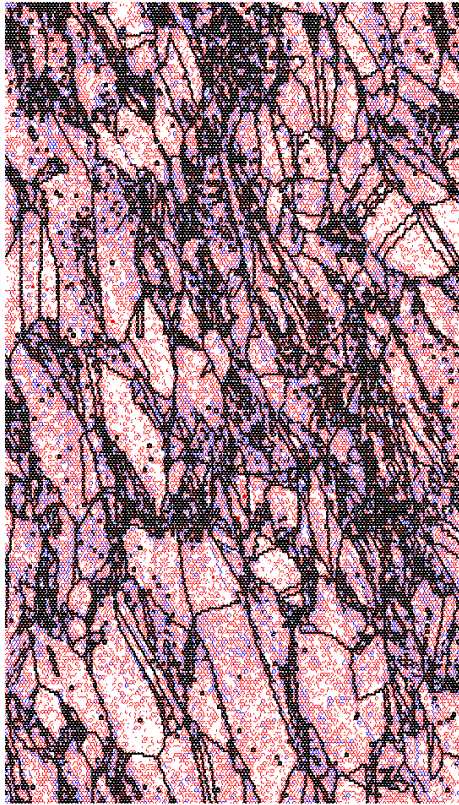
280.0 μm = 35 steps

粒界の方位差: 3°

結晶粒を認識するにあたり、基準となる方位差を指定し、隣り合うピクセル同士の間方位差が指定された基準より大きければ異なる結晶粒として異なる色を付ける。

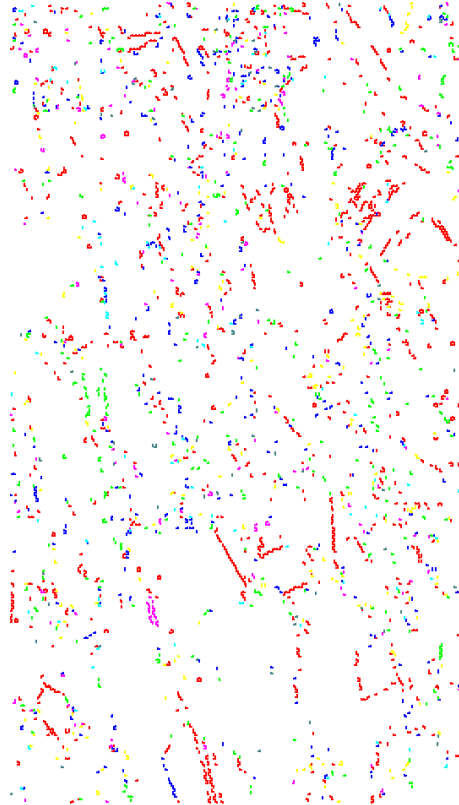
サブグレインの分布状況等を見る場合には有効である。

結晶粒界構造像



280.0 μm = 35 steps

傾角による結晶粒界
の表示



280.0 μm = 35 steps

対応粒界による表示
 $\Sigma 3 \sim \Sigma 11$ までを表示

結晶粒界を認識するにあたり、基準となる方位差を指定し、隣り合うピクセル同士の方角差が指定された基準より大きければそこに粒界があると認識する。対応粒界等は、さらに特殊な関係にあるか否かをチェックしている。

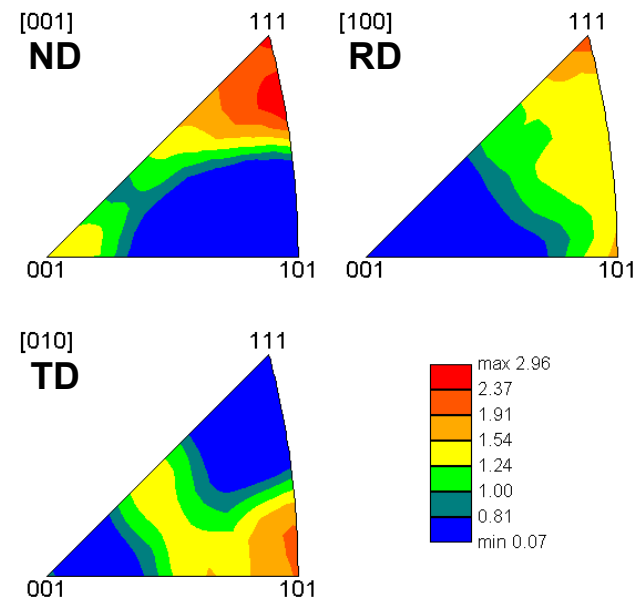
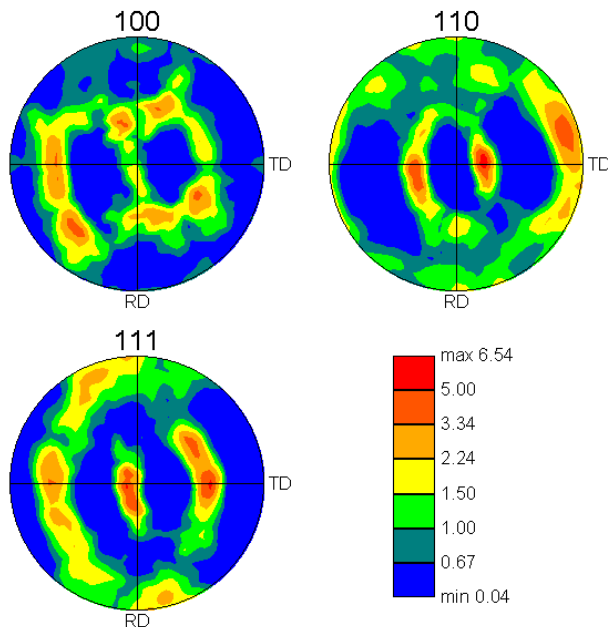
左図の例では、純銅の再結晶材では本来 $\Sigma 3$ の対応粒界の存在比率は高いが、圧延により結晶粒が変形を受け粒界の構造も変化している。

- 1°~5°の粒界
- 5°~15°の粒界
- 15°~90°の粒界

極点図/逆極点図のプロット

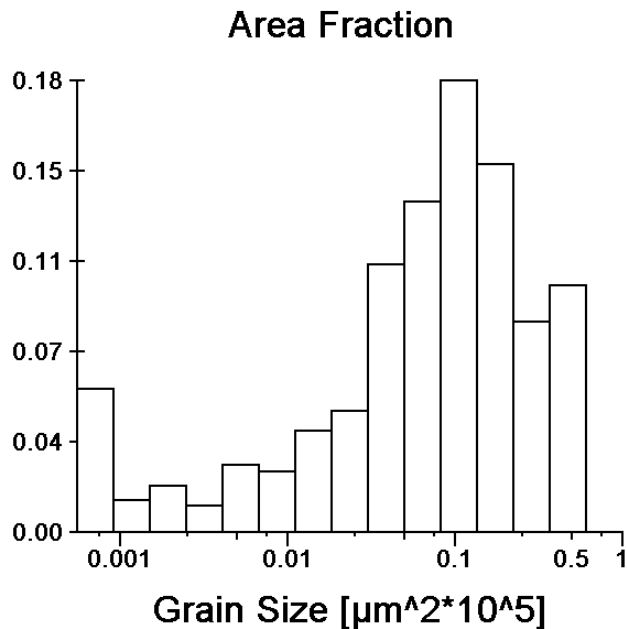
得られたデータはオイラー角で表示されているので、そのまま極点図/逆極点図にプロットすることができる。

この銅の圧延組織は断面を見ているので、通常のX線で得た極点図/逆極点図に対してはデータが回転している関係にある。



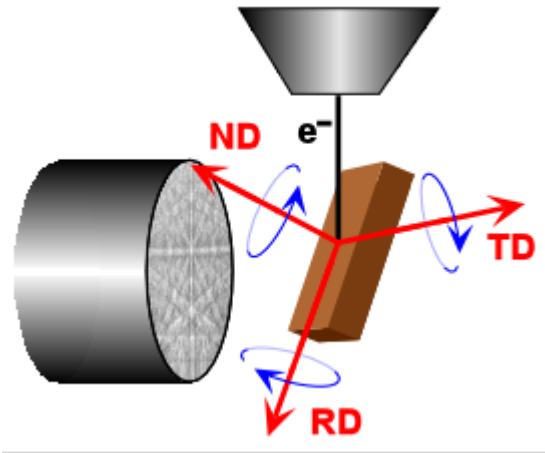
データのグラフ表示

様々に加工されたデータはグラフとしても表示可能である。下図は結晶粒サイズを粒界傾角15°で認識したときのグラフおよびその時の数値データをExcelに読み込んだ例である。

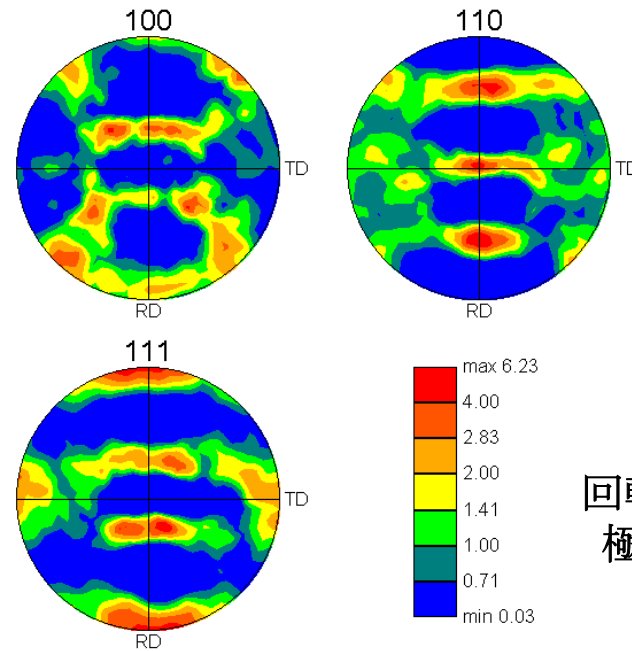
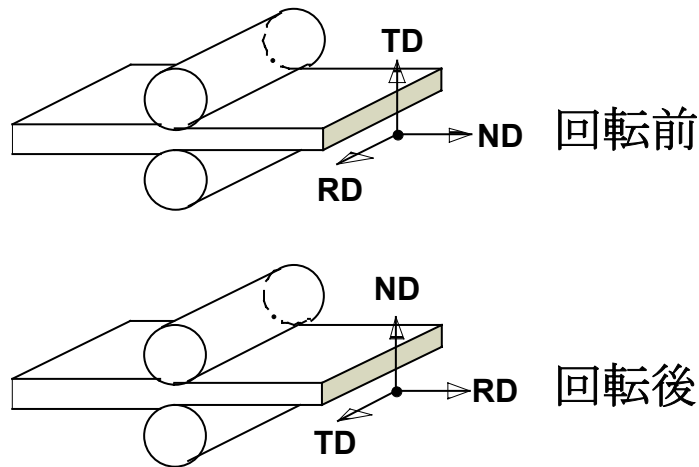


| **** Grain Size Distribution **** | | | | | |
|-----------------------------------|---|--|--------|----------|------------|
| Size[p] | Size[$\mu\text{m} \cdot \mu\text{m}$] | ASTM No. | Number | No. Freq | Area Fract |
| 2 | 95.69 | 10.4 | 2553 | 0.73 | 0.06 |
| 3 | 165.2 | 9.6 | 285 | 0.08 | 0.01 |
| 5 | 285.22 | 8.8 | 227 | 0.06 | 0.02 |
| 9 | 492.41 | 8 | 72 | 0.02 | 0.01 |
| 15 | 850.13 | 7.2 | 104 | 0.03 | 0.03 |
| 26 | 1467.7 | 6.5 | 52 | 0.01 | 0.02 |
| 46 | 2533.92 | 5.7 | 50 | 0.01 | 0.04 |
| 79 | 4374.69 | 4.9 | 36 | 0.01 | 0.05 |
| 136 | 7552.7 | 4.1 | 45 | 0.01 | 0.11 |
| 235 | 13039.38 | 3.3 | 32 | 0.01 | 0.13 |
| 406 | 22511.87 | 2.5 | 26 | 0.01 | 0.18 |
| 701 | 38865.67 | 1.7 | 13 | 0 | 0.15 |
| 1211 | 67099.74 | 0.9 | 4 | 0 | 0.09 |
| 2090 | 115844.51 | 0.2 | 3 | 0 | 0.1 |
| 3608 | 200000.04 | -0.6 | 0 | 0 | 0 |
| Average Grain Size: | | 697.76 $\mu\text{m} \cdot \mu\text{m}$ (total area/no. grains) | | | |
| Average Grain Diameter: | | 29.81 μm ($d = 2 \cdot \sqrt{\text{area}/\pi}$) | | | |
| Average ASTM grain size number: | | | | | |

データの回転

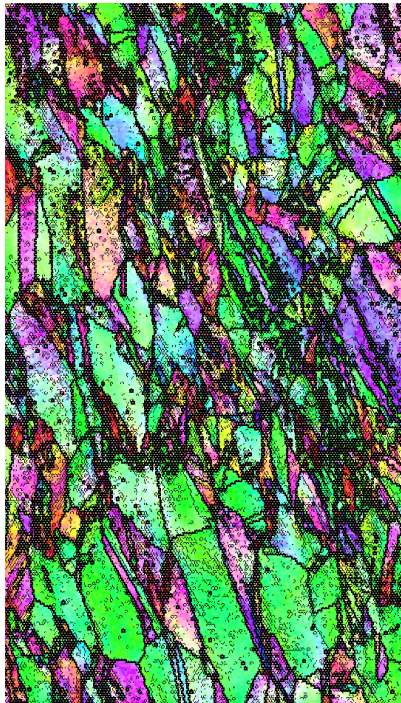


測定データを各軸の回りに回転することにより目的とする方位でデータを表現できる。この例では、左図のように回転することで、X線で得られる銅の圧延集合組織と同様の極点図になっている。



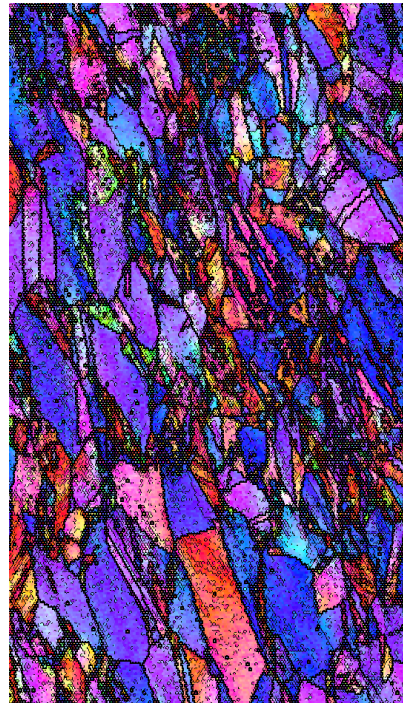
回転後の
極点図

データの回転後の方位マッピング像



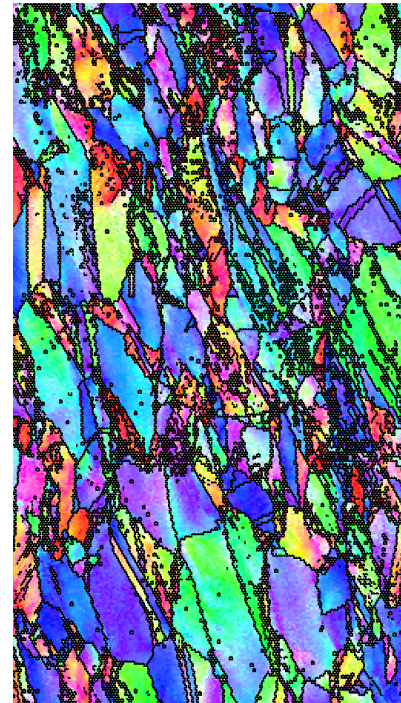
280.0 μm = 35 steps

ND方向



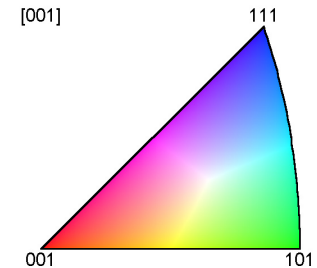
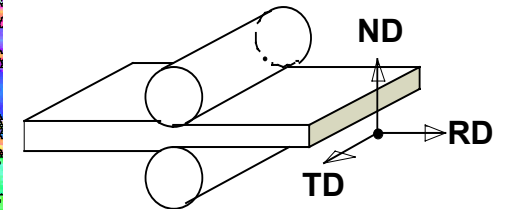
280.0 μm = 35 steps

RD方向



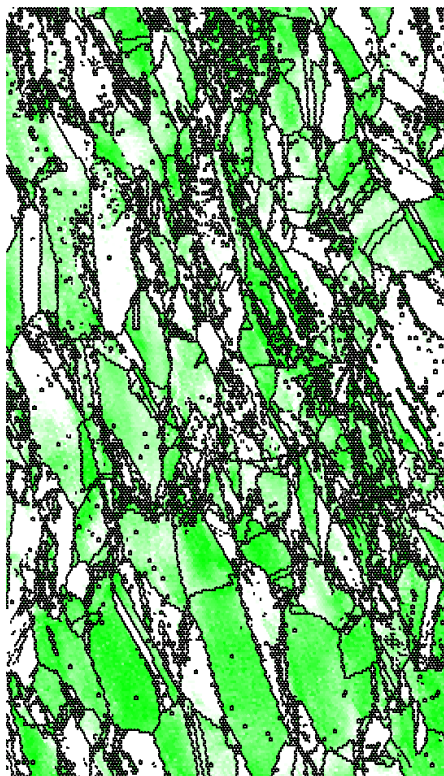
280.0 μm = 35 steps

TD方向

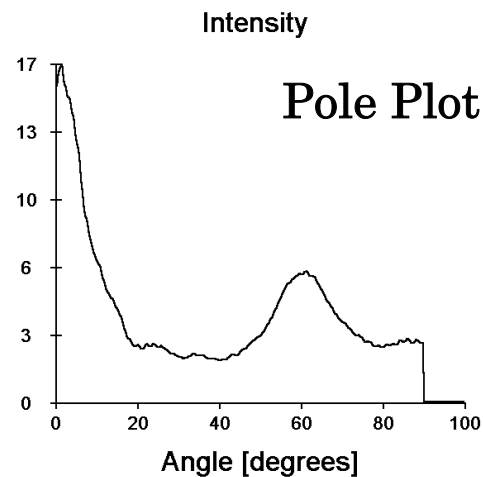
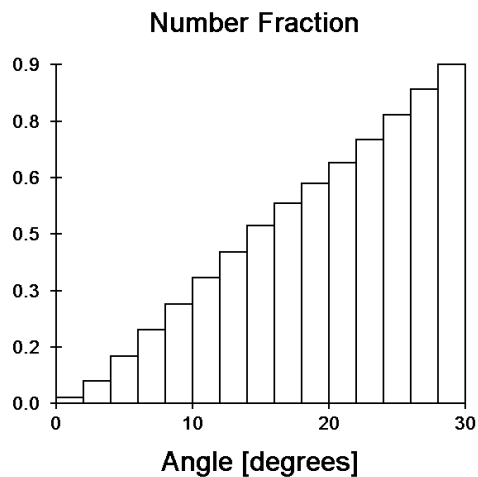
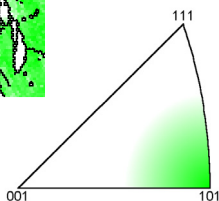


圧延方向および盤面方向にそれぞれ $\langle 111 \rangle$ および $\langle 101 \rangle$ に強い配向性が認められる

試料盤面方向の方位分布



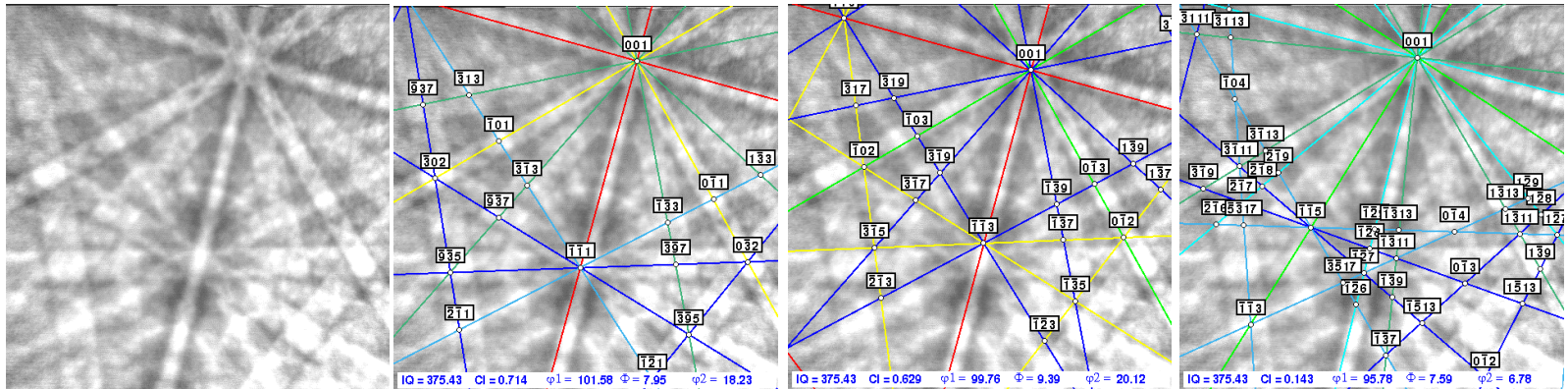
280.0 μm = 35 steps



試料盤面方向に $\langle 101 \rangle$ 方位が向いている結晶粒を 20° 以内の範囲で抽出。この試料では約60%の結晶粒が試料盤面方向に $\langle 101 \rangle$ 方位を持っている。

相分離の例

バンドの面指数を決める段階で、参照する結晶系データを複数指定しておけば、どの結晶系で最も良くパターンが一致したか判定することが可能となる。下図は MoSi_2 を特定した例である。



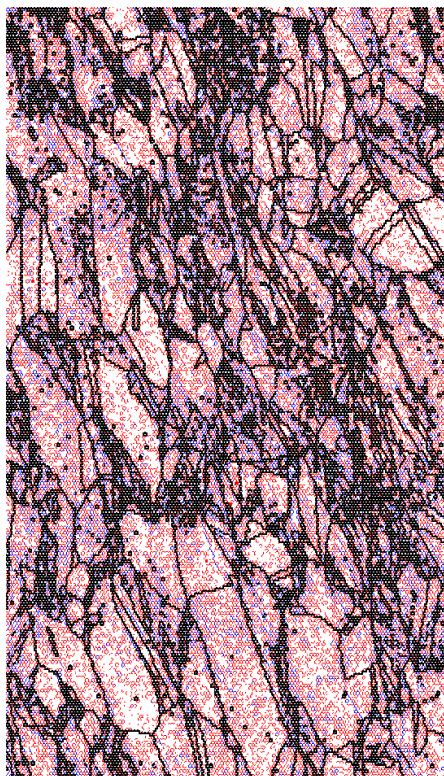
元のパターン

MoSi_2 で指数付け

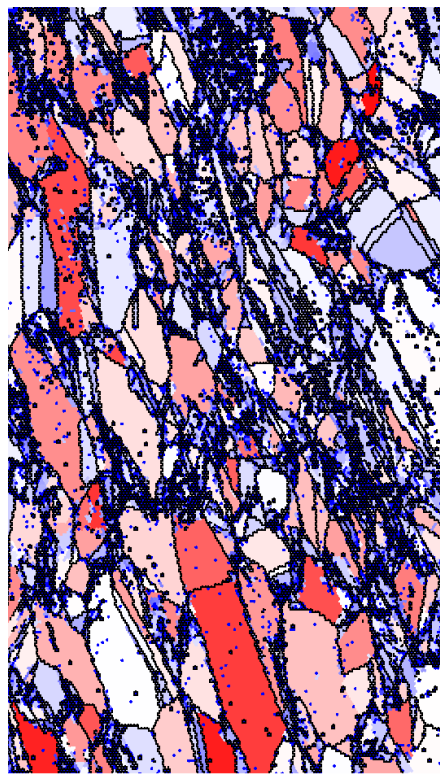
Moで指数付け

Mo_5Si_3 で指数付け

結晶粒内の方位分布像



280.0 μm = 35 steps



280.0 μm = 35 steps

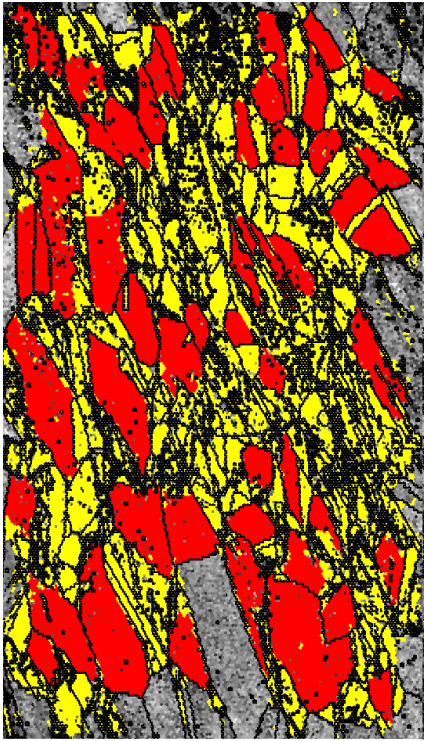
結晶粒界による
サブグレインの表示



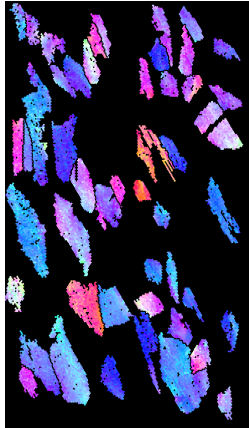
粒内角度分散の表示は、一つの結晶粒内で方位がどれだけ変化しているかを示すものである。

低角粒界の表示ではサブグレインの分布状況が分かるが、1つの結晶粒のたわみを表すものではない。粒内角度分散は1つ1つの結晶のたわみの大きさを示している。

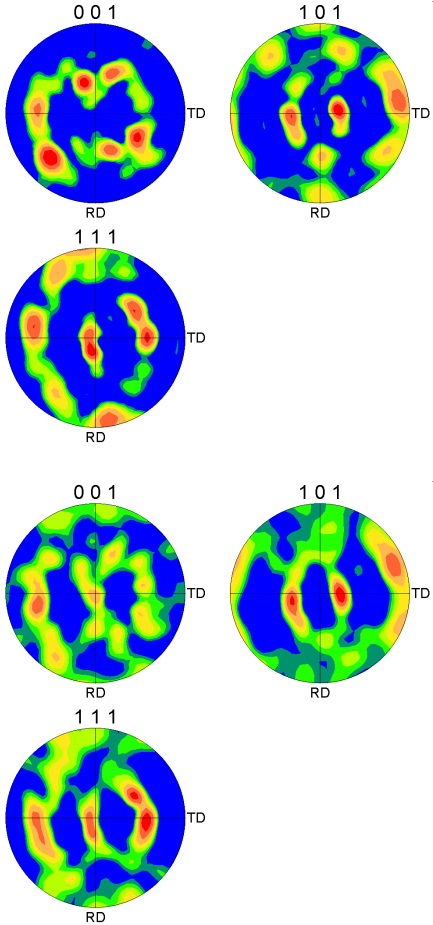
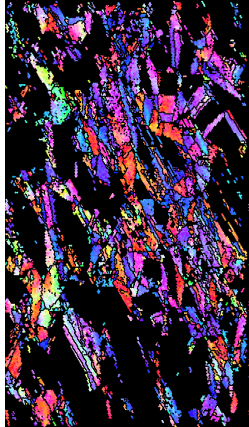
Partitionによる解析



赤



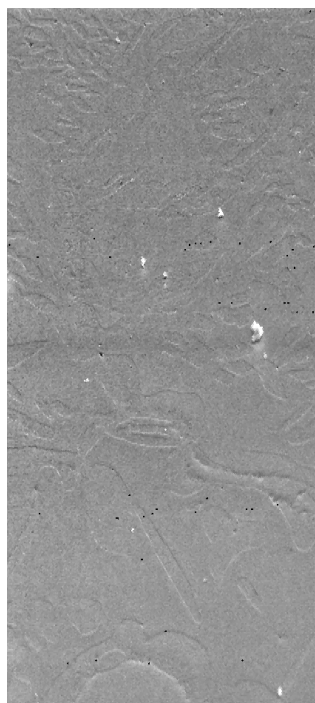
黄



大結晶粒と小結晶粒による極点図の違い

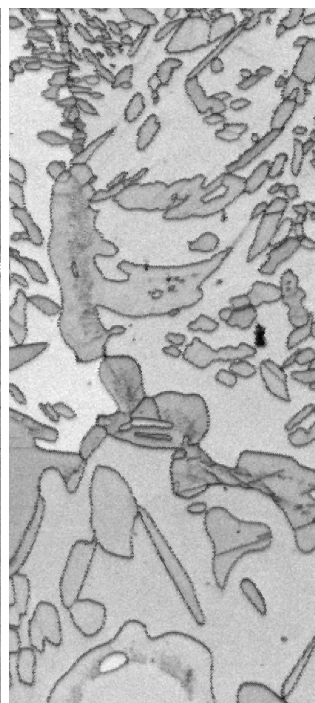
2相材の解析例： Steel

Alpha相およびGamma相を含むSteelの解析例



8.00 μm = 40 steps

SEM像



8.00 μm = 40 steps

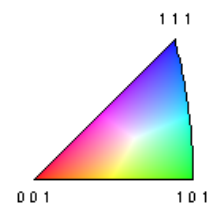
IQ map



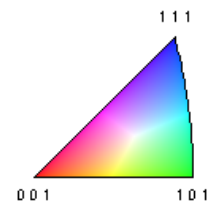
8.00 μm = 40 steps

IPF map

fcc_generic

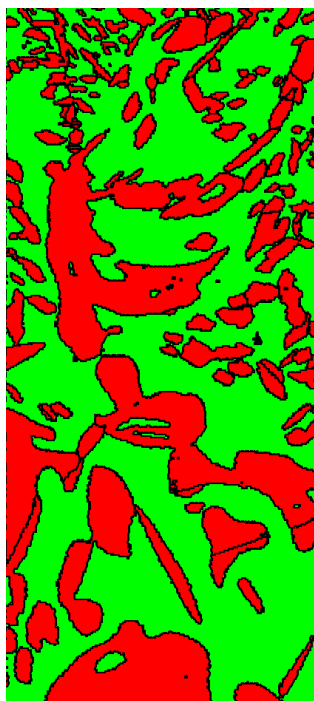


bcc_generic



2相材の解析例： Steel



Alpha相(BCC)およびGamma相(FCC)の分布状況

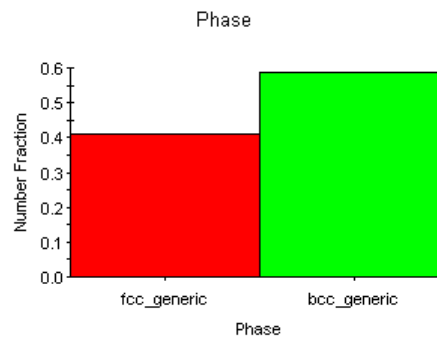


8.00 μm = 40 steps

Gray Scale Map Type: <none>

Color Coded Map Type: Phase

| | Phase | Total Fraction | Partition Fraction |
|---|-------------|----------------|--------------------|
|  | fcc_generic | 0.411 | 0.411 |
|  | bcc_generic | 0.589 | 0.589 |



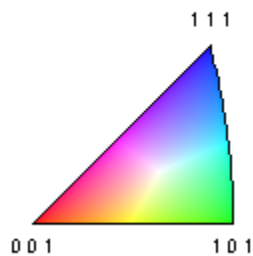
2相材の解析例： Steel

Alpha相 (BCC) 方位マップ像

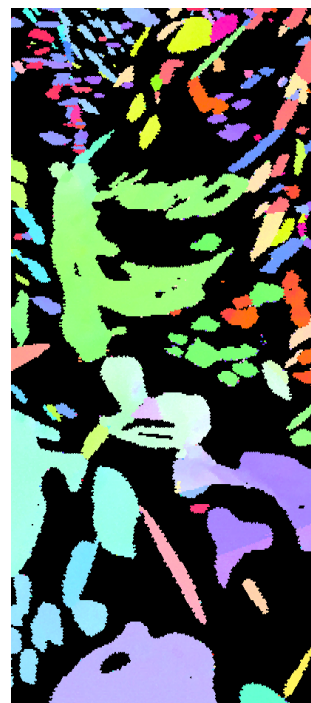


8.00 μm = 40 steps

bcc_generic

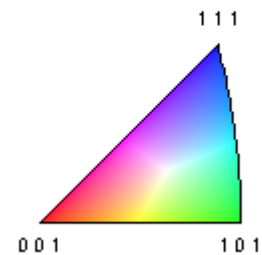


Gamma相 (FCC) 方位マップ像



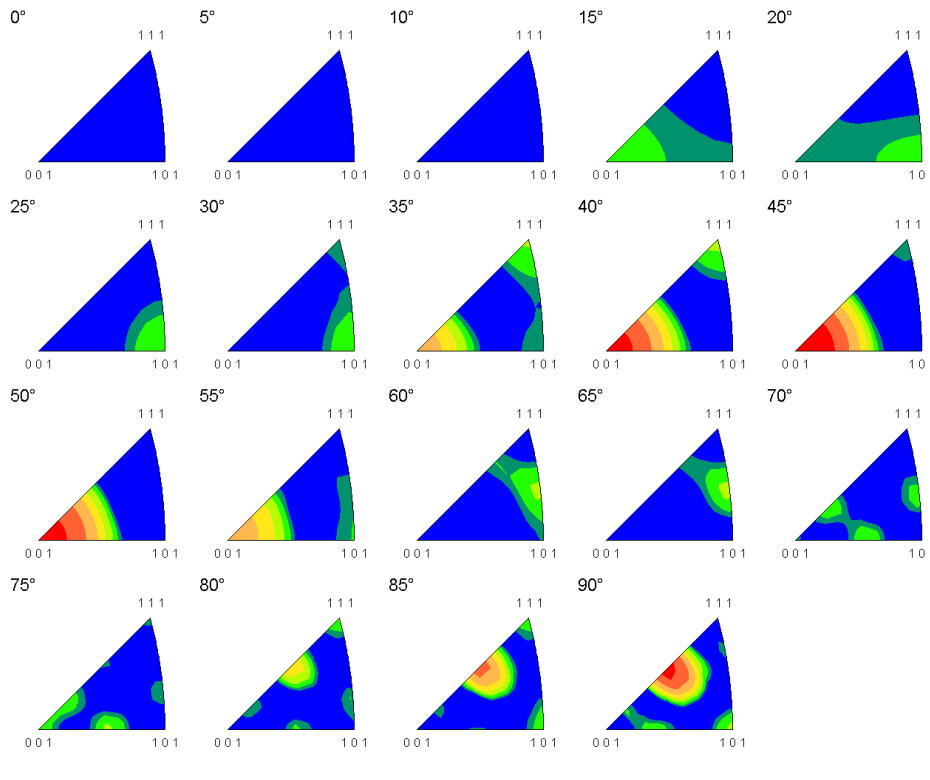
8.00 μm = 40 steps

fcc_generic

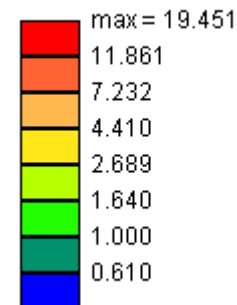


2相材の解析例： Steel

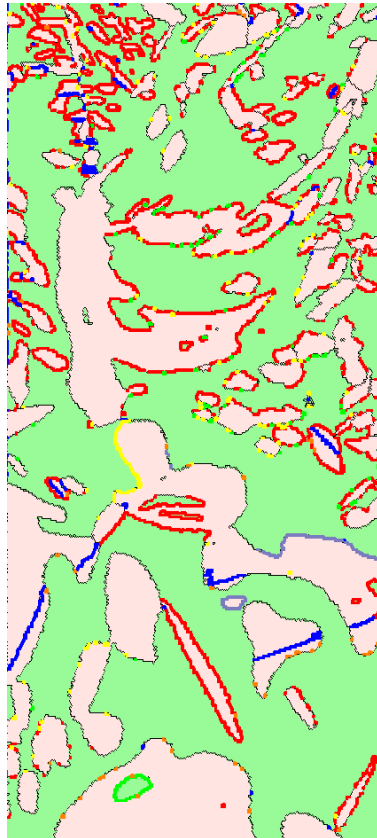
Alpha相(BCC)およびGamma相(FCC)のMDFプロット



Alpha相とGamma相では
〈001〉回りに45°回転した
 Σ 49bの結晶粒界の比率が
非常に高くなっている。



2相材の解析例： Steel



8.00 μm = 40 steps

Gray Scale Map Type: <none>

Color Coded Map Type: Phase

| Phase | Total Fraction | Partition Fraction |
|-------------|----------------|--------------------|
| fcc_generic | 0.411 | 0.411 |
| bcc_generic | 0.589 | 0.589 |

Boundaries: Rotation Angle

| Min | Max | Fraction |
|-----|------|----------|
| 15° | 180° | 0.968 |

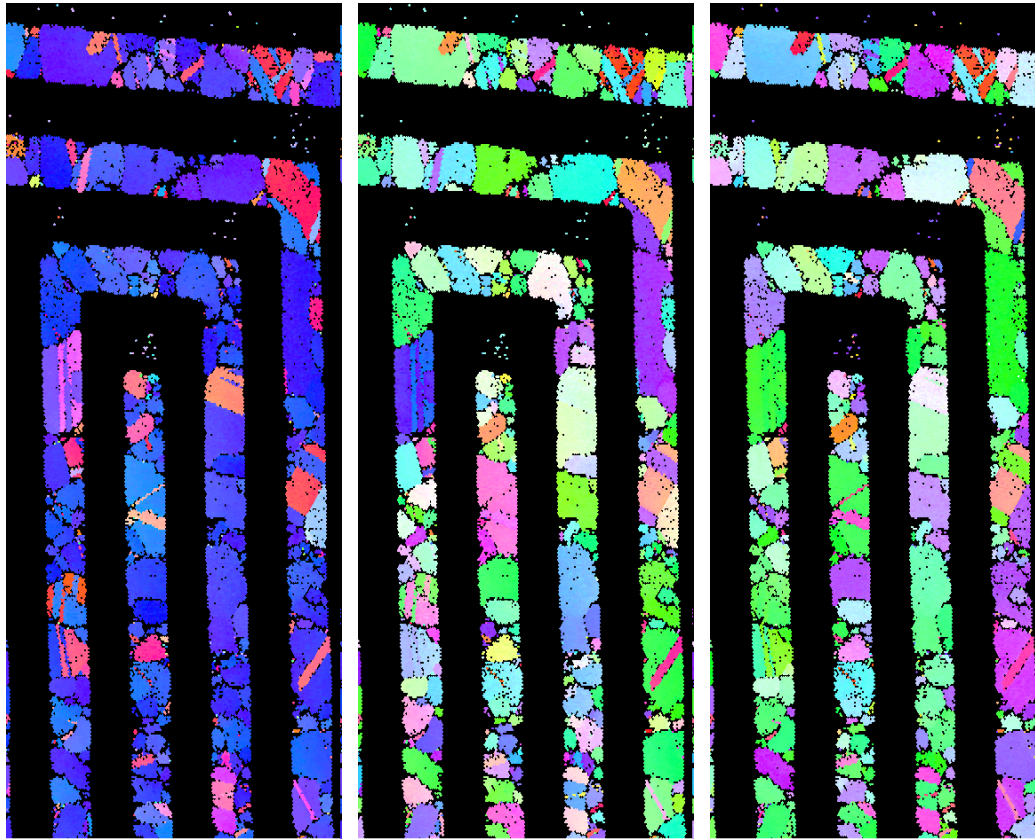
Boundaries: CSL

| Sigma | Tolerance | Fraction | Volume | MDF Value |
|---------|-----------|----------|--------|-----------|
| 49b | 2.14 | 0.344 | 0.0016 | 215.13 |
| 3 | 8.66 | 0.020 | 0.0176 | 1.13 |
| 13b | 4.16 | 0.007 | 0.0039 | 1.88 |
| 17b | 3.64 | 0.010 | 0.0039 | 2.46 |
| 29a | 2.79 | 0.009 | 0.0009 | 9.88 |
| 39b | 2.40 | 0.004 | 0.0045 | 0.94 |
| summary | - | 0.394 | 0.0324 | 12.17 |

*For statistics - any point pair with misorientation exceeding 2° is considered a boundary

Σ3の比率はΣ49bに次いで高いが、分布を見るとGamma相(FCC)内に限られている。これは、通常のFCC相内のtwinと考えると良く、2相間の境界の特性とは異なると考えられる。

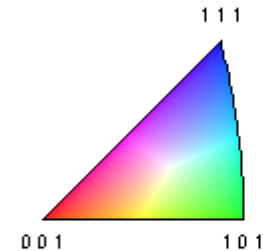
Examples of Cu damascene analysis



Gray Scale Map Type: <none>

Color Coded Map Type: Inverse Pole Figure [100]

fcc_generic



Boundaries: <none>

1.75 μm = 35 steps

1.75 μm = 35 steps

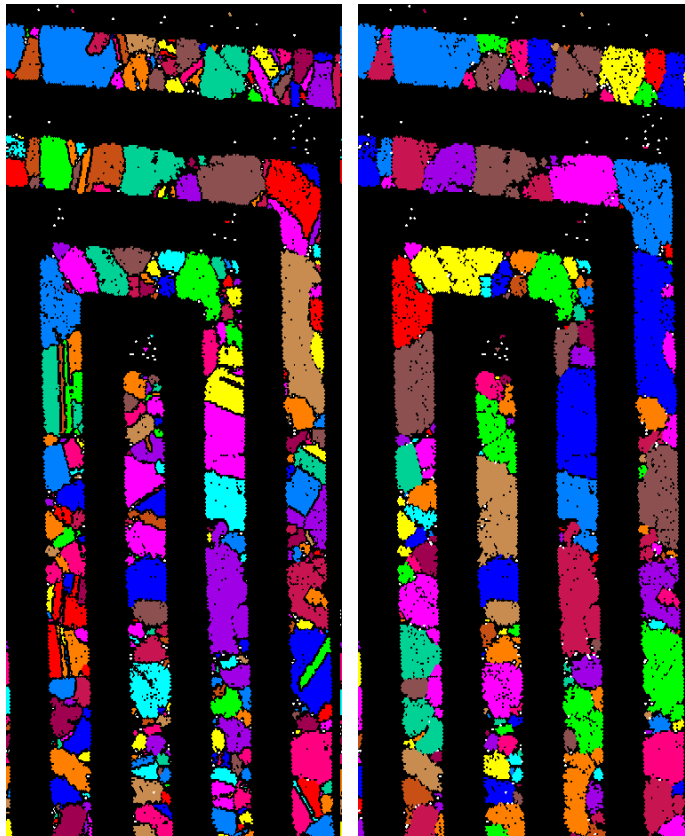
1.75 μm = 35 steps

ND

TD

RD

Grain Size Analysis



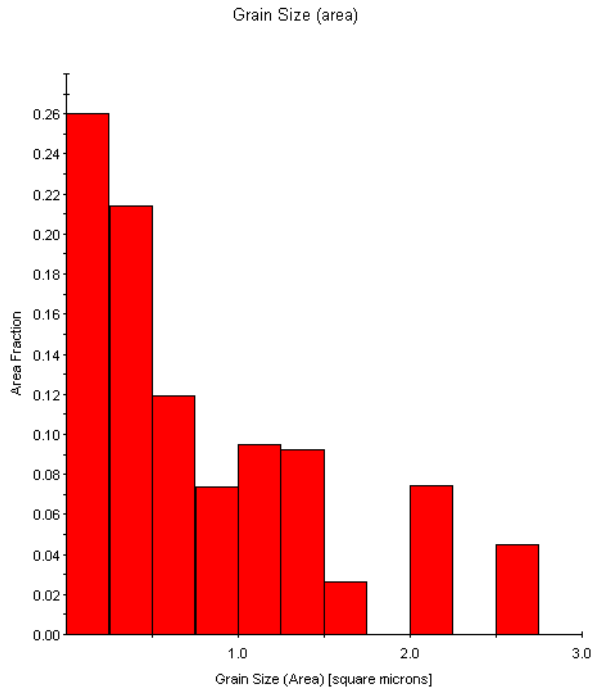
1.75 μm = 35 steps

1.75 μm = 35 steps

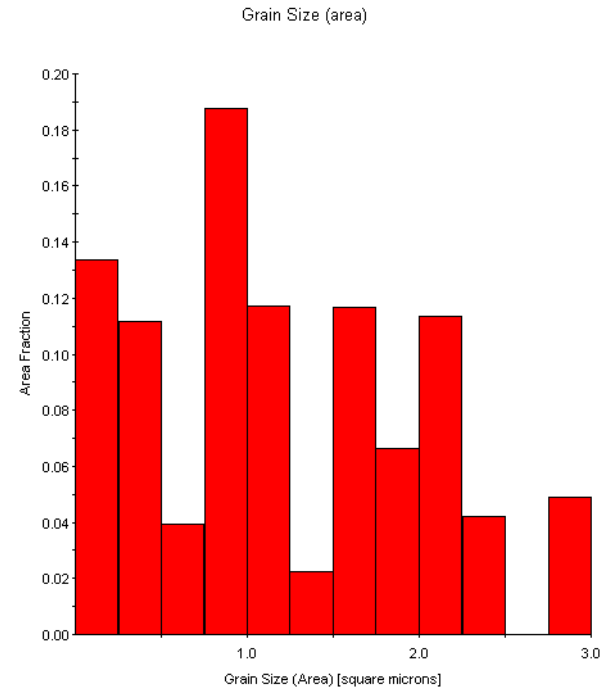
Unique Color Grain Map

右図は、 $\langle 111 \rangle$ 軸回り 60° で示されるTwin Boundaryを除去して表示した例である。

Grain Size Analysis



Average = $0.78 \mu m^2$



Average = $1.2 \mu m^2$

まとめ

- FE-SEMを用いたOIMによる解析では、数十nmオーダーの空間分解能が容易に得られる。
- OIMによる方位解析の精度は1°程度が十分に確保されている。
- OIMによる解析では、これまで不可能であったミクロの領域での正確な組織の解析が可能である。
- EBSP法を用いた相分離は、0.1 μ m程度の粒子に対しても正確に行うことができる。