

透過型電子顕微鏡を用いた異種材料界面の解析のご紹介

はじめに

透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope: TEM)は、試料に電子を照射し、透過した電子を検出して、観察と分析を行う装置です。TEMは1 μ m程度の微小物の観察から原子配列の直接観察まで、目的に応じて数万倍～100万倍まで倍率を設定して観察することが出来ます。また、観察に加えて、電子が試料を透過する過程で起こる、回折、散乱、励起等の現象を利用して、結晶構造、転位等の欠陥に関する情報や、含有元素の種類に関する情報が得られます。

TEMで観察するためには、十分な量の透過電子が必要であり、一般に試料を100nm以下の薄さに加工する必要があります。試料を薄膜化する方法は電解研磨法、マイクローム法、イオンミリング法など様々ありますが、観察したい特定の箇所を狙って加工でき、TEM観察用断面観察試料の作製も比較的容易にできるため、近年では集束イオンビーム(Focused Ion Beam: FIB)法が多く用いられています。FIB法は数十nmまで細く絞ったGaイオンを数十kVに加速して試料に照射し、スパッタリングによって試料を加工する方法です。

今回はTEMとFIB法を用いて異種材料の界面の解析を行った例を紹介いたします。

溶融亜鉛めっき鋼板の断面観察

溶融亜鉛めっき鋼板は、自動車のボディなどに使われている鉄鋼材料です。溶融亜鉛めっき鋼板には高い防錆性、成形性、密着性が求められ、その開発に、めっき層と鋼板界面の構造やめっき組織の解析が重要な役割を果たしています。

図1に溶融亜鉛めっき鋼板断面の走査透過電子顕微鏡(Scanning Transmission Electron Microscope: STEM)による観察像を示します。薄膜試料作製にはFIB法を用いることにより、界面付近も含めダメージの少ない良好な断面試料が得られました。また、鋼板/めっき層界面からめっき側に向かって大きさ数百nm～1 μ mの棒状のFe-Zn合金

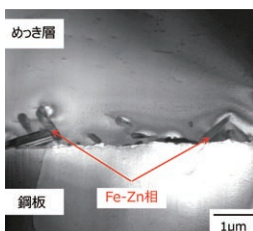


図1 溶融亜鉛めっき鋼板の断面STEM像

と思われる相が観察されました。

図2に鋼板/めっき層界面を拡大したSTEM像を示します。観察像中心の界面付近に、厚み数百nm程度の層状組織が観察されました。

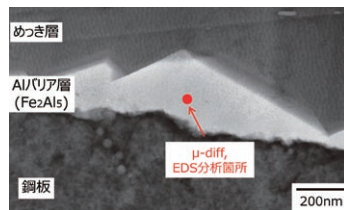


図2 鋼板/めっき層界面の断面STEM像

この層について、含有元素をエネルギー分散型X線分光法(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy: EDS)分析、結晶構造を電子回折図形で解析した結果を図3および図4に示します。この結果より鋼板/めっき層界面にはFe₂Al₅のAlバリア層が存在し、この層にはAl、Feの他に、Znも約10at%程度含まれていることがわかります。

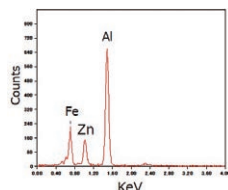


図3 Alバリア層のEDS分析結果

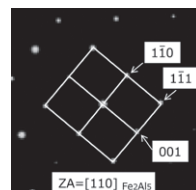


図4 Alバリア層の電子回折図形及び結晶構造解析結果

塗装鋼板の断面観察

TEMによる観察・分析は塗装鋼板の断面観察にも威力を発揮します。NSSTでは光学顕微鏡や走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope: SEM)等でマクロ観察を行った箇所と同一箇所のTEM観察・分析を可能にします。

図5、6に塗装鋼板断面のSEM像およびSTEM像を示します。両者を比較すると界面層の形状が一致しており、SEM像とSTEM像で同一箇所の観察が出来ていることが分かります。

また、図7、8には、それぞれ、界面層(水色の線で囲んだ部分)のEDS分析結果及び電子回折図形を示しました。電子回折図形は非晶質を示すハローパターンとなっており、EDS分析による元素分析結果と合わせると、界面層はZn、P、Oを含む非晶質相であることがわかりました。

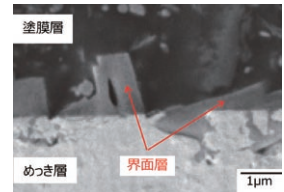


図5 めっき層/塗膜層界面の断面SEM像

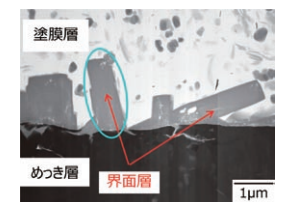


図6 めっき層/塗膜層界面の断面STEM像

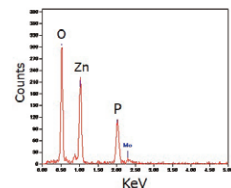


図7 界面層(水色枠)のEDS分析結果



図8 界面層(水色枠)の電子回折図形

TEM観察は一般に局所領域(数十 μ m)の観察しかできないことがデメリットとして挙げられます。しかし、今回の観察例のようにマクロ観察で試料の全体観を把握し、観察ポイントを絞った上で、TEMによるミクロ観察を行うことで、TEMのデメリットを解消し、マクロからミクロまで一貫した観察・分析をすることが可能となります。

おわりに

TEMを用いた観察・分析は、微小領域の形態、元素組成、結晶構造、結晶欠陥等多くの情報が得られます。さらに薄膜試料加工方法にFIB法を用いることで、従来観察が難しかった異種接合界面や表面皮膜等の断面観察、マクロ～ミクロの同点観察、異物や粒界などの特定箇所の観察が可能となります。今回はTEMとFIB法を中心に分析例を紹介しましたが、NSSTでは電解研磨、イオンミリング等にも対応しておりますので、ご用命の際はお気軽にご相談ください。

お問い合わせ先

富津事業所 解析ソリューション部 永井哲也
TEL: 0439-80-2866
FAX: 0439-80-2733
E-mail: nagai-tetsuya@nsst.jp

ご愛読者各位

長年にわたり、NSST つうしんをご愛読いただきありがとうございます。紙ベースで配布しておりましたNSST つうしんですが、当社ホームページ(HP)の拡充に伴い、次号からHP上での公開を主体とすることになりました。

また、発行回数は年2回(10月1日、4月1日)で弊社技術紹介記事を予定しておりますので、今後とも宜しくお願い申し上げます。

<http://www.nsst.nssmc.com/>