ノート

イオンミリング法による電子顕微鏡観察用断面試料の作製

林　成実*　斎藤　雄治*

Application of Ion milling to Sample Preparation for Cross-section Analysis by SEM Observation

HAYASHI Narumi* and SAITO Yuji*

1.　緒　　言

走査電子顕微鏡（以下 SEM）による試料の断面観察分析を行う際，試料の前処理が重要である。通常，組織や形状を確認するための断面作製法は，樹脂包埋後，機械式研磨を行っている。しかし，めっき，塗装などの表面処理材や複合材料では，ダレや欠けなどが発生し観察分析ができない場合がある。また，吸水や汚染されやすい試料では研磨が難しい。これらの問題を解決する方法として，イオンミリングによる断面作製がある [1)]。これは，機械的な力を加えずにアルゴンイオンビームを使用し，断面を加工する方法である。

本報告では，機械式研磨や刃物による切断では観察が困難な，表面処理した金属，紙やプラスチックなどの軟質材料の断面を弊所所有のイオンミリング装置で作製し，SEM 観察分析を行った事例を紹介する。

2.　試料断面作製

2.1　使用装置

イオンミリング装置として，日本電子（株）製クロスセクションポリッシャ IB-09020 を使用した（図 1）。本装置は，試料直上にスパッタリング速度の遅い遮蔽板を置き，その上からアルゴンのブロードイオンビームを照射してエッチングを行うことで，遮蔽板の端面に沿った断面を作製することができる（図 2）。

2.2　試料および前処理

断面作製用として，下記の試料 5 種を用いた。

・めっき処理板：ニッケルめっき銅板，
　　クロメート鋼板（ワッシャ）
・複合多層材料：電子基板，CFRP 板
・紙系材料　　：耐水研磨紙（#80，220，
　　1000 を 3 枚重ねたもの）

図 1　クロスセクションポリッシャ

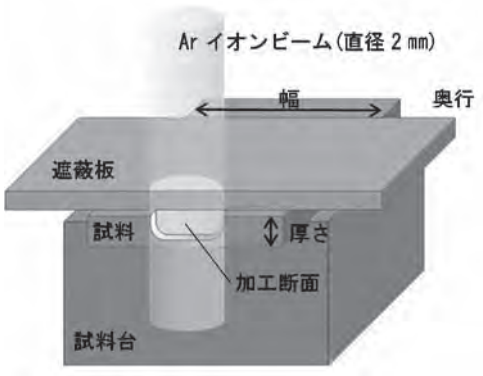

図 2　断面作製の概要

＊　県央技術支援センター

断面を作製するには，図 2 のとおり最大試料寸法は厚さ 2mm×幅 11mm×奥行 10mm となる [2)]。また，試料の上下両面が平滑で，加工断面が直角であり，バリや窪みがないサンプルが必要である。そのため前処理として，めっき処理板および電子基板については，精密切断機を用いて約 8mm 角に加工した後，平面研磨機で加工断面を平坦に加工した。CFRP および耐水研磨紙についてはエポキシ樹脂で包埋後，サンプルの上下面が平坦で断面厚さが 2mm 以下になるように研磨し試料とした。材質や加工する厚さに応じ，加速電圧 4～6kV にて，6～12 時間程アルゴンイオンビーム照射を行い加工した。

3. 断面観察結果

各試料の断面について，SEM による反射電子組成像観察およびエネルギー分散型 X 線分光装置（以下 EDX）による分析を行った。

以下に試料ごとの断面観察結果を示す。

3.1 ニッケルめっき銅板

図 3 に断面の SEM 観察画像を示す。厚さ 0.5mm 銅板の表面に約 1.8μm のニッケルめっき層が確認された。また，銅基材には結晶組織の方位の違いを示すチャネリングコントラストが確認された。

3.2 クロメート鋼板（ワッシャ）

図 4 にクロメート鋼板断面の SEM 観察画像を，図 5 にその全面の元素分析結果を示す。厚さ 0.8mm のクロメート鋼板であるワッシャの表面には，亜鉛めっき層が確認され，元素分析の結果では，クロメートの Cr およびストライクめっきの Cu も確認された。また，銅基材より明瞭ではないが，鉄基材でもチャネリングコントラストが確認された。

3.3 電子基板

図 6 に電子基板および断面観察部を示す。その断面の SEM 観察画像を図 7，8 に，図 8 の元素マッピング結果を図 9 に示す。はんだ接合部から基材までの多層構造体の断面をダレもなく確認できた。また図 9 より銅めっき層とはんだの境界面にニッケルめっき層が確認された。

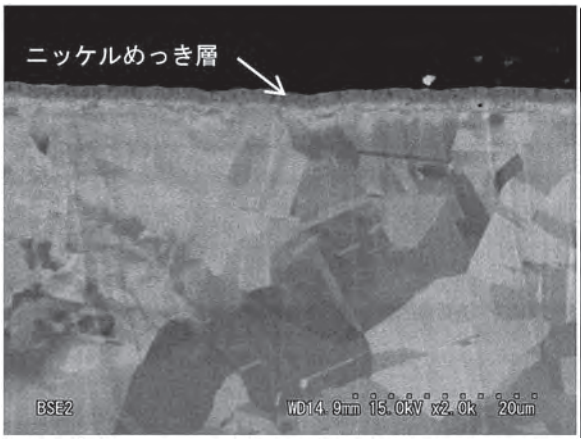

図 3 ニッケルめっき銅板の SEM 観察画像

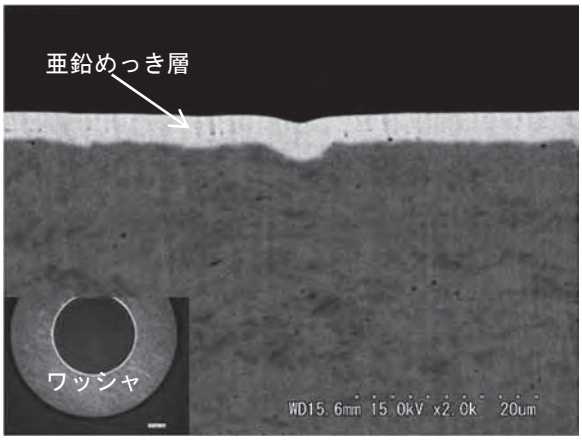

図 4 クロメート鋼板の SEM 観察画像

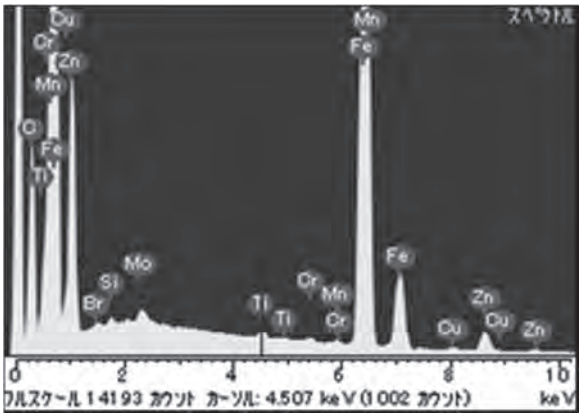

図 5 図 4 全面の元素分析結果

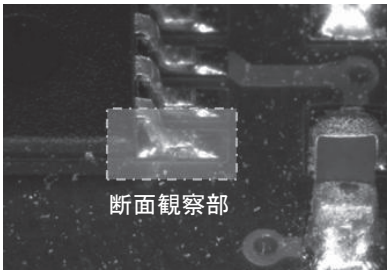

図 6　電子基板と断面観察部

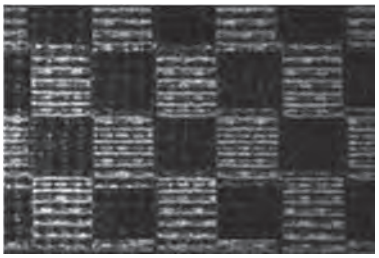

図 10　CFRP の表面画像

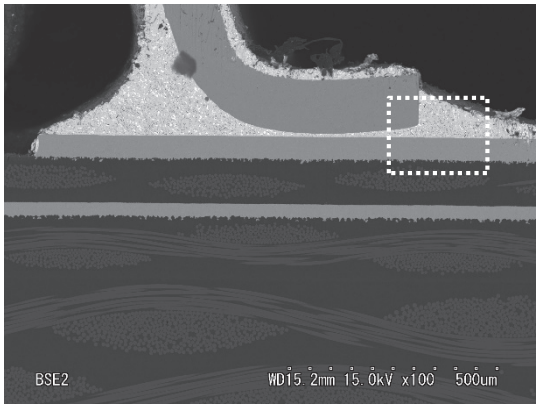

図 7　断面の SEM 観察画像

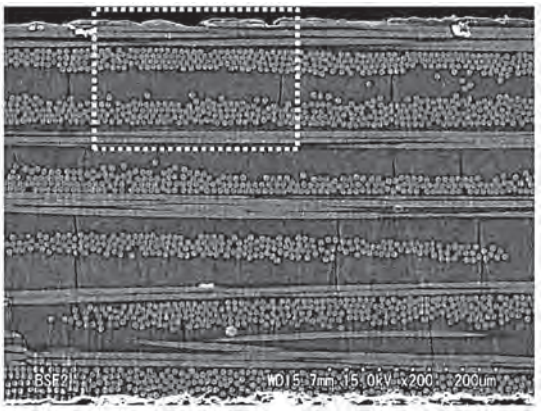

図 11　断面の SEM 観察画像

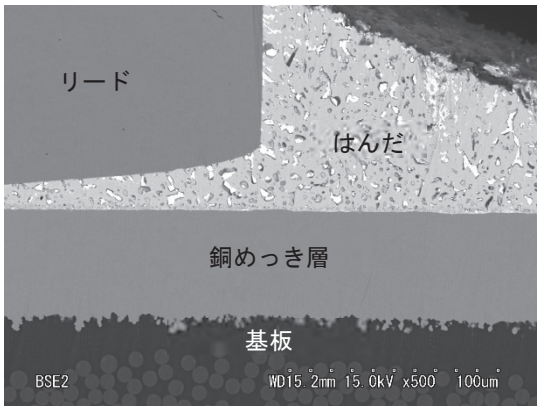

図 8　図 7 資格部の SEM 観察画像

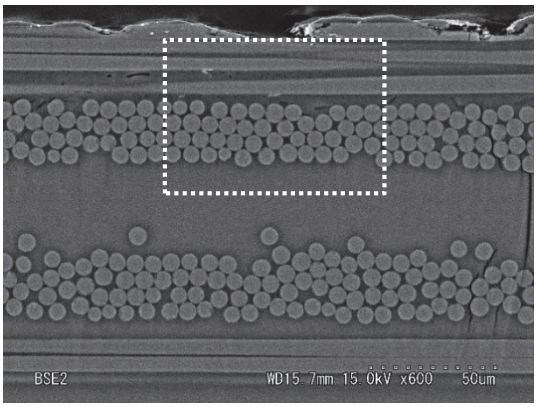

図 12　図 11 四角部の SEM 観察画像

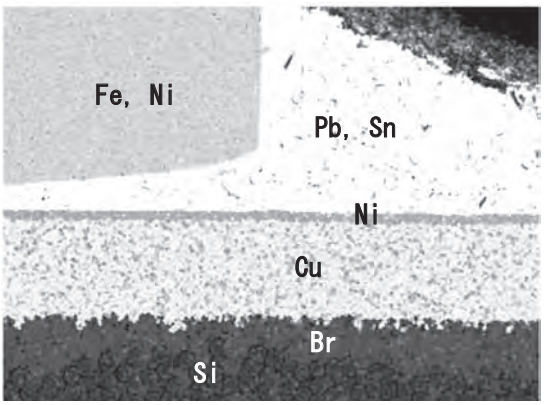

図 9　図 8 の元素マッピング結果(合成像)

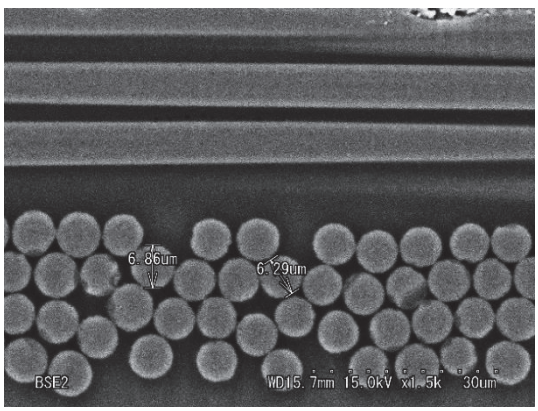

図 13　図 12 四角部の SEM 観察画像

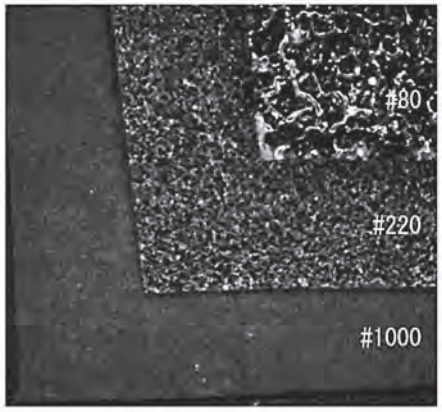

図 14　断面作製した各種耐水研磨紙

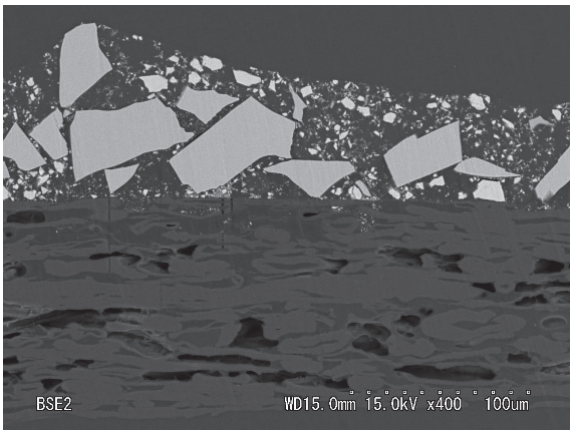

図 16　耐水研磨紙#220 の拡大 SEM 画像

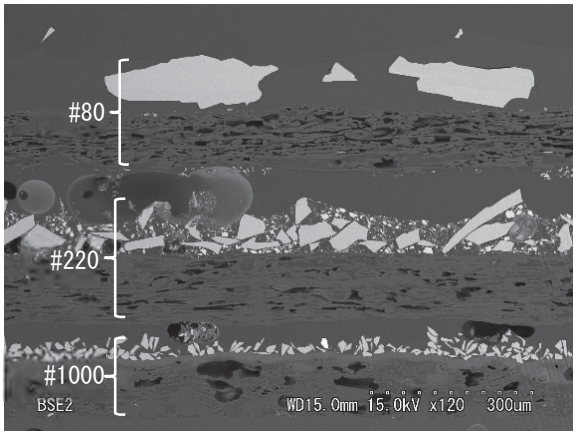

図 15　重ねた種耐水研磨紙の SEM 観察画像

図 17　図 16 の元素マッピング結果(合成像)

3.4　CFRP

図 10 に表面から見た CFRP を，断面の SEM 観察画像を図 11，12，13 に示す。格子状に編み込んだカーボン繊維の断面が層状になっていることが確認された。また，カーボン繊維の直径は約 7μm であることが確認された。

3.5　耐水研磨紙

図 14 に断面作製した各種耐水研磨紙を，重ねた耐水研磨紙の断面 SEM 観察画像を図 15 に示す。また，＃220 の拡大画像を図 16 に，その元素マッピング結果を図 17 に示す。研磨材，接着剤，基材紙ともダレることなく形状が確認された。また，粒度の違いによる研磨材の形状および分布状況が確認できた。

4.　結　　言

（1）本装置による断面作製により，めっき層厚さや組成を確認できた。また，電子基板や CFRP，耐水研磨紙など，金属，樹脂，紙などが複合し，多層の構造を持つ材料もダレることなく形状が確認された。

（2）金属材料では，結晶方位の違いに起因するチャネリングコントラストを確認した。

参考文献

1）材料技術教育研究会編，“改訂版　金属組織の現出と試料作製の基本”，（株）大河出版，2016，pp.273.

2）“IB-09020CP　クロスセクションポリッシャ取扱説明書”，日本電子（株）