

TEMによる粉末の内部組織観察法

山形大学工学部技術部
機器分析技術室 佐竹忠昭

1. はじめに

透過型電子顕微鏡 (TEM) の透過能は試料の構成元素と加速電圧で決まる。加速電圧200kVのTEMであればCuやFeの場合1 μm 程度と言われている。しかしながら、明瞭なTEM像を撮影するためには、さらに薄い試料が必要となり、目安として200nm以下の薄さが必要とされている。また、高分解能像を取得するためには10nm以下のさらに薄い試料が必要となる。

昨年度、学外から Ni微粒子の内部組織観察を依頼された。マイクログリット上に固定し観察を行った。結果、Fig.1に示すように粒子径が数 μm 以上有り、電子線が透過しないことが分かった。

このため、粒子の薄片化が必要となった。

本稿では一般的な粉末の薄片化法を紹介するとともに、新しい薄片化法を考案したので紹介する。

2. 一般的な粉末薄片化法

Fig.2に一般的な粉末薄片化法を示す¹⁾。

- 1) 単一粒子を薄片化するのは困難である。このため、微量のエポキシ樹脂と粉末を混合し、TEMの試料サイズに相当する直径3mmの金属パイプに充填する。その後、100 $^{\circ}\text{C}$ 前後の温度で重合・硬化させる。
- 2) ダイヤモンドカッターで厚さ1mm程度の円盤に切り出し、片側を鏡面研磨する。試料強度が低い場合にはMo単孔メッシュを研磨面に貼り付け補強する。
- 3) 鏡面研磨面と反対側の面を研磨紙で厚さ0.1mm程度まで研磨する。
- 4) ディンプラーで凹みをつける。中心部厚さは40 μm 程度とする。
- 5) イオンミリング装置により研磨し、小孔を開ける。小孔近傍の薄い部分をTEM観察する。

上記薄片化法を依頼のNi粉末に適用したところ、いくつかの不都合が生じた。一つは全行程に非常に長時間を要することである (薄片1個について1日以上)。二つ目は、Ni粒子が重いために樹脂内で沈殿してしまい、均一な分散が難しいことある。

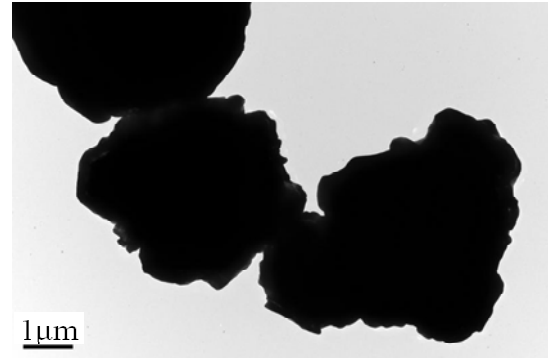


Fig.1 Ni粒子のTEM像

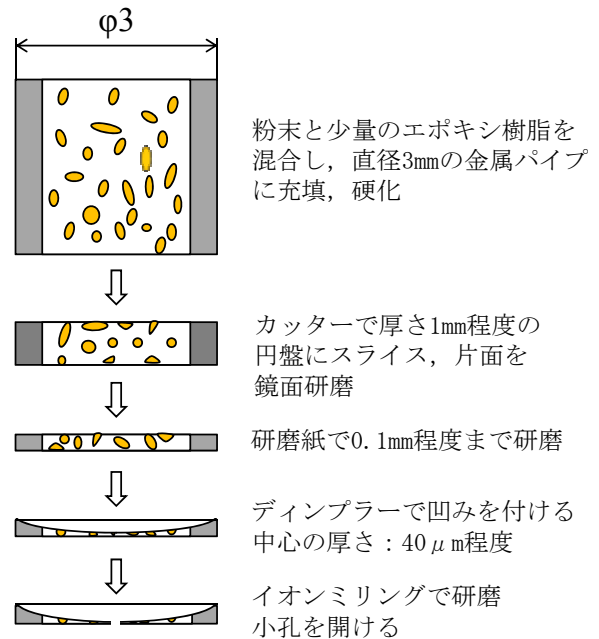


Fig.2 一般的な粉末薄片化法

そこで、より簡便な粉末薄片化法を考案した。

3. 考案した粉末薄片化法

最終的な仕上げにはイオンミリング法以外適用できないため、その前段階までの過程を簡便化することを考えた。イオンミリング法に要する時間は通常2~3時間ほどである。以下に、簡便な粉末薄片化法の手順を示す。

- 1) 粉末と少量のエポキシ樹脂を混合し、市販の



Fig.3 簡便な粉末薄片化法

ラップ上に厚さ約40 μ m、直径約3mmに塗る。エポキシ樹脂にはGatan G-2エポキシを使用した。

ラップは最終的に溶剤で溶去するため、溶剤に溶けやすいものを選択した。

- 2)直径3mmの樹脂上に内径1.5mmのMo単孔メッシュを貼り、試料を補強する。
- 3)電気炉で80 $^{\circ}$ Cに加熱し、重合・硬化させる。
- 4)ラップごとアセトンに浸漬し、ラップを溶去する。さらに補強するため、ラップ側にMo単孔メッシュを貼る。
- 5)イオンミリングで研磨し、小孔を開ける。
エポキシ樹脂はイオンビームに対して弱い。そこで、ダメージを低減するため、イオンの加速電圧と入射角度を小さくした。採用した条件は加速電圧:3kV, 入射角度:5 $^{\circ}$ である。

4. 観察結果

Fig.4に観察結果の一例を示す。同図(a)は粒子の全体像である。粒子の外周が薄くなり電子線が透過するが、中央部は透過しないことを示している。この結果は、球状粒子を均一に薄片化することが本方法では難しいことを示唆して

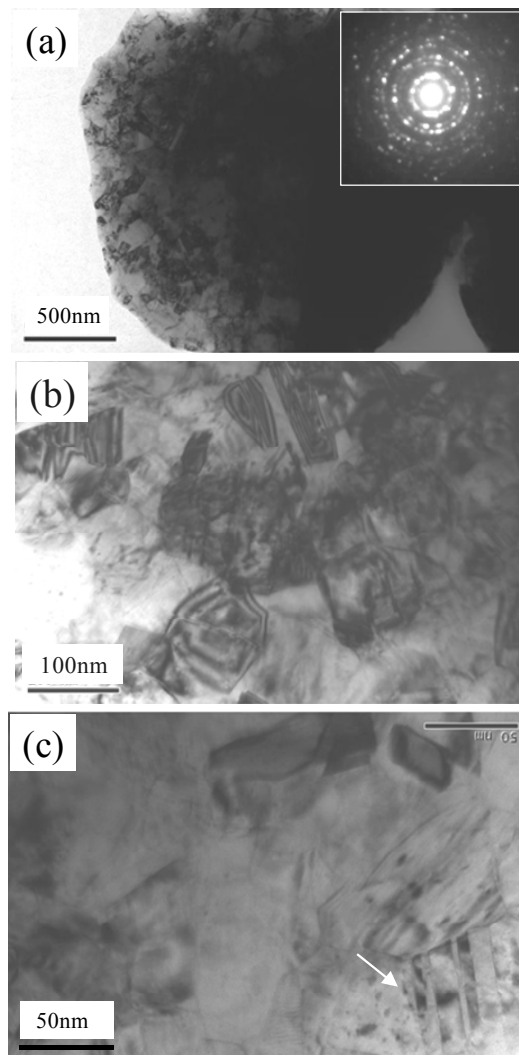


Fig.4 Ni粉末のTEM像

いる。また、図中の電子線回折像がリングとなっていることから、粒子はランダム方位を有する微細結晶から構成されていることが分かる。図(b)と(c)は透過可能な領域の拡大像である。図(b)は微細結晶粒が径約100nmのサイズを有することを示している。また、図(c)中矢印で示したように微細結晶粒内には双晶も存在する。

日頃からご指導いただいている 本学 武田武信 教授 に感謝申し上げます。また、写真の使用を快諾いただいた岩手県工業技術センター桑嶋孝幸 博士 に感謝いたします。

参考文献

- 1) 藤原和子・藤井英司・道西尚子・川端浩二他：岡山県工業技術センター報告 No.32, p33-34.