

# イオンミリング仕上げ試料の SEM 観察と EBSD 分析

田中丸天兵 <sup>\*1</sup> 三谷 幸寛 <sup>\*2</sup>  
Tanakamaru Tempei Mitani Yukinori

自動車業界や機械・プラント業界では、複合材の利用が増えており、CFRP(炭素繊維強化プラスチック)などの観察のニーズが高まっている。また、金属材料の機械部品表面の微小領域の状態観察や、微細な組織変化の観察・計測も必要とされている。複合材の試料調整や微小領域の観察は機械研磨だけでは試料加工が困難であり、イオンミリングによる試料作製が有効である。本稿は、イオンミリングを用いた試料の SEM(走査型電子顕微鏡)観察と EBSD(電子線後方散乱回折法)分析結果を紹介する。

キーワード：CFRP、金属材料、イオンミリング、SEM 観察、EBSD 分析

## 1. はじめに

自動車業界や機械・プラント業界では高圧水素や LNG の貯蔵用タンクに CFRP などの複合材が用いられている。近年では複合材のミクロ的な損傷形態の観察が必要とされており、断面観察試料の作製が重要となっている。複合材は繊維の欠損や割れが生じやすいため、精密な研磨作業が求められる。また、金属材料においても、機械部品の摩耗や表面処理状態の確認など表面近傍の微小領域の断面や、硬さの異なる異種材料の界面の観察、分析が必要である。断面観察試料を機械研磨で作製すると、埋込樹脂と観察試料のように硬さに差がある場合は、硬い材料の端部に研磨グレ(研磨の過程で試料の角が取れ丸くなる)や段差が生じ、精度良い観察や分析が困難になる。

本稿は新規導入したイオンミリング装置を用い、断面観察試料を作製し、SEM 観察や EBSD 分析を行った結果を紹介する。

## 2. イオンミリングの原理と種類<sup>(1)</sup>

### 2.1 イオンミリングの原理

イオンミリングとは、イオンビームを試料に照射し、照射部がスパッタリングされることにより試料表面を平滑に仕上げる処理方法である。イオンビームは、ほとんどの材料に対し不活性である Ar<sup>+</sup> が多く用いられている。試料組成や化学結合状態の違いにより、スパッタリングレートは変化するため、試料の材質によって最適なミリング条件は異なる。イオンミリングは、試料の深さ方向にミリングする「断面ミリング法」と、加工面を広範囲にミリングする「平面ミリング法」がある。どちらのミリング法も試料を薄くする、加工面を平坦にするなどの、予備試料加工が必要である。

### 2.2 断面ミリング法

図 1 に断面ミリング法の概略を示す。断面ミリングは、試料のイオンビーム照射面にマスキングのため遮蔽板を配置する。試料の一部を遮蔽板か

\*1：計測事業部 材料試験部

\*2：計測事業部 材料試験部 課長

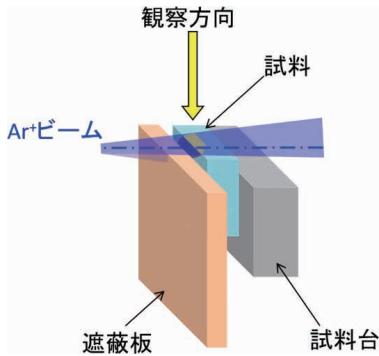


図1 断面ミリング法の概略

ら 20 ~ 100 $\mu$ m 程度突出させ、突出部にビームを照射する。試料はマスキングされた端面に沿ってスパッタリングされるため、平滑な加工面に仕上がる。断面ミリングはイオンビームが一方向から照射されるため、ミリング範囲が狭く、筋状のミリング跡が残りやすい。そのため、試料台を円弧状にスイングさせ、ミリング範囲を広くし、ミリング跡の低減を図ることがある。

### 2.3 平面ミリング法

図2に平面ミリング法の概略を示す。平面ミリング法は、イオンビームを試料に対して斜めに照

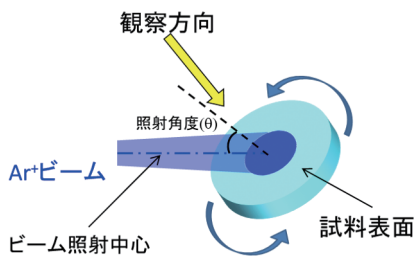


図2 平面ミリング法の概略

射しながら試料を回転させることにより、広範囲を仕上げる方法である。また、試料の回転とビーム中心を偏心させることにより、より広範囲のミリングが可能になる。イオンビームの照射角度は 0 ~ 90° に調整でき、照射角度を大きくすると、試料加工面に対して平行に近づく。照射角度が大きいと、試料の硬さや組成の差、結晶方位の違いによるスパッタリングレート差で生じる凹凸を低減できる。一方、ビーム照射角度を小さくすると、スパッタリングレート差を利用した、凹凸を強調した加工面が得られ、多層材や異材間の構造を強調することもできる。

### 3. 使用機器

本稿で使用した装置の型式を表1に、装置外観を図3、図4に示す。

### 4. 各ミリング法による観察と分析

#### 4.1 断面ミリングで作製した CFRP の観察

CFRP の断面観察試料を機械研磨で作製すると、観察面に対して平行および斜めに配向している炭素繊維の引き抜けなどが発生する。また、研磨に使用する SiC やダイヤモンド砥粒の影響で、繊維に割れが発生することがある。そこで、CFRP を断面ミリングし観察試験片を作製した。図5、図6に CFRP の SEM 観察結果を示す。樹脂部分に筋状のミリング跡は見られるものの、炭素繊維の引き抜けや割れは発生しておらず、炭素繊維の断面形状が観察できている。

表1 使用機器

装置	型式	その他
イオンミリング	ArBlade5000 (日立ハイテクノロジーズ社製)	最大加速電圧 : 8kV 最大試料サイズ : W 20 × T 7 × D 12mm(断面ミリング) φ 50 × H 25mm(平面ミリング)
SEM(FE 型)	SU5000 (日立ハイテクノロジーズ社製)	最大試料サイズ : φ 127mm
EBSD	EDAX-HIKARI (TSL ソリューションズ社製)	解析ソフト : OIM Analysis 7.31

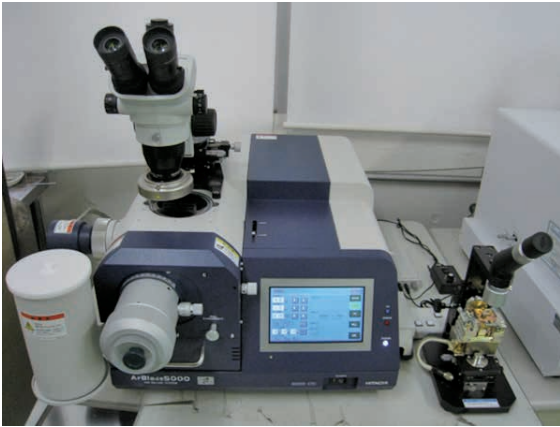


図3 イオンミリング装置



図4 SEM および EBSD 装置

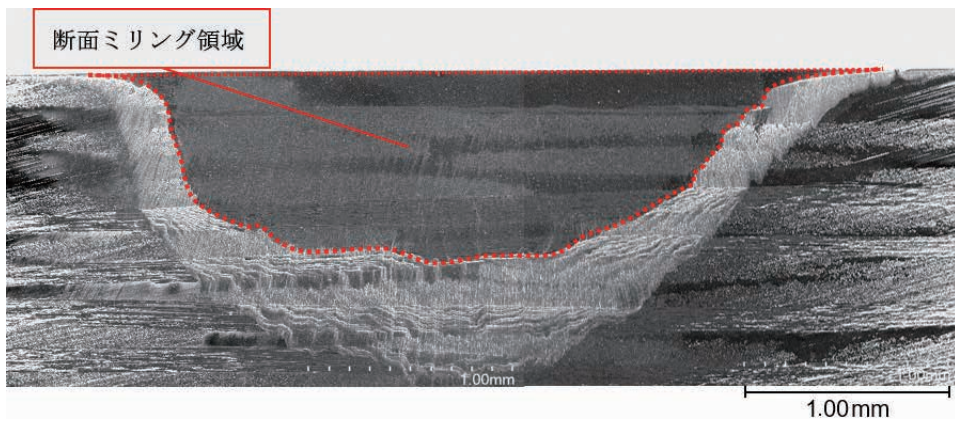
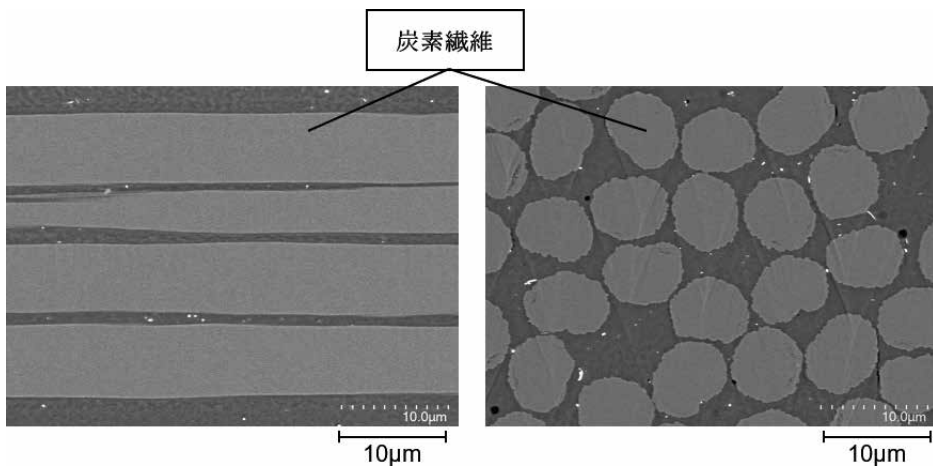


図5 CFRP の断面ミリング領域



(a) 長手方向の炭素繊維

(b) 直行方向の炭素繊維

図6 CFRP 炭素繊維の断面観察



## 4.2 平面ミリングと機械研磨の比較<sup>(2)</sup>

平面ミリングと機械研磨による観察試験片端部のダレの影響を評価した。試料には表面をフライス加工したステンレス鋼板を用いた。試料を切断後、導電性の樹脂に包埋し、断面観察試験片とした。断面試料は機械研磨と平面ミリングで仕上げた2試料を作製し、フライス加工部のSEM観察およびEBSD分析結果を比較した。図7にSEM観察結果を示す。SEM像の下端がフライス加工面であるが、SEM観察では機械研磨、イオンミリング試料ともに試料端部に差は確認できなかった。ただしSEMは光学顕微鏡に比べ焦点深度が深く、多少

ダレがあってもピントが合うため差が出にくい。

EBSD分析ではIPF (Inverse Pole Figure) -mapによる結晶方位計測と、GROD (Grain Reference Orientation Deviation) -mapによる結晶方位差を解析した。EBSDによる結晶粒界は、隣り合う分析点の結晶方位の差で定義され、多くの場合、結晶方位差が $5^\circ$ 以上ある部位を結晶粒界として解析する。図8にIPF-mapを示す。IPF-mapはその部位の結晶面の方位を色で表している。各試料のIPF-mapを比べると、機械研磨試料は端部から10~15 $\mu\text{m}$ 程度の範囲で結晶方位に乱れがみられる。一方、イオンミリング試料は指数付けの乱れが端部から5 $\mu\text{m}$ 程度の範囲

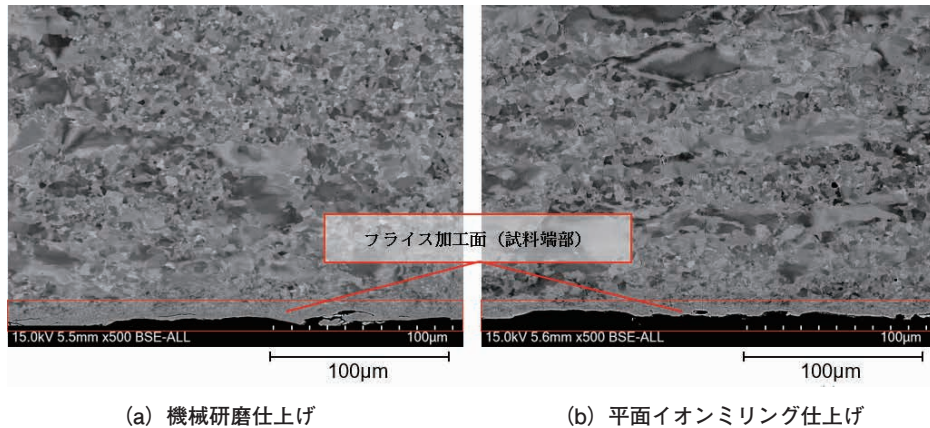


図7 SEM観察

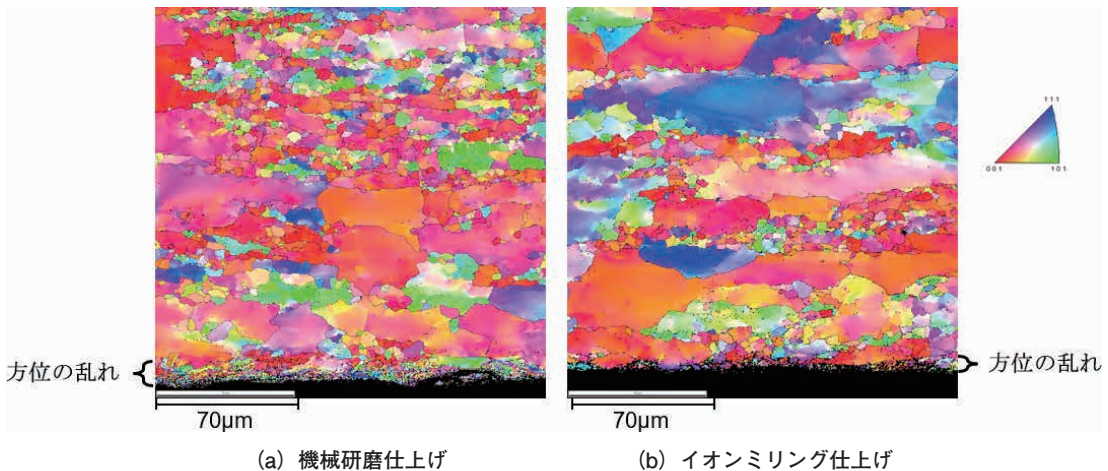


図8 EBSD分析 (IPF-map)

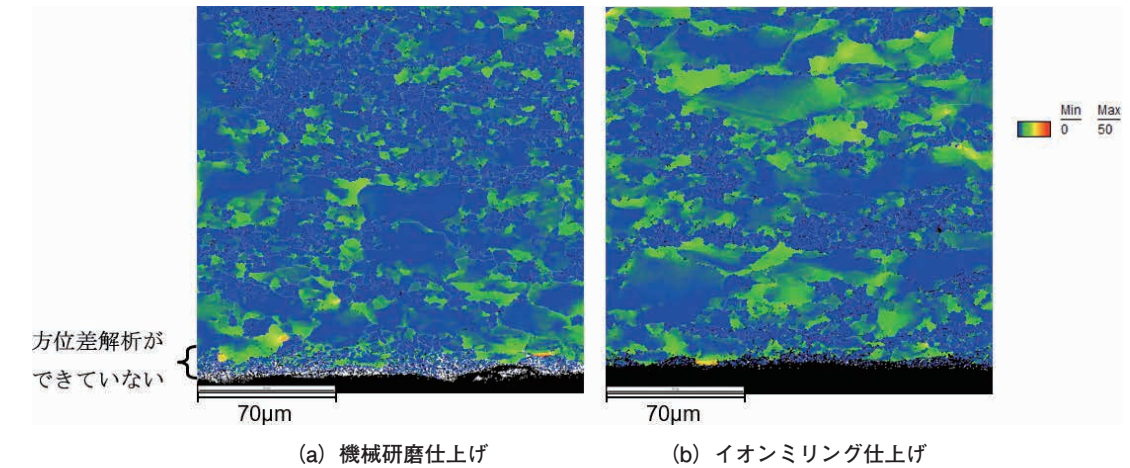


図9 EBSD分析 (GROD-map)

となっている。図9にGROD-mapを示す。GROD-mapは結晶粒ごとの平均方位差からのズレを計算しており、その方位差を色で表しマッピングしている。機械研磨試料の端部は、分析できた点が連続していないため、結晶方位差解析ができず白飛びした領域がみられる。したがって、IPF-mapの方位の乱れは研磨ダレの影響と考えられる。一方ミリング試料では白飛び領域がなく、最表面まで解析できていることが確認され、IPF-mapで方位の乱れがみられた領域がフライス加工の影響層であることがわかる。

## 5. おわりに

イオンミリングではCFRPの炭素繊維のように脆い材料や、試験片の端部など、機械研磨仕上げが困難な材料や領域を容易に精度良く仕上げるこ

とができる。しかしながら、イオンミリングはビーム照射による試料への熱ダメージが入り、機械研磨に比べ仕上げの範囲が狭いなどの弱点もある。そのため、観察・分析の目的に合わせた、試料作製・研磨方法を選択する必要がある。また、継続的に機械研磨で行っていた試験や分析などをイオンミリングに変える場合は、仕上げ方法の違いが結果に与える影響の把握が重要である。

## 参考文献

- (1) 伊藤寛征、稲木由紀：日立イオンミリング装置の最前線、株式会社日立ハイテクノロジーズ技術機関紙 SI NEWS、2017、Vol.60、No.2、pp.5308-5315
- (2) 鈴木清一：EBSD読本（改訂第3版）、株式会社TSLソリューションズ、2009



計測事業部  
材料試験部  
田中丸天兵  
TEL. 045-791-3519  
FAX. 045-791-3542



計測事業部  
材料試験部  
課長  
三谷 幸寛  
TEL. 045-791-3519  
FAX. 045-791-3542