

電子顕微鏡による組織観察のための微小試料の断面研磨方法

Cross-section polishing method for micro samples used in microstructural observation by electron microscopy

松田知子

Tomoko Matsuda

機械素材研究所 機械・無機材料グループ

電子顕微鏡・結晶方位解析装置を用いて微小な異形試料の極薄肉部（厚さ数十 μm 、幅数百 μm ）の組織観察を行うため、イオンミリング装置による断面ミリング法と断面研磨用治具を用いた機械研磨法（仕上げ加工に平面ミリング加工含む）を試みた。異形試料の場合、断面ミリング法では試料と遮蔽板との隙間が生じ平滑な加工面を得られなかったが、機械研磨法で鏡面状態にした後、平面ミリング法で仕上げ加工を行ったところ、結晶方位解析に供することができる平滑面を得ることができた。

1. はじめに

金属材料の組織は、素材や製品の各種特性に影響を及ぼすため、研究開発や製品開発において組織観察は重要な評価項目のひとつである。これまで鳥取県内製造業を支援する中で、金属材料の組織観察は、主に光学顕微鏡を用いて行ってきた。近年、材料の組織制御技術の発達により、結晶構造、結晶方位や結晶粒径などをより微小領域で解析することが求められるようになってきている。その中で電子顕微鏡とそれに付属する結晶方位解析装置を用いて得られた組織解析結果が多く報告されるようになった¹⁻³⁾。電子線後方散乱回折（Electron BackScattered Diffraction Pattern ; EBSD）法⁴⁾と呼ばれるこの手法によって、従来透過型電子顕微鏡などを用いるなど専門的な知識と技術が必要であった組織観察や解析を比較的簡単に行うことができるようになった。

EBSD 法による組織観察を行う場合には、試料観察部分の鏡面研磨が必須である。研磨には、機械研磨とともにイオンミリング法⁵⁾が挙げられ、観察試料の素材、サイズや形状によって適切な研磨方法を選択することができる。しかし、微小試料の場合は、いずれの研磨方法においても試料の把持などで作業が困難を極める。

令和 2～3 年度に取り組んだ株式会社寺方工作所との共同研究において、鳥取県産業技術センターで

は微小異形プレス加工品断面の EBSD 法による組織観察（結晶粒径評価）を担当し、微小な異形試料の極薄肉部（厚さ数十 μm 、幅数百 μm ）に対する鏡面研磨法について検討した。本報告では、微小な異形試料に対してイオンミリング装置による断面ミリング法と、断面研磨用治具を用いた機械研磨法の二つの鏡面研磨法を適用した事例について紹介する。

2. 実験方法

試料は、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 の薄肉円筒からのプレス加工品とした。

試料先端断面の組織観察を行うため、断面加工方法として断面ミリング法と機械研磨法を試みた。

断面ミリング法では、試料をミリングホルダーに取り付け遮蔽板の端面から試料先端が約 100 μm 突出するようにセットし、イオンミリング装置（日立ハイテク ArBlade5000）に挿入した。断面ミリング条件は、1次加工時の加速電圧 4.0kV、放電電圧 1.5kV、試料のスイング角度を $\pm 15^\circ$ 、加工時間は1時間、2次加工時の加速電圧 2.0kV、放電電圧 1.5kV、試料のスイング角度、および加工時間は1次加工時と同様とした。

一方機械研磨法では、自立が困難な試料を固定把持するためのブロック状治具を作製した（図 1 (a)）。2つのパーツからなる治具に試料をはさみねじ止め

し、断面の機械研磨を行った。耐水研磨紙（#240～#2000）、アルミナ懸濁液（アルミナ粒径 $5\mu\text{m}$ 、 $0.3\mu\text{m}$ ）によるバフ研磨、コロイダルシリカ（粒径 $0.02\mu\text{m}$ ）を用いて研磨したのち、治具に取り付けたままの試料をイオンミリング装置に挿入し、機械研磨後の研磨きずや研磨剤の残渣の除去を目的とした最終仕上げ加工として観察面の平面ミリングを行った。平面ミリング条件としては、加速電圧 6.0kV 、放電電圧 1.5kV 、試料ステージを 360° 回転させ、加工時間は5分間であった。

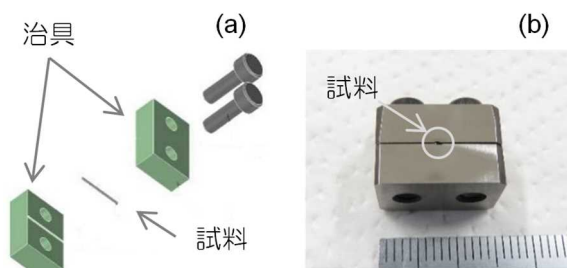


図1 プレス加工後試料の断面研磨用治具の模式図 (a)、研磨後の外観写真 (b)

試料断面の組織観察には、ショットキー型電子銃を搭載した電界放出型走査電子顕微鏡（日立ハイテク SU5000）とそれに付属する結晶方位解析装置（TSL ソリューションズ Digiview5、OIM Analysis8）を使用した。

3. 結果と考察

イオンミリング装置による断面ミリング加工を施した試料断面の電子顕微鏡像を図2に示す。観察面にミリング痕が残り、試料断面のエッジ部の一部にダレが生じていた（図2中の矢印）。試料が異形であり、ミリングホルダーへの取り付け時に断面加工部と遮蔽板の密着が不十分であったことで、加工時にビームの回り込みが生じ、試料断面エッジにダレが発生したと考えられる。ミリング痕が残った観察面では、結晶方位解析時に明瞭な回折パターンが得られず解析困難となる。ミリング痕が残っていたことについては、ミリング条件として加速電圧の値が適当でなかったことと試料のスイング角度が浅かつ

たためであると考えられ、これらの条件は再検討の余地がある。

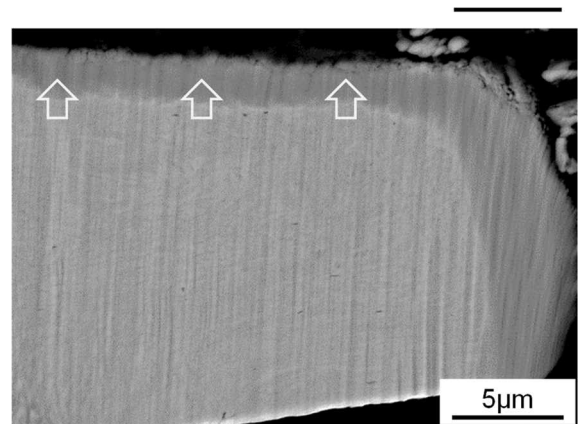


図2 イオンミリング装置で断面ミリング加工した試料断面の電子顕微鏡像

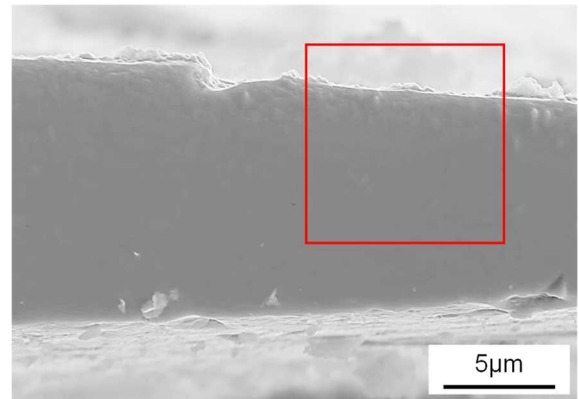


図3 機械研磨と平面ミリング加工した試料断面の電子顕微鏡像。赤線内領域で結晶方位解析を実施。

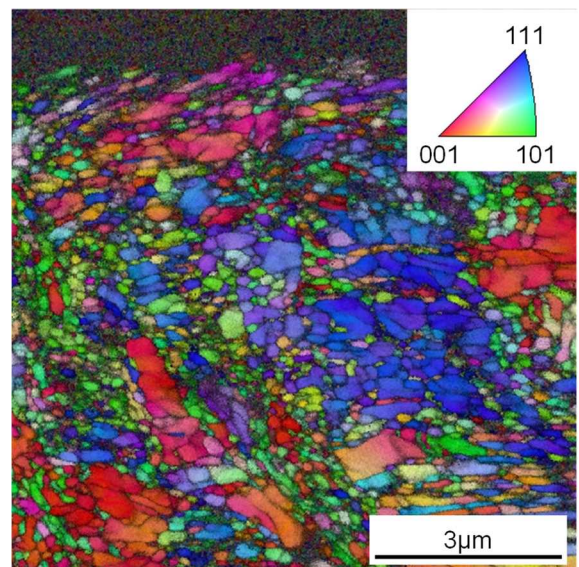


図4 図3中赤線で囲った領域内の結晶方位解析結果

図3に機械研磨と平面ミリング法で仕上げた試料断面の電子顕微鏡像の一部を示す。観察面には結晶方位解析に支障を生じるきずやエッジに顕著なダレは見られなかった。図4に試料断面の結晶方位解析結果(逆極点図方位マップ、Inverse Pole Figure map)を示す。機械研磨による面出し・鏡面研磨と仕上げの平面ミリング加工で平滑な面を得ることができ、微細な結晶粒のひとつひとつを観察することができた。

5) 伊藤寛征、稲木由紀; 日立イオンミリング装置の最前線, 工業材料, 65(11), p.88-92(2017)

4. おわりに

プレス加工した微小異形試料の断面研磨と微小領域の結晶方位解析による組織観察を行った。異形試料の断面ミリングを行う場合、試料と遮蔽板の設置がうまくいかないことがある。そのような場合は、異形試料を保持する治具を用いた機械研磨法と平面ミリング加工によって、電子顕微鏡による結晶方位解析に供することができる平滑な断面を得ることができた。

謝 辞

本取り組みで用いた試料と断面研磨用治具の作製を株式会社寺方工作所様にご協力いただいた。また実験で使用した電界放出型走査電子顕微鏡および結晶方位解析装置は、公益財団法人 JKA の「H29 年度公設工業試験研究所等における研究開発型機械設備拡充補助事業」を受けて導入された機器である。ここに感謝の意を表す。

文 献

- 1) 鈴木清一; EBSP 法の基礎原理と活用法 (I), 顕微鏡, 39(2), p.121-124(2004)
- 2) 鈴木清一; EBSP 法の基礎原理と活用法 (II), 顕微鏡, 39(3), p.180-184(2004)
- 3) 鈴木清一; EBSD 法の基礎と最近の進歩, スマートプロセス学会誌, 9(1), p.20-27(2020)
- 4) 鈴木清一; EBSP 法の基本原理と最近のナノビーム化の利点, まてりあ, 40(7), p.612(2001)