

# Nb-Si合金に対するArイオンエッチングの加工歪層除去とEBSD測定

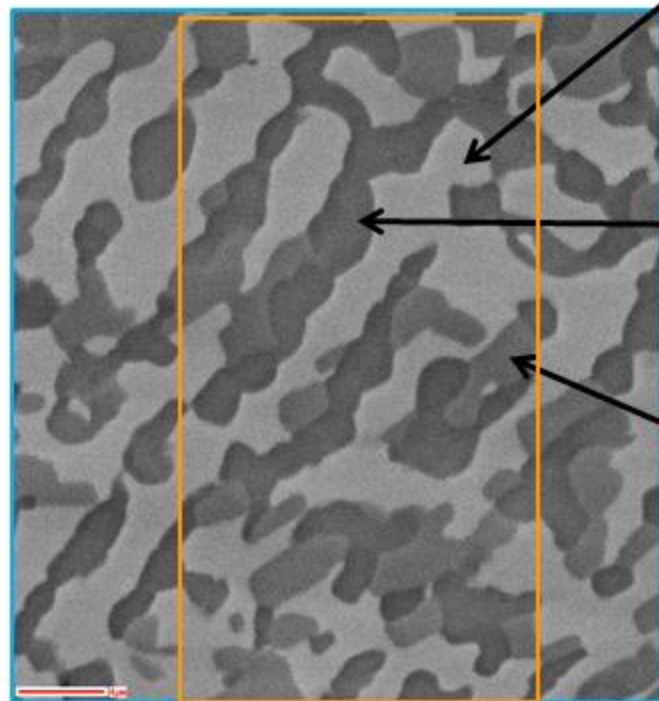
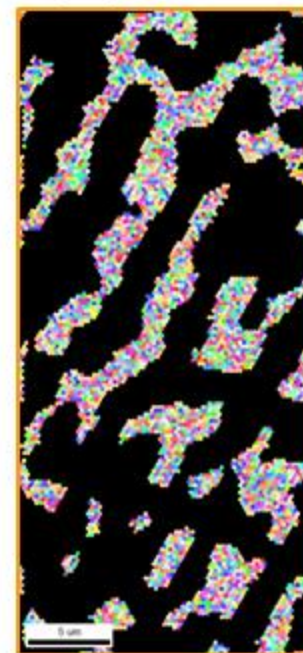
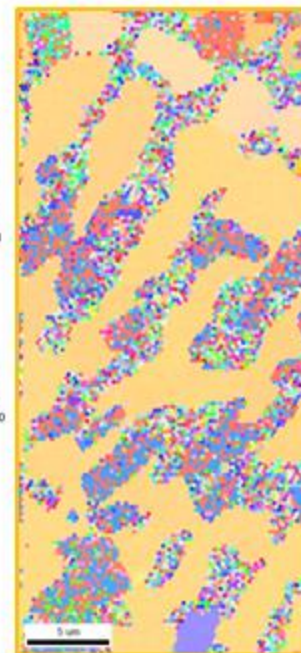
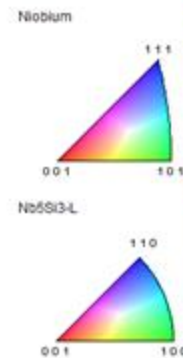
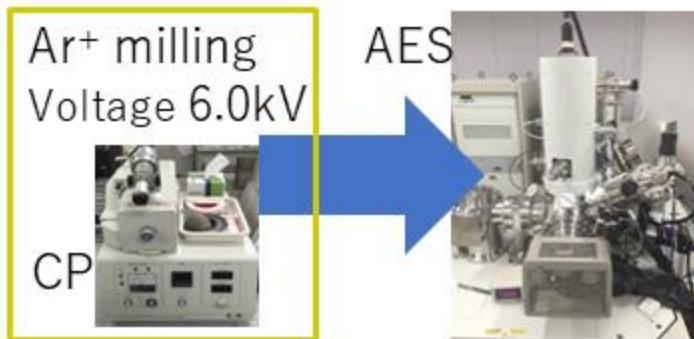
試料：CPでの断面試料作製を行ったNb-Si合金

分析条件：【オージェ分析】 M5、10kV/10nA

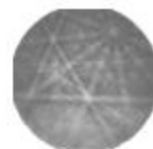
【EBSD】 20kV/5nA/エッチング条件1.0kV/0.7  $\mu$ A

## AES導入後エッチング前の分析

IPF map(全領域) Nb<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>相のみ抽出



Nb相

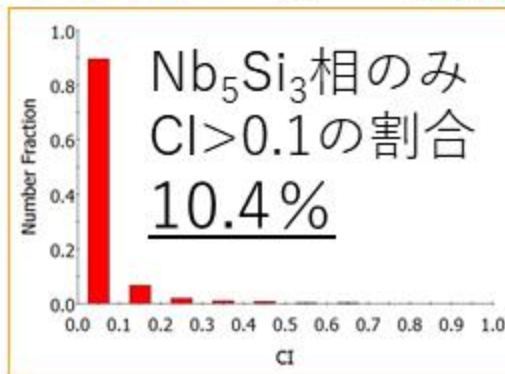
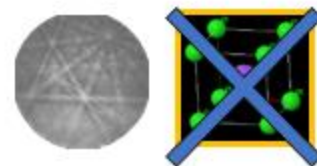


Nb<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>相



第3相

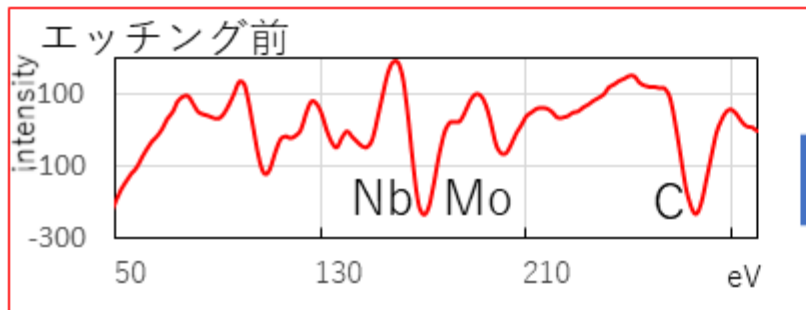
(結晶情報がないため評価せず)



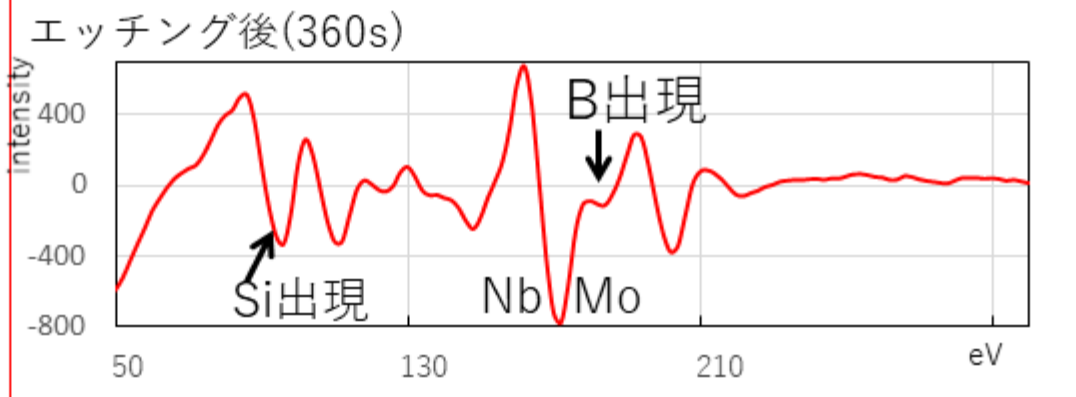
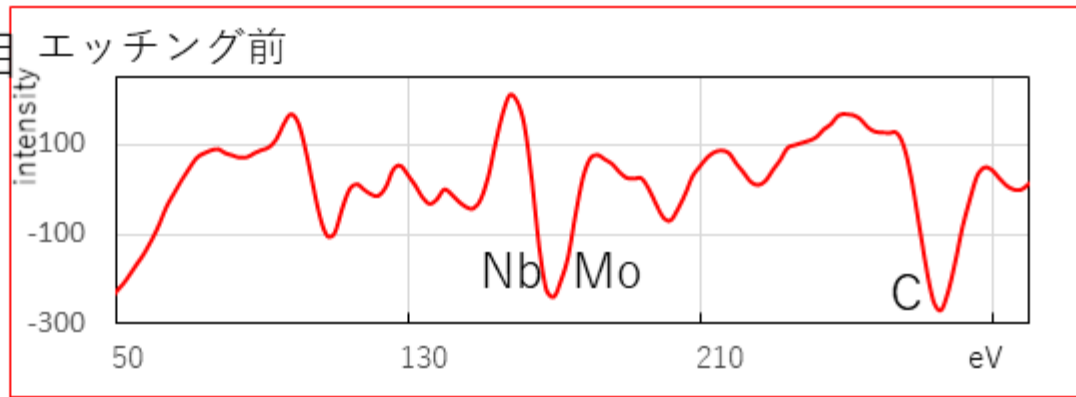
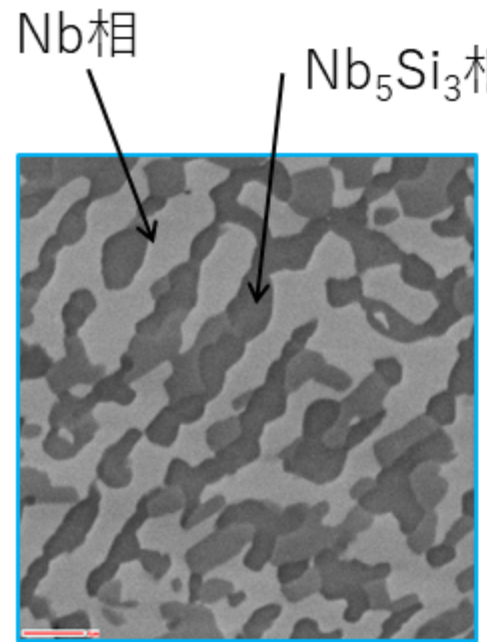
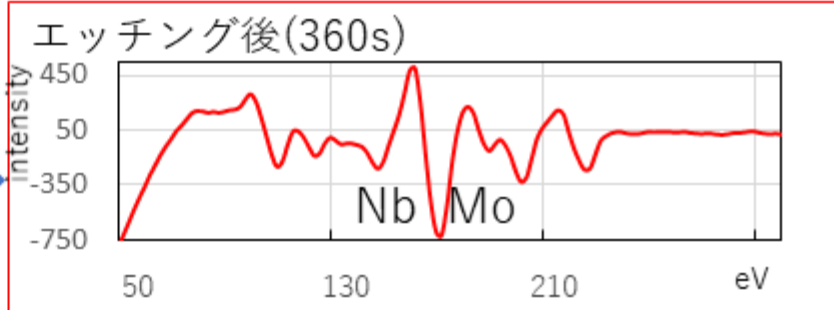
Nb主体の相、Nb<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>主体の相、他第3相を有する複数相の試料で、CPにより断面作製を行ったものをオージェ電子分光装置に導入し、EBSDを取得すると、Nb相は菊池パターンが明瞭に現れ、IPFmapも方位を問題なく描けているのですが、Nb<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>相の方は菊池パターンが明瞭に得られず、ランダムな方位を示しています。この相のCI値が0.1以上を持つ割合は1割ほどです。

# Ar<sup>+</sup> エッチング前後のオージェ分析

この試料に対し、オージェ分析室内でイオンガンによるAr<sup>+</sup>イオンエッチングを行い、その前後での各相のオージェスペクトルを確認します。するとNb相ではエッチング前後ではコンタミの除去以外大きな変化はない一方、Nb<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>相ではエッチングにより、組成に変化が見られます。恐らく表面にはCPでの加工の際に形成された変質層が存在していたのではないかと考えられます。



変化なし



原因?

変質層

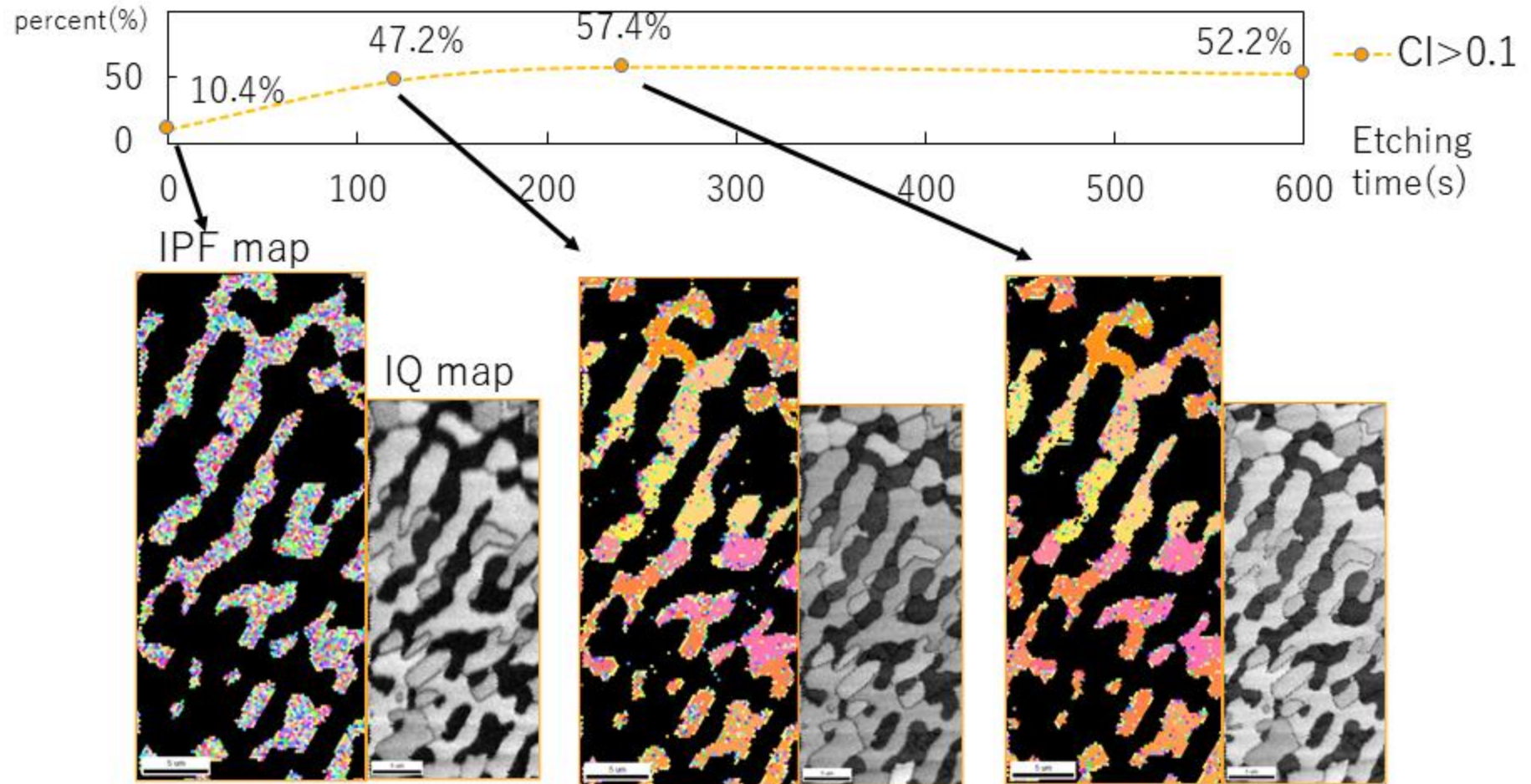
変化あり

本来の表面組成



## Ar<sup>+</sup> エッチングとEBSD分析

Ar<sup>+</sup>イオンエッチングを続けて表面の変質層を除去していきながらEBSD測定を実施していくと徐々にNb<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>相の菊池パターンが明瞭になっていき、CI値>0.1以上の割合が増加していきます。IPMマップではランダムな方位を示していた箇所が粒ごとの方位に変わっていききました。



Ar<sup>+</sup>エッチングで表面変質層を除去する事で、EBSD測定が出来なかった相から正しい方位情報を得られた

このようにオージェ電子分光装置ではEBSD測定が上手くいかなかった試料について、変質層をイオンエッチングで除去して改善する事が出来ます。