

## 直交配置型 FIB-SEM による材料の微細組織の三次元観察

表界面構造・物性ユニット

原 徹

## 1. 背景・目的

従来の FIB-SEM ダブルビーム装置は、FIB と SEM の光軸が 60 度程度で交差するようになっている。これは、FIB による試料加工に重点を置いているためであり、FIB による研削と SEM 観察を繰り返すことによるシリアルセクションングでの三次元再構築像観察という目的には最適ではない。そこで、我々は FIB-SEM による三次元再構築像の高分解能・高コントラスト化を目的として、FIB と SEM が直交する配置の装置を導入し、運用している。この装置では図 1 に示すように FIB で研削した面が SEM 光軸に対して直交するので、観察面内に高さの差によるコントラストが生じず、かつ小さいワーキングディスタンス(WD:2mm)が実現できるので、質の高い像が得られる[1]。

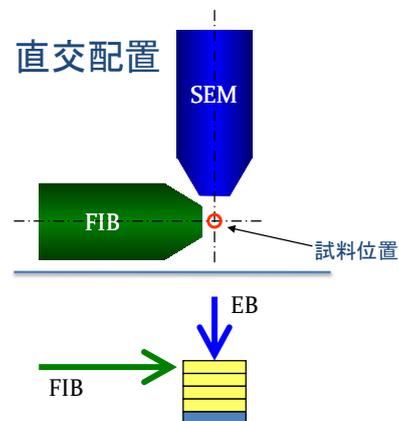


図 1. FIB-SEM 直交配置の模式図

## 2. 研究成果

本装置（外観を図 2 に示す）では、 $x,y,z$  のすべての方向で 10nm より高い空間分解能で、10mm 角以上の領域の、FIB で研削した清浄表面からの二次電子

(InLensSE 検出器)、反射電子 (エネルギー選択; EsB 検出器) 等の像を得ることができる。さらに、EDS による元素分布マップ取得、EBSD による方位マップ取得機能や薄膜試料からの STEM 観察も可能となっている [2]。平成 24 年度までにこれらの基本的な機能の整備と検証がほぼ終了した。また、平成 23 年 2 月の装置導入以来、低炭素ネットワークあるいはナノテクノロジープラットフォームにおいて装置および技術を共用化し、これまでに多くの種類の資料の観察を行った。例えば電池電極材料、触媒材料、金属、セラミックス、異種接合界面の観察、さらには細胞等の生物系試料などである。引き続き平成 25 年度は、装置や観察技術・ノウハウの開発だけでなく、それらの観察による技術の蓄積をもとに、実際の材料開発に資する応用研究を開始した。例えば、非鉄系金属材料のマルテンサイト・ベイナイト組織の三次元観察や、マルテンサイト変態挙動に影響を及ぼす析出物分布の可視化検討等である。以下に、Ni 過剰側 Ti-Ni 合金における多段階マルテンサイト変態と  $Ti_3Ni_4$  析出挙動の関連を本手法で観察・解析した例を示す。



図 2.直交配置 FIB-SEM の模式図

図 2.直交配置 FIB-SEM の模式図

Ti-50.8at.%Ni 合金は、溶体化処理した後に 500°C で時効処理を施すと、時効時間によって相変態挙動が変化する。相変態挙動の変化は、析出した  $Ti_3Ni_4$  の形態と分布状態の違いによるものであることがわかっている<sup>[2]</sup>が、定量的な解析がまだ行われていない。特に、サイズ、分布、析出量等を解析するためには三次元的な解析が有効であると考えられるため、直交配置 FIB-SEM によるシリアルセクション観察を行った。

図 3 は、直交配置の有効性を示すために FIB による切削面を観察した例である<sup>[3]</sup>。左は通常配置のもの、右は直交配置のもので、SEM カラムを始め加速電圧や検出器等の観察条件は同じである。どちらも生データで画像処理は施していない。直交配置の場合は FIB 切削面が SEM 光軸に垂直になるので Z コントラストを強調して観察でき、母相に対して Ti と Ni の組成比が 5% 程度の析出物の観察が可能である。

直交配置型 FIB-SEM でのシリアルセクション観察およびその三次元再構築の例として、9 時間時効材の結果を図 4 に示す。観察した SEM 像のスケールは一辺が 12.5 ミクロンである。この三次元再構築像から、析出物の大きさと分布が解析できる。この場合は、 $Ti_3Ni_4$  析出物は粒界析出していること、さらに 10nm 程度の薄い無析出帯を挟んで粒界から粒内に向かって析出物が粗大化していること等がわかる。この傾向はこれまでも SEM 観察によって示唆されているが、今後本方法により、さらに定量的な組織の把握が可能になると考えている。

### 3. 展望

上記に紹介した FIB-SEM による 3 次元再構築像観察の技術は、前述したようにナノテクノロジープラットフォーム等でオープンにしているが、バルク材料については、分解能を保ったまま、より広範囲を高速に 3 次元化するニーズが大きい。現行技術では広範囲観察には限界があるので、さらに新しい手法構築に進めたい。

#### 参考文献

- [1] T.Hara, K.Tsuchiya, K.Tsuzaki, X.Man, T.Asahata, A.Uemoto: J. Alloys & Compds., 577(2013), S717-721.
- [2] B.Karbakhsh Ravari, M.Nishida: Phil.Mag. 93-18(2013),2279-2296.
- [3] T.Hara, S.Motomura, B.Karbakhsh Ravari, M.Nishida: Int'l. Conf. on Martensitic Transf. (2014)
- [4] S.Motomura, T.Hara, M.Nishida, T.Omori, R.Kainuma: Int'l.Conf. on Martensitic Transf. (2014)

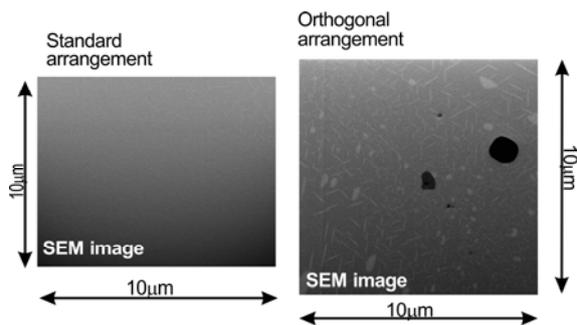


図 3. 通常配置 (左) と直交配置 (右) のコントラスト比較。右図で明るいコントラストが  $Ti_3Ni_4$

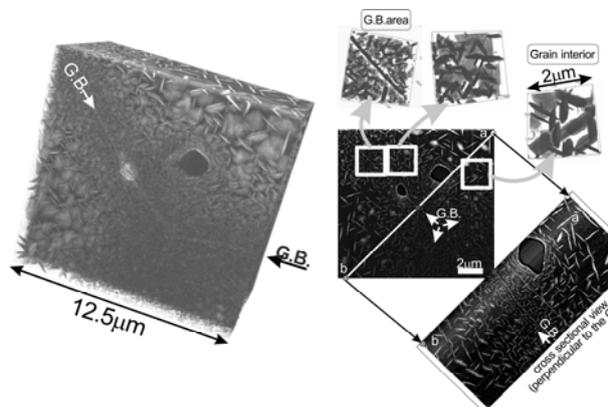


図 4. 9 時間時効材の三次元再構築像観察