

クロスセクション・ポリッシャによる難加工材料の表面研磨

三重大学工学研究科技術部

中村昇二

shoji@mach.mie-u.ac.jp

1 はじめに

一般的に、走査型電子顕微鏡（以下 SEM という）に供する試料の表面加工は、耐水研磨紙での研磨後、ダイヤモンドあるいは酸化アルミニウム等のペースト状研磨剤や懸濁液を用いるバフ研磨仕上げをおこなう。しかし、この加工法では機械的な力がかかるため、脆い材料であるセラミック等、柔らかい試料である紙および生体材料である脆くかつ柔らかい貝殻等のリアルな表面加工は不可能である。そこで、今回用いたイオンミリングと称されるクロスセクション・ポリッシャ（以下 CP という）で表面加工をおこなうことにより、難加工材において物理的損傷等を全く伴うことなく鏡面仕上げが可能である。さらに、従来の加工方法では極めて難しいとされていた微粒子断面の加工も可能となった¹⁾。本報告では、実際におこなった難加工材料の紹介と二次的効果として得られる電子チャネリングコントラストの紹介もおこなう。

2 クロスセクション・ポリッシャとは

CP とは、高真空下においてアルゴンイオンビームを照射し、試料と同時に遮蔽板とよばれる押さえ板の断面を加工する装置である。アルゴンイオンビームにより、ナノサイズで試料断面表層部を削り落とすことが可能であり、試料構造上で硬さの異なった材料をも加工歪みが少ない断面を得ることができる²⁾。図 1 に、今回使用した日本電子製・CP/IB-09010 の装置外観を示す。また、図 2 に装置の構造図を表わす。装置仕様としては、イオン加速電圧 2~6kV、イオンビーム径 500 μm 以上（半値幅）、ミリングスピード 100 $\mu\text{m}/\text{h}$ 以上、最大試料サイズ 20 mm×10 mm×5 mm、試料加工スイング角 $\pm 30^\circ$ となっている。



Fig. 1 CP/IB-09010

3 難加工材の研磨

通常、サンプルの前処理は前記したように最終研磨の前にバフ研磨等を施すが、今回の事例は CP の効能を特化するため行わなかった。最初のサンプルは、CP の効果を最大限に活かした紙断面である。パソコン印刷用の写真用紙をカッターナイフで切断した断面であるが、著者の知る限りにおいて従来までの加工方法では観察不可と考えられる材料である。次ぎに試みた試料は、微小粉末の断面である。これは、前処理として工業用エポキシ系接着剤に粉末試料を混ぜ、それをシリコン基板に貼付け処理をおこなう。その他、一般的な金属試料断面はもとより、工夫をこらせば断面加工でなく鋼材表面研磨をおこなうことが可能である。これらの CP 加工条件であるが、各試料の個体差をみるため、イオ

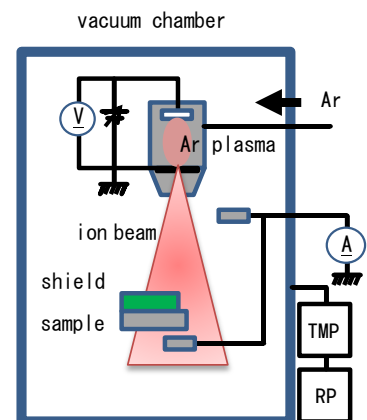


Fig. 2 schematic diagram of CP

ン加速電圧 6kV、イオン電流 50 μ A として 4~8 時間おこなった。

4 SEM 観察と考察

図 3 に、写真用紙断面、アコヤ貝断面、マグネシウムシリサイド粉末試料断面、アルミナ絶縁管断面、アルミアングル、マグネシウム合金棒及び銅板（反射電子像）を示す。写真用紙断面から、各々材料硬さの違うポリエチレン層と紙繊維とがダレを伴うことなく判断できるまでの分解能でしあがっている。アコ

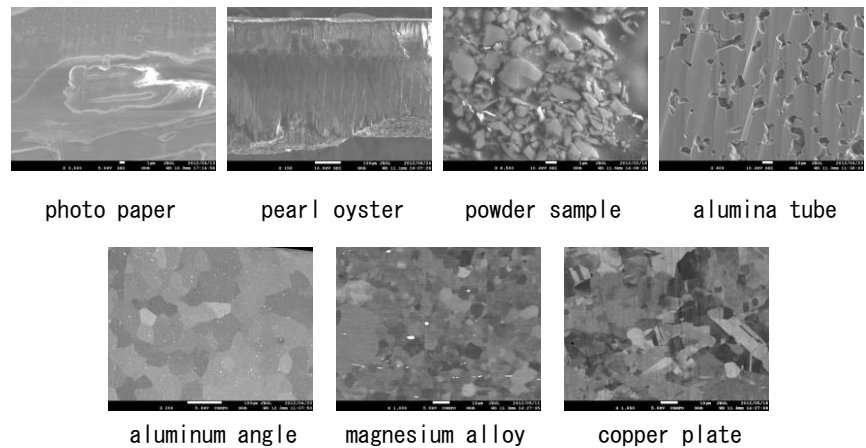


Fig. 3 SEM/BEI photo by cross section polisher

ヤ貝においても、硬度の異なった脆い層状である殻皮、外殻層（稜柱層・真珠層）を鮮明に表わしている。粉末試料は、これも硬さの違う樹脂に包埋されたサブミクロンの粒断面が確認でき構造解析に有用である。これらから、CPは複合材料断面にも大いに効果を発揮すると考える。次に、セラック材であるアルミナ絶縁管であるが、通常研磨ではボイドがダレまたは研磨粒によって塞がるが CP ではボイドの際まで鋭利に削られている。但し、イオン痕らしき筋が段となって現われているようにもみえる。これらは本来、本装置の試料スイング機能により相殺されるべきものであるが、アルミナの削りカスが付着した影響を受けているものと思われる。最後の事例として、三試料の反射電子像（COMP 像）を示す。一般的に結晶粒界を観察する場合、化学腐食によって粒界腐食を発生させ結晶粒をみているが、CPではその必要がなく結晶方位の差から反射電子強度が変わる電子チャネリングコントラスト（electron channeling contrast : ECD）を利用して粒を見極めることが可能である。

5 今後の課題

全ての試料がオートマチックに完了することはない。経験事例として、試料を固定するために通常はマウンテンワックスとよばれる接着剤を用いて貼付けるが、温度影響からかかる温度以上になるとワックスが溶け始め試料移動が起こる場合がある。図 4 に、試料ズレと思われる研磨面（右）と正常面（左）の SEM 画像を示す。これを防ぐ工夫として、ワックスにかえて銀ペーストを用い

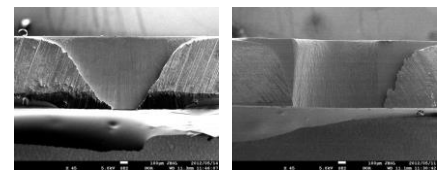


Fig. 4 abnormality of the polished surface

て接着固定することにより改善されると考える。今回撮影した SEM 画像は全て一昨年設置された FE-EPMA を用いている。FE-EPMA の SEM 像分解能は格段にすぐれ、優に 10 万倍超まで観察可能であることから観察時に障害となるエッジ効果除去が特に必要となる。一般的にエッジ効果の改善方法として試料端に異種材料を密着させ二次電子の発生を抑制する方法がとられる。そこで今後の課題として、異種材料にエポキシ樹脂等をもちいて表面加工に CP をおこない、精度のある端面観察をおこなうことができないかと考えるが、異種材料との濡れ性の問題も発生する。図 5 に前処理無しに試料とエポキシ樹脂を貼付けた画像（エッジ効果の発生）を示す。濡れ性をよくする方法として、試料表面をイオンクリ

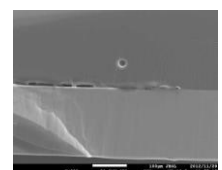


Fig. 5 wettability and edge effects

ーニングで前処理し濡れ性確保の試行をおこなうと共に、樹脂からのガス発生が想像されることから代替材料として銀ペース塗布も視野にいれ試行する。図6に、試行に用いるイオンクリーナー（日本電子製・JIC-410）の装置外観を示す。



Fig. 6 JIC-410

6 まとめ

本装置を使用して半年が経過した。新たな試料を研磨し、仕上げ面をみる度に感動の毎日である。従来のバフ研磨・機械研磨の域をはるかに超越した研磨装置であることに間違いはない。通常業務として、本装置を管理し技術講習会開催する立場からより多くの試料加工の経験を積むことは勿論のこと他の試料作製装置等とのマッチングも併せて試みていくことが技術職員に課せられた役割と認識しより積極的に技術の研鑽を進めていきたい。

7 参考文献

- 1) 堀内繁雄他共編 電子顕微鏡Q&A（先端材料解析のための手引き） アグネ承風社
- 2) EPMA・表面分析ユーザズミーティング 日本電子（株）