

ミクロトーム法による金属材料の微細構造観察技術

D

材料開発における表面解析の役割はますます重要となり、最表面だけではなく、その近傍の内部までも含めた深さ方向の情報が必要とされている。

深さ方向の分析方法としては、表面分析装置による表面からのスパッタリング法と、樹脂埋込みなどにより、断面を機械的に研磨した試料を分析する方法が一般的であるが、前者においては時間（＝深さ）とともに表面粗度が増し、深さ分解能が低下すること、また後者では表面エッジのダレや研磨剤の残留、などの問題があった。

鋭利なナイフによってバルク試料を切削し、薄切片を作り出すミクロトーム法¹⁾は、生物試料の光学顕微鏡観察や、極微小領域を調査する透過電子顕微鏡観察に用いられている、ユニークな試料作製方法であるが、最近は金属材料を対象として、平滑に切削された断面自体を直接観察する、断面観察法の一つとして利用が図られており、試料の最表面から内部への深さ方向の、2次元的情報をえることができる。

1) 酒井俊男：表面化学，
Vol.6, No.4(1985)，p.259

ここでは、ミクロトーム装置に拡大顕微鏡（マイクロCCDスコープ）を組合わせて、局所領域の断面微細構造観察を可能とした試料作製法の概要と、金属材料への応用例を述べる。

試料作製と装置構成

D - 1

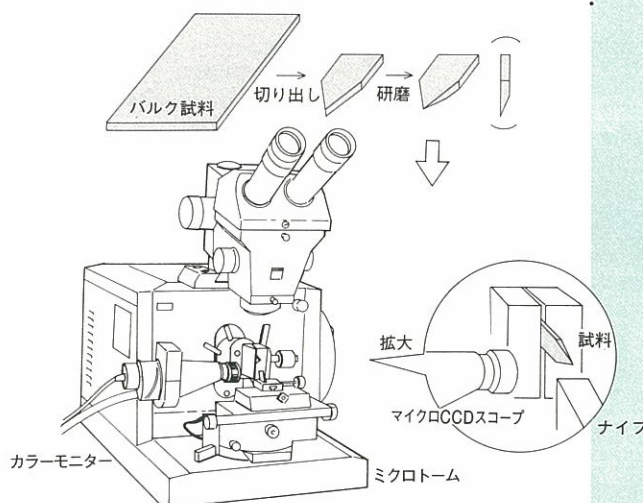
試料作製の概要と装置構成を第1図に示す。ミクロトームに使用するナイフは、ガラスナイフやダイヤモンドナイフが主であり、これらは非常にもろいものである。このため、硬い金属材料では大きな試料の切削は不可能で、事前のトリミング（切削のための整形）が試料作製のキーポイントとなる。

トリミング手順は、まず精密切断機で目的とする試料部分を切り出し、野球のホームベース形状に加工する。その後、さらにサンドペーパーなどを用いて、先端が0.5mm厚さ以下の薄いくさび型形状に仕上げる。このとき、試料のくさび型の部分に被観察部が含まれるようにする。

トリミングを終えた試料をミクロトームにセットし、目的とする切断位置をマイクロCCDスコープで拡大、確認しながら切削を行う。

マイクロCCDスコープは、焦点距離が長いいため、試料から離れて観察でき、ミクロトーム切削時の妨げにならない。また、25～200倍までのズー

ム観察が可能で、局所領域の立体的なカラーイメージがえられる。一般的には、ガラスナイフで予備切削し、ダイヤモンドナイフで最終仕上げを行うと、平滑な断面がえやすい。



第1図 試料作製と装置構成図

応用例

D - 2

鉄などの硬い金属も、トリミングによって十分に薄い予備試料にすることができれば切削可能であるが、通常は銅、アルミなど、比較的やわらかな金属を対象としている。ここでは銅材料への応用例について紹介する。

写真1にエネルギー分散型X線検出器付き走査型電子顕微鏡（EDX-SEM）による天然緑青銅板の断面観察例を示す。これらは50～100年の年月

を経過し形成された緑青皮膜で、緑青の生成過程を推察することができる。

このような、もろく、かつポーラスな錆や腐食生成物などは、試料の調製が非常に難しいが、これらを断面方向から直接観察できれば、皮膜の全体構成や生成過程、さらには素地との界面情報などがえられる。硬さの異なった金属同士の接合界面を分析・調査する場合、通常の研磨法では“ダ

2)磯野誠昭ほか：日本金属学会第113回秋期大会講演概要集，(1993)，p.359

レ”が生じて真の界面状態を出現させることはできない。特にすずや銀などのやわらかな金属では一層困難である。

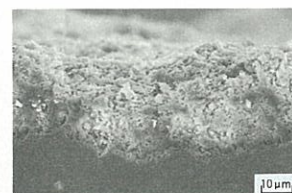
写真2は、銅合金のリードフレームに銀めっきを行ったもので、銀めっき表面に生じた異常突起の下部の断面観察例である。下地銅合金の表面付近にはFe-P未固溶物が存在し、その周囲からMgおよびSの不純物元素が検出された²⁾。

この不純物元素の領域を、さらに空間分解能のよい走査型オージェ電子顕微鏡(SAM)で分析した結果、第2図に示すようにMgとSのみが検出され、Mg₂S化合物と推定された。

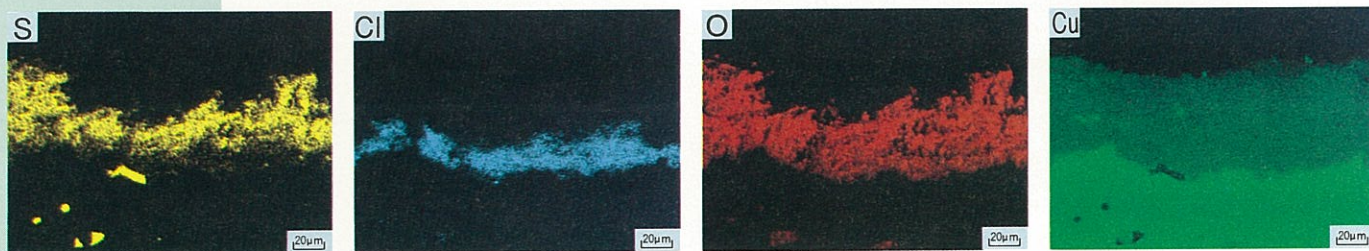
このように、マイクロトーム法では目的とする部分だけを単独に切り出して検鏡試料とすることができ、樹脂などの埋込み研磨試料では不可能な超

高真空分析装置にも導入が可能となり、さらに精度の高い情報をえることができる。

研磨剤を使用しないこともマイクロトーム法の大きな特徴で、内部にマイクロボイドや空洞のある試料に有効である。写真3は、走査型電子顕微鏡(SEM)により、銅合金に発生した孔食の断面状況を観察したものである。マイクロトーム法により試料作製を行っているので、研磨剤が空洞中に充填されることもなく、腐食による孔食の生成過程を推察することができる。

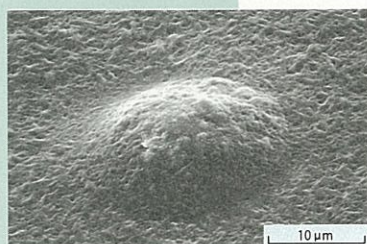


(2次電子像)

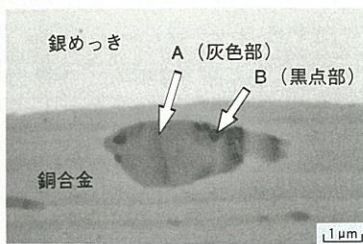


特性X線像

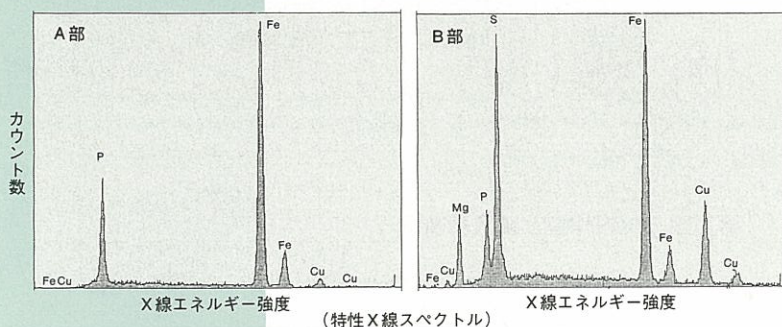
写真1 天然緑青銅板の断面観察 (EDX-SEM)



(銀めっき表面の突起)

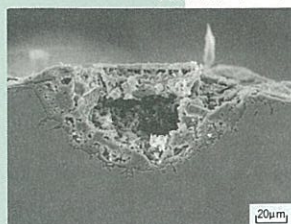


(断面観察)



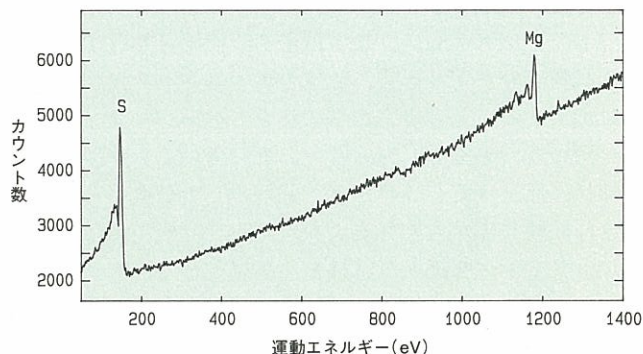
(特性X線スペクトル)

写真2 銅合金リードフレームの銀めっき異常部の断面観察 (EDX-SEM)



(2次電子像)

写真3 銅合金の孔食の断面観察 (SEM)



第2図 写真2 B部の微小部元素分析 (SAM)

エレクトロニクス技術の発展と相まって、分析機器の進歩にはめざましいものがあるが、分析の基本となる試料調製技術は、今なお経験や勘に依存している面がある。ここに、分析解析技術者としての機器に支配されない個有の技術を発揮、駆使する機会があり、これが結果を大きく左右することがある。日ごろ蓄積したこれらの技術を駆使してみなさのお役に立てることができれば幸いである。

[関門事業所 林富美男]