

イオンミリングを用いためっき薄膜の金属組織観察

材料科 望月智文 田光伸也
仲山貴金属鍍金株式会社 谷口 諒 仲山昌宏

Ion milling method as a specimen preparation technique for observing the metal structure of plated films

Tomofumi MOCHIZUKI, Shinya TAKO, Satoru YAGUCHI and Masahiro NAKAYAMA

Keywords : ion milling, plate, specimen preparation technique

キーワード：イオンミリング、めっき、顕微鏡観察用前処理

1 はじめに

イオンミリングとは、イオンビームにより表面を削り取る加工技術であり、走査型電子顕微鏡（SEM）用の試料調整方法として知られている。この方法は、従来の機械研磨法と比べ加工時の塑性変形を回避でき、微細な形状を変形させずに処理できる。¹⁾

断面ミリング法は、図1のように加工面に対し平行にイオンビームを照射する方法で、試料の断面の削り出しに適している。

今回、イオンミリングの有用性を確認するため、前処理で断面ミリング法を採用し、めっき薄膜の金属組織観察を実施した。また、比較として機械研磨法で作製した試料の組織観察も行った。

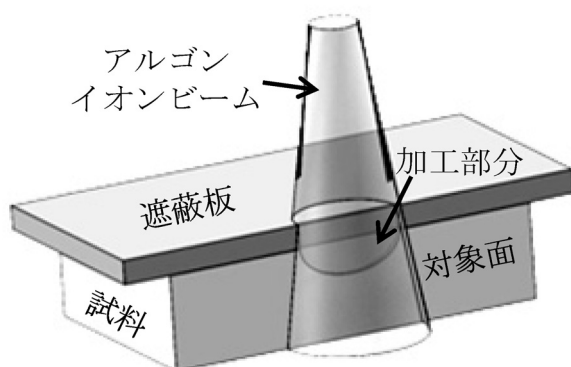


図1 断面ミリングの模式図

2 方法

2.1 試料

厚さ40 μm の白金めっき薄膜の熱処理品及び未処理品を試料とした。

2.2 断面ミリング法

図2のようにチタン板、試料、カバーガラスを瞬間接着剤で固定した。その後、ミリング処理面に試料が

露出するまで研磨し、断面ミリング装置 IB-09019CP（日本電子（株））を用いて加速電圧 6.0kV、6時間の条件で加工した。

2.3 機械研磨法

試料を樹脂で埋め込み、SiC耐水研磨紙を用いてP1200まで研磨した。その後、粒度9 μm 、3 μm 、1 μm の順にダイヤモンド砥粒でバフ研磨し、粒度0.5 μm のコロイダルシリカを用いて仕上げた。

2.4 SEM 観察方法

2.2及び2.3で作製した試料片は、脱脂洗浄後、SEM JSM-7610FPlus（日本電子（株））を用いて加速電圧15 kV、作動距離8.0mm、照射電流210pA程度の条件で、反射電子検出器を用いて組成像を観察した。機械研磨法で作製した試料片は、予めカーボンコーターEC-32010CC（日本電子（株））を用いて導電性処理を行った。

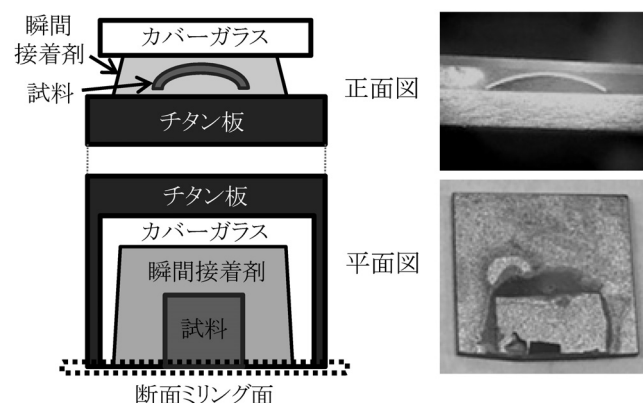


図2 断面ミリング法で作製した供試体（左：模式図、右：写真）

3 結果および考察

図3に熱処理前後の薄膜のSEM像を示す。組成が均一な結晶性試料に電子が入射すると、結晶の向きに

より反射電子強度が変わりコントラストが付く²⁾ので、結晶の大きさが分かる。熱処理前は、微細な針状の結晶を有していた。一方、熱処理により長さ数 μm 程度まで結晶が成長し、丸みを帯びたことが確認できた。

図3下段に示す機械研磨法では、研磨時に結晶が塑性変形し、結晶面が出ていないため、金属組織が不明瞭となった。

熱処理後の薄膜には、表面に深さ $1\mu\text{m}$ 未満の空洞部が確認できた。これは、熱処理前のSEM像では確認できないため、熱処理の影響で生成したと思われる。一方、機械研磨法で調整した試料のSEM像では、試料端部が研磨時の応力により変形し、空洞部の正しい形状が観察できなかった。

4 まとめ

今回、断面リング法により、めっき薄膜の金属組織を明瞭に観察できた。めっき内の金属組織より、熱処理条件等が検討できるため、高性能な機能性めっき薄膜の作製に繋がる。

参考文献

- 1) 金子朝子 他：イオンリング装置の機能紹介と応用事例, 表面技術, 66 (12), p.581-585 (2015).
- 2) 日本電子(株)：走査電子顕微鏡 A~Z, p.11

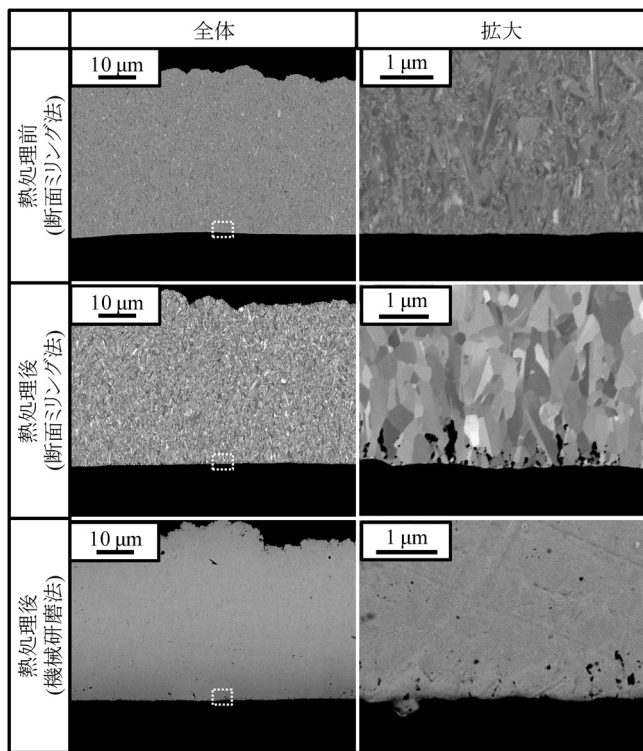


図3 各試料のSEM像(拡大像は、全体像中の点線内のものである。)