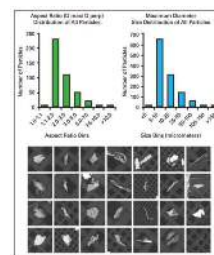


Explorer 4 粒子自動解析SEM

粒子の検出からサイズ計測、形状認識、元素解析までを完全自動化！

Explorer 4 本体



サンプル準備

解析スタート

自動解析

データ処理

レポート作成

レポート

オペレーターの介在が不要

Thermo Fisher Scientific 社製 Explorer4 粒子自動解析SEM は、SEMにEDXと自動解析ソフトを統合させた装置で、数千個の粒子を自動で検出し、個々の粒子に対するサイズ情報と元素組成を取得します。

操作はシンプルで、ユーザーが装置に試料をセットし、あらかじめ設定した解析レシピを呼び出し、解析をスタートさせれば、レポート出力まで完全自動で解析を行うようプログラムされています。

自動解析アルゴリズム

自動解析では、はじめから高解像度の画像を取得するのではなく、まずは粗いステップで連続的に視野全体を走査し、粒子を探しながら、次の視野、次の視野へと移動します

走査した場所に、設定した閾値を超える輝度の対象物が検知されれば、装置が粒子として認識し、サイズ計測を行うと共に、EDX分析して粒子の化学組成情報が収集されます（図1参照）。

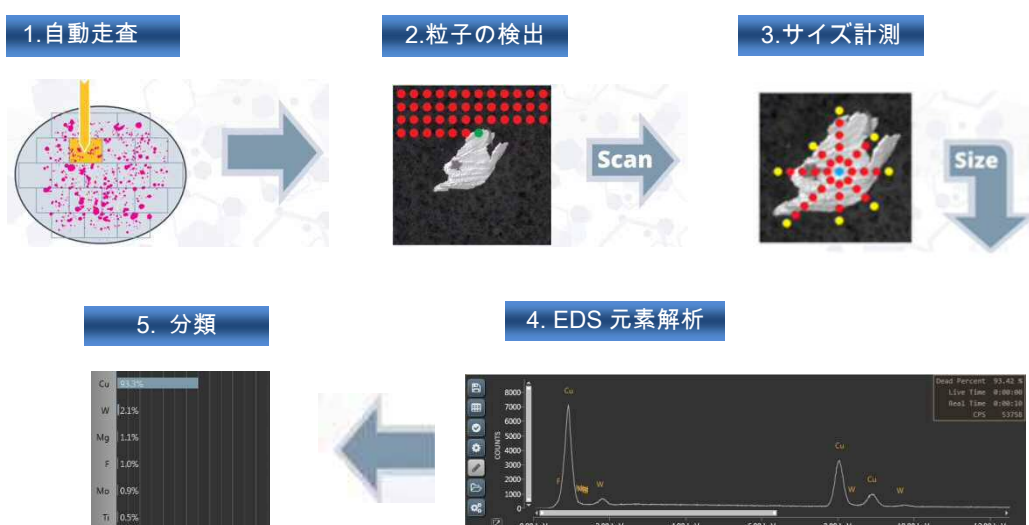


図 1 粒子の検出、サイズ計測、組成解析、分類の流れ

粒子サイズ分布

SEMは、付加製造法で使用される粉末の全範囲を正確に測定できる唯一の手法です(図2)。レーザー回折は、小さい粒子サイズ範囲における球状粒子を測定することが出来ますが(DMLS(直接金属レーザー焼結法)及びSLM(レーザー溶融法)プリンターとして使用した場合)、EBM(電子ビーム溶融法)の装置を用いた場合に、大きい粒子が誤って分類判定される可能性があります。動画像解析では、反対に大きい粒子の測定には向きますが、小さい粒子を測定することが出来ません。Thermo Scientific™ Explorer4™は、200nmから数mmまでの金属付加製造法で使用される粉末のあらゆるサイズ範囲に対応可能です。Explorer4 Additiveは、各粒子の最大直径、最小直径、周囲長、形状を測定出来るため、真球度について不正確な仮定をすることによる誤りを防ぐことが出来ます。加えて、粒子の物理的なサイズを直接測定するため、物質の屈折率を入力する必要はありません。ユーザーは、懸念無く混合された材料あるいは新しい材料のサイズを測定することが出来ます。また、非真球の再利用された粉末の同定も、未使用の球状粉末の同定と同様に、正確に測定可能です。

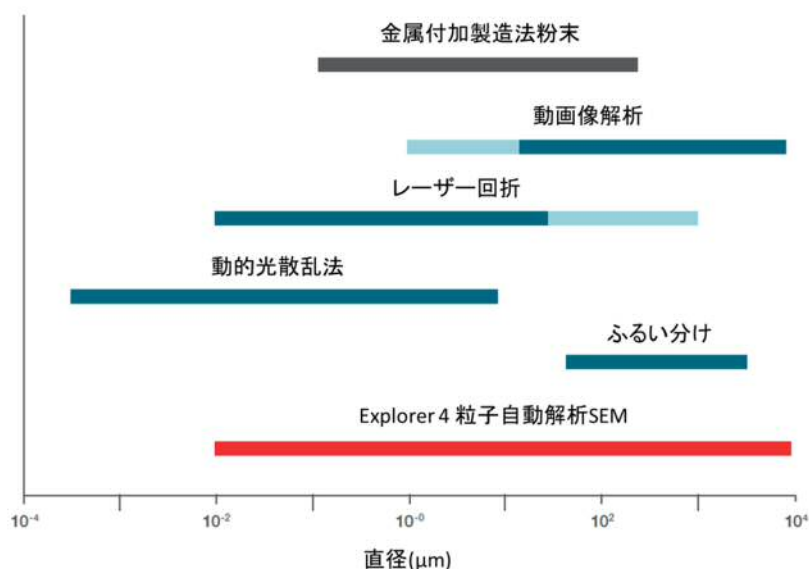


図2. 各手法の粒子サイズ範囲

レーザー回折法との比較

レーザー回折法は、数分布ではなく容積分布として、粒子サイズ分布を表示します。これは、微細粒子の存在は最小化される一方で、ヒストグラム中の大きな粒子は、より大きな割合となります。図3のグラフは、2つの異なる手法を用いて、同じ粉末を解析した結果を示しています。色づけで示した範囲において、小さな粒子の数は非常に重要です(赤線)。一方で、容積の寄与は非常に小さくなっています(青線)。Explorer4 Additiveは、初期設定では数分布ですが、ユーザー側で容積分布に変更可能なオプションを有しています。

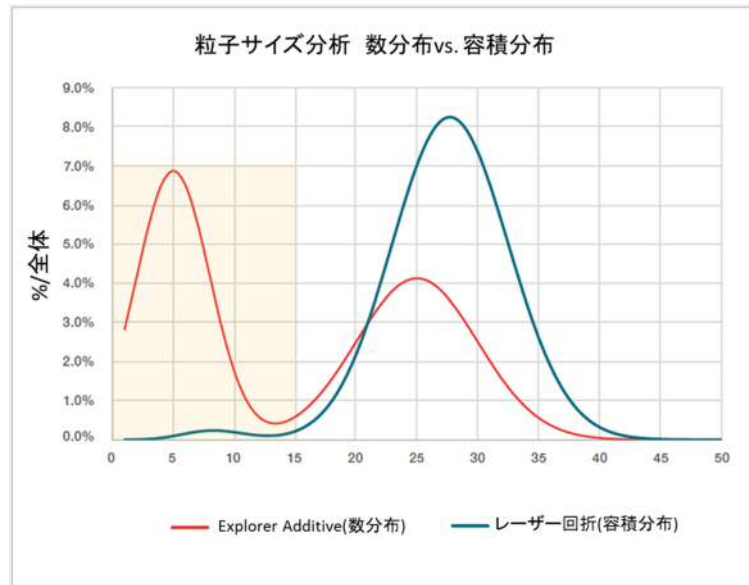


図3 Explorer4 とレーザー回折法の粒子サイズ分布

Explorer 4 を用いた金属付加製造法における粒子解析

金属付加製造法(Metal Additive Manufacturing)は、主に航空宇宙分野や生物医学分野において有望な新技術として注目されています。粉末床融合(Powder-bed)や指向性エネルギー堆積(Directed Energy Deposition)の様な技術では、金属粉末が使用されます。粉末の化学情報、サイズ分布及び真球度は、ビームによる溶融過程において重要です。

レーザー回折法等の既存の技術は、サブミクロンの大きさの粒子を評価することが非常に難しく、異なる元素や化合物を見分けることは出来ません。

付加製造法における最先端の技術をもってしても、従来の製造技術において長年抱えてきた多くの問題（欠陥、多孔性等）が発生します。それ故に、付加製造法や関連する工程のパラメーターに由来する欠陥の特徴を見つけることに現在注目が集まっています。電子顕微鏡を用いたマニュアルによる分析では、多くの会社が求める試料のN数に対する、欠陥のサイズや形状の分布を知ることは出来ません。

金属付加製造法における解析

ここでは、Thermo Fisher Scientific 社の Explorer 4 の自動解析機能を用いて、粉末粒子サイズや欠陥の分布を明らかにする方法について示します。サイズや形状の分布のみではなく、EDX 検出器によって異なる化学的性質の粉末粒子あるいは微細構造の特徴を区別することも可能です。以下に、サプライヤー2 社から供給された Ti-6Al-4V(64 チタン合金)の粉末の例を示します(以降 Supplier A 及び Supplier B)。

Explorer4 は粒子の形状及び化学組成、及び微細構造を基にした統計的な解析を可能とします。下の図4(a)では、純粋なチタンと Ti-6Al-4V 粒子を混ぜ合わせた粉末が示されており、双方の粒子ともほぼ球状でZ コントラストも類似しています。その為、反射電子像からでは、これらの粒子を区別することは出来ません。

Explorer4 では、粒子とバックグラウンドの輝度の違いを基に、まずは粒子の識別作業を行います。電子ビームを走査する中で粒子が検出されると、サイズ計測と共に、短時間（3秒）のEDS 解析により大まかな化学組成の判定作業を行います。その後、取得したサイズと組成情報を分類ルールと照らし合わせ、粒子の分類作業を行います。

図4 (b)ではルールを基に分類された結果が示されております。黄色で色づけされた純粋なチタン粉末は、組成の分類ルールにより解析の対象外として判定されたものです。正確なサイズやEDX による化学組成の解析は、形状や組成の分類ルールに合致した粒子に対してのみ実行されます（図4 (b)の緑色及び紫色に色づけされた Ti-6Al-4V 粉末粒子）。

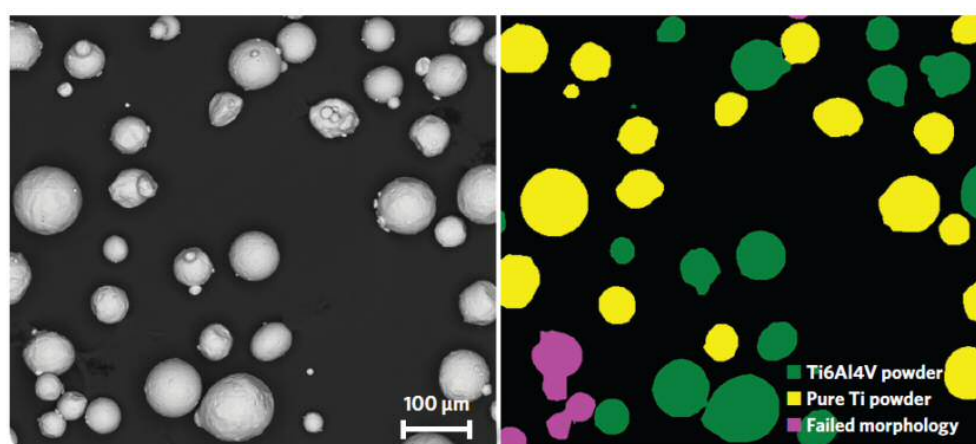


図4 Explorer 4 を用いた Ti-6Al-4V 粉末の粒子解析の例(左(a)、右(b))

粒子のアスペクト（縦横）比の分類ルールを追加することにより、緑色で色づけされた球状あるいは球状に近い粒子と、紫色で色づけされた歪な形状の粒子を区別することが可能となります。

このアプローチにより重なり合った粒子、あるいは固まっている粒子を除外することも可能となり、最終的に、球状の Ti-6Al-4V 粉末粒子のみを対象とした解析結果を得ることが出来ます。

粉末粒子のサイズ分布を自動測定した例を図5 及び 6 に示します。図5 では、サプライヤー2 社が製造する粉末のサイズ分布を示しています。Explorer 4 は、各試料約 4,000 個の粒子を約 20 分で解析しました。2 種類のサイズ分布は約 30 μm 以下のサイズの粒子数が異なり、Supplier A では 30 μm 以下の粒子が多く含まれるのに対し、Supplier B では粒子サイズの下限が約 25 μm であることが明らかになりました。分布を得るために必要な測定時間は、粒子カウント数を制限することで短縮することが出来ます。

図6 では、Supplier B の試料で、粒子カウント数が 1,000～10,000 の場合のサイズ分布を比較しています。2,000 粒子以上で、分布に変化は殆ど見られませんでした。測定時間を 10 分から 50 分(2,000 粒子から 10,000 粒子) まで延ばしても、粒子サイズの中央値は約 1 μm しか変化しませんでした。これらの結果は、Explorer 4 が 10 分程度の測定時間で、粉末粒子の組成ごとのサイズ分布を得られる可能性を示しています。

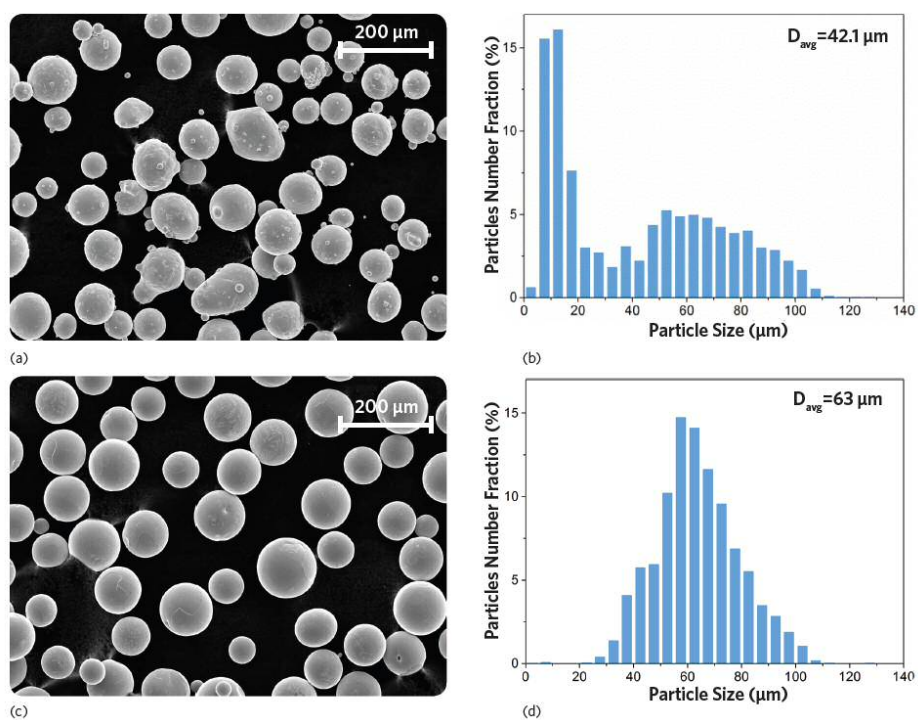


図5 Explorer 4 で測定した Supplier A(a, b)及び Supplier B(c, d)の2次電子SEM画像及びその粒子サイズ分布

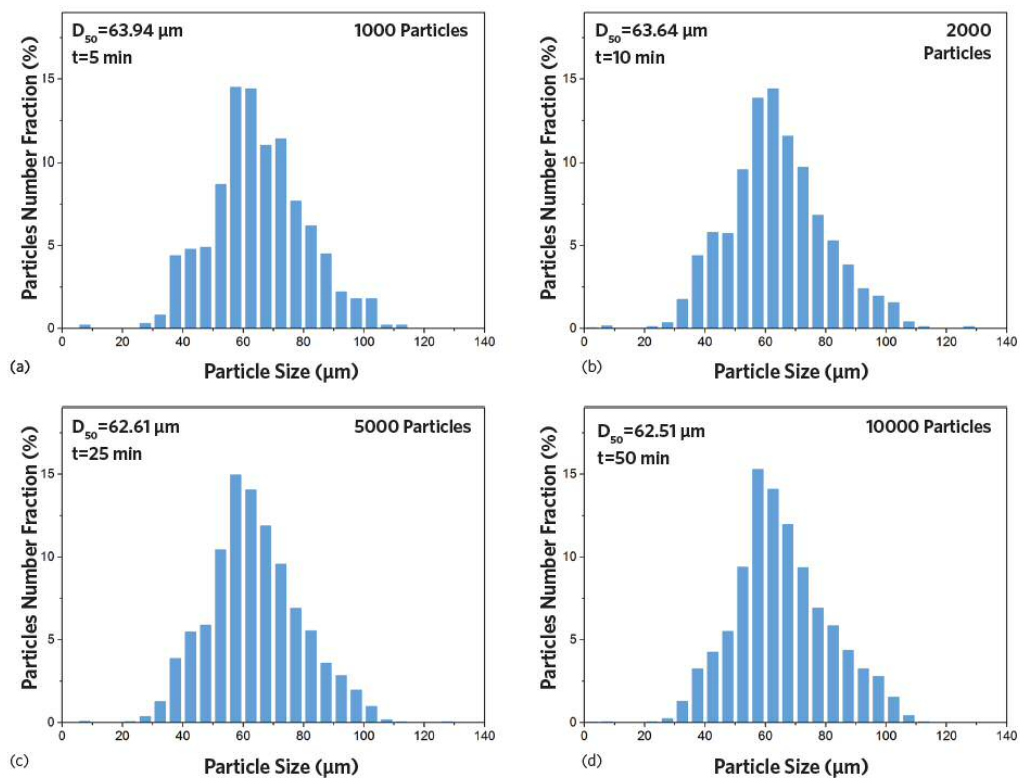


図6 Explorer 4 を用いて Supplier B のTi-6Al-4V を(a) 1,000 粒子、(b) 2,000 粒子、(c) 5,000 粒子、(d) 10,000 粒子測定した場合のサイズ分布

金属付加製造法における欠陥分析

付加製造法で部品を製造した後は、解析の焦点は粉末の微細構造や欠陥情報にシフトします。数 μm ～数百 μm 程度の溶融していない部分の欠陥は、光学顕微鏡でも特定可能ですが、気孔や介在物等小さな欠陥の場合は、電子顕微鏡でのみ検出可能です。Explorer 4は、cm単位の面積の欠陥マップやサイズ分布を作成するのに非常に適しています。

図7aは、付加製造法による試験試料で、図7bは、球状の介在物の隣にある、溶融していない部分を示した試験試料の断面図です。引き延ばされ溶融していない部分は、個々の丸い粉末粒子を識別出来ます。球状の介在物は、溶融していない部分とは異なる化学的性質のため、分類ルールにより、介在物のみのサイズ分布の解析が可能です。

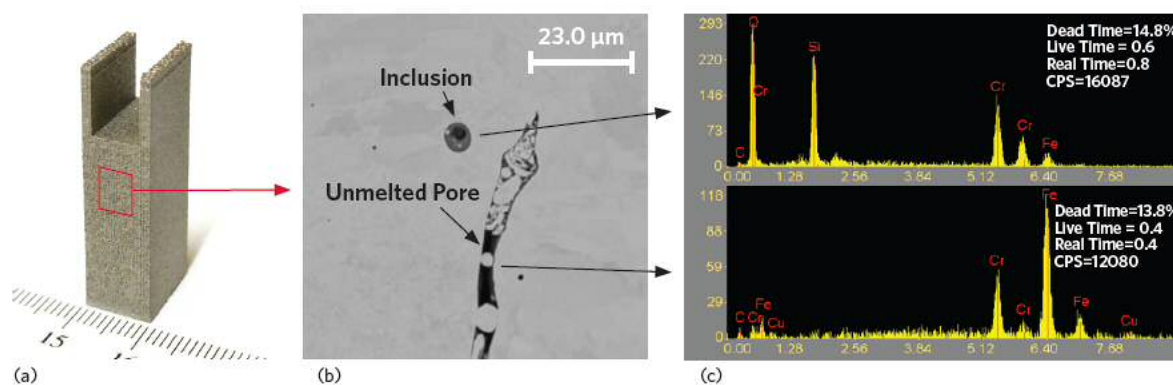


図7 付加製造法による(a)試験サンプルの写真、(b) 典型的な溶融していない気孔や介在物の後方散乱画像、(c)自動解析中の酸化ケイ素の介在物(上)及び溶融していない気孔(下)のEDSスペクトルの例

図8では、肉眼でも見える様なより大きい範囲での Explorer 4 の性能を検証するため、図5aで示した付加製造法による試験部品をより大きい範囲(図8a：桃色で色づけされた1mm角の範囲)で解析しています。気孔のマップ、介在物のマップ及び合成したマップを図8bに示します。Explorer 4は、肉眼で見える範囲でも解析可能であることを示し、測定目的に合わせて、これらの範囲をより小さく分割することも可能です。

例として、付加製造法による試験部品の主な部分の範囲(図8aの黒及び赤の長方形)での気孔や介在物の体積分率を解析しました。同様の解析を、サンプルの上面の薄い部分に対しても行いました。図8cにこれらの測定の結果を示します。この特定の試験部品に対して、気孔の体積分率(面積比率は同等、標準的な量的立体解析学の方法による)は、厚い部分では2.3%に対し、薄い部分では0.25%でした。一方で、介在物の体積分率は、厚い部分では8.6%であったのに対し、薄い部分では3%でした。

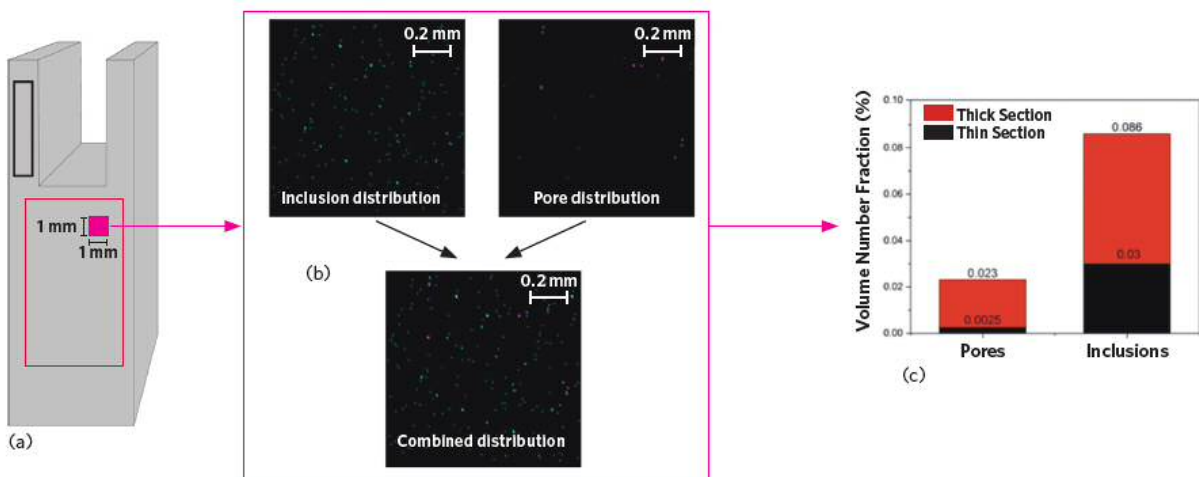


図8 (a) 付加製造法による試験試料の解析範囲、(b) 桃色で強調した1 mm角の範囲に対する介在物と気孔の分布及び合成写真の測定結果、(c) 付加製造法による試験サンプルの厚い部分及び薄い部分に対する気孔及び介在物の合計の体積分率(赤と黒の長方形)

結論

Explorer 4は、粉末の粒子サイズ分布や欠陥サイズ分布の高速解析を可能にします。さらに、組成や形状を区別し解析することが可能です。Explorer 4を用いた付加製造法による製造品や粉末の微細構造の欠陥の解析は、付加製造法に有用な手段となります。

<お問い合わせ>



極東貿易株式会社 新素材部

〒100-0004

東京都千代田区大手町2-2-1 新大手町ビル7階

TEL 03-3244-3755

E-mail : amd.hp01@kbk.co.jp

URL: <http://www.kbk.co.jp/>