

Li、MgのオージェマッピングとArイオンエッチングによる表面の結晶性改善

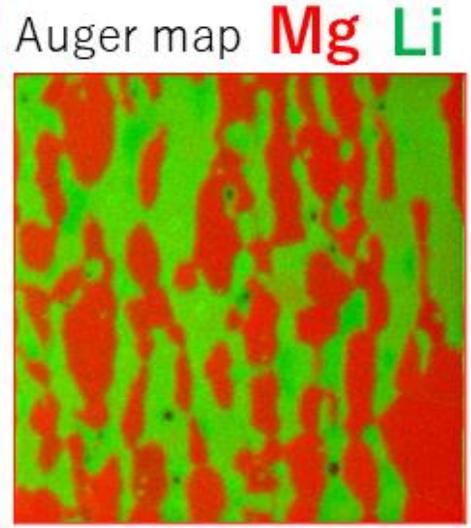
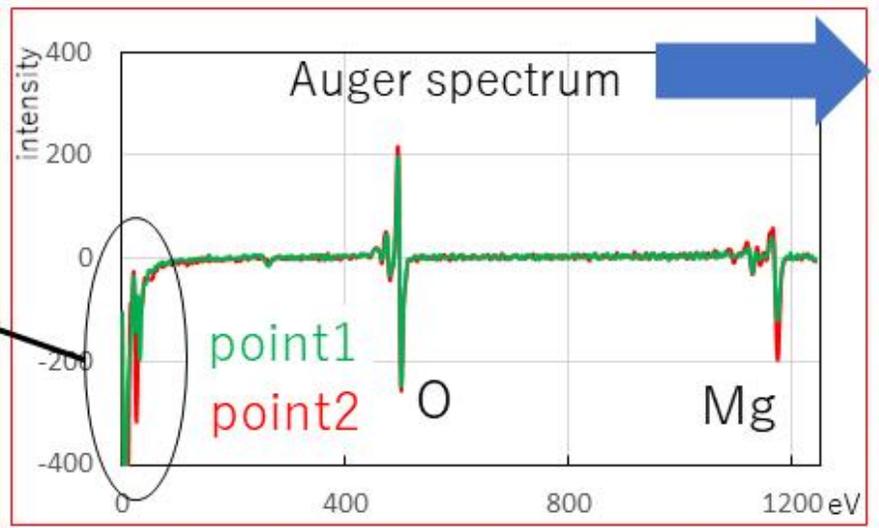
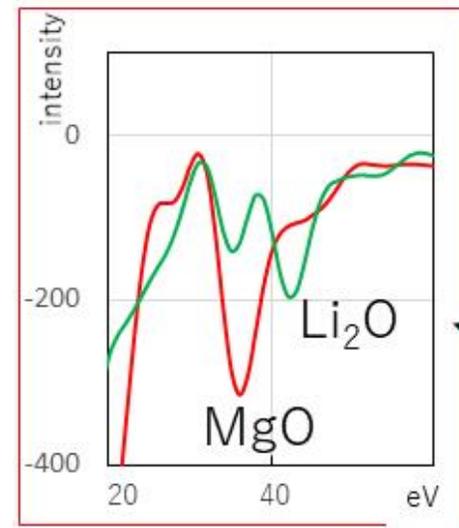
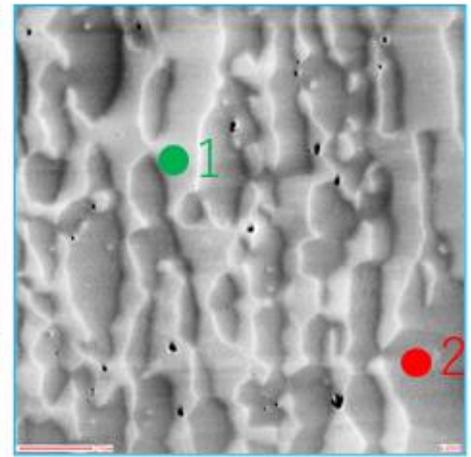
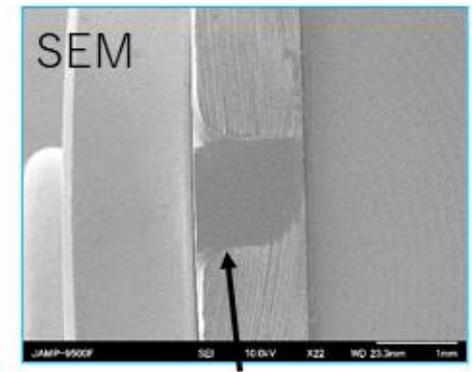
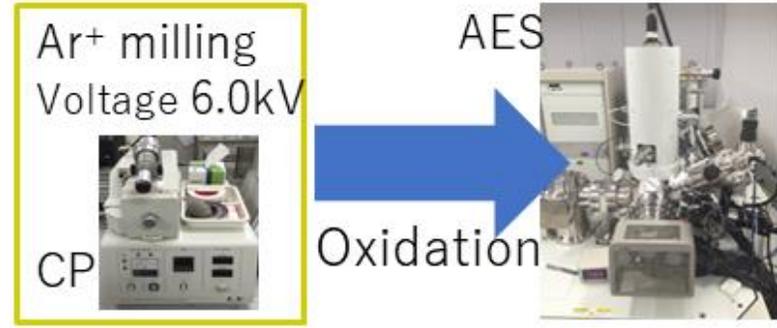
試料：CPでの断面試料作製を行ったMg-Li合金

分析条件：【オージェ分析】 M5、10kV/10nA

【EBSD】 15kV/5nA/エッチング条件1.0kV/0.7 μ A

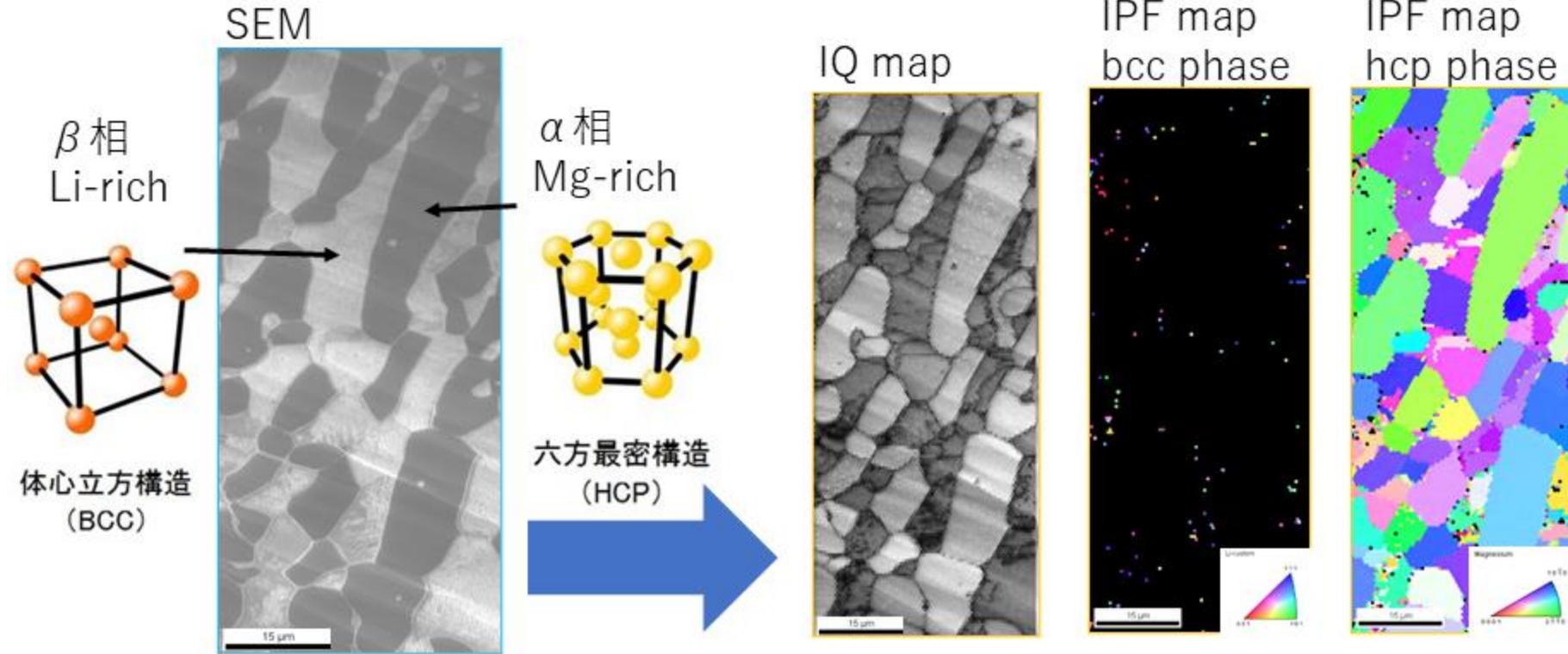
Ar⁺エッチング前のオージェ分析

Mgが多く含まれるHCP構造の α 相、Liが多く含まれるBCC構造の β 相の2相が存在するMgLi合金に対して、CPでの断面作製を行った後、AESに導入しました。大気中に出した時点で表面は酸化被膜が形成され、オージェ分析を実施してみますとMg、Li、Oのピークが出現している事が分かる他、LVV領域のピーク位置を評価してみると、MgはMgO、LiはLi₂Oの化学結合状態に近い事が分かります。MgとLiのオージェピークの強度をビームスキャンをさせて取得していく事で、MgとLiの分布状況を表現するオージェマッピング像を取得する事が可能です。



Ar⁺エッチング前のEBSD分析

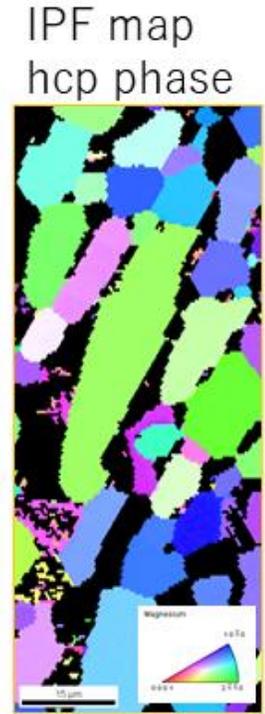
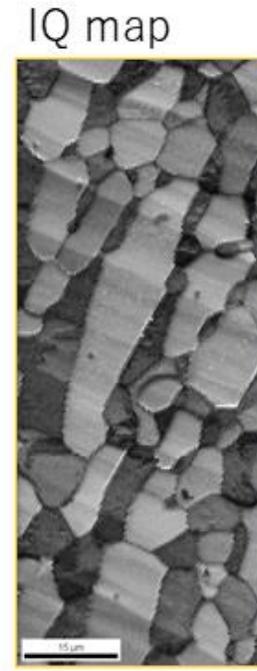
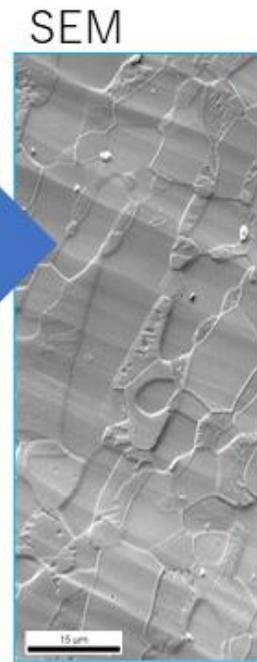
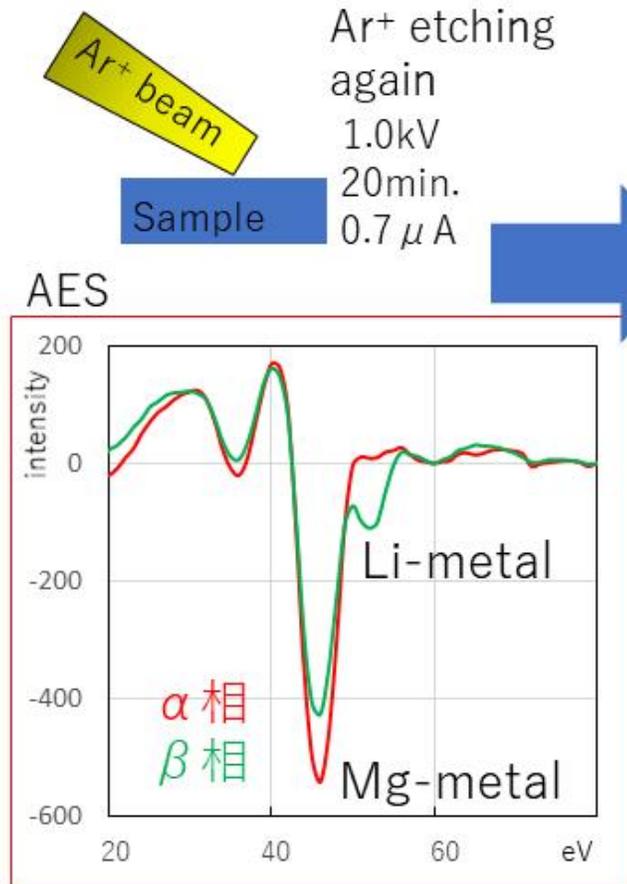
この試料に対してEBSDを取得してみます。CPでの加工面は結晶性が良く、菊池パターンを取得する上で最適な加工法です。この試料では菊池パターンは問題なく取得する事が出来るのですが、オージェ分析上、 β 相と評価が出来ている相のEBSDでは β 相ではなく α 相と判定されています。恐らく、酸化被膜形成により、結晶性が変質したためと考えられます。



酸化被膜形成の影響で β 相(bcc)が α 相(hcp)と認識されてしまう

エッチングを進めた後の分析

この試料に対し、装置に付属しているAr⁺イオンガンを用いたイオンエッチングを実施し、酸化被膜と結晶性が変質した層を除去します。オージェ分析ではMgとLiのLVV領域のピーク位置が変化し、共にメタルの状態に近いポジションに変わっています。EBSDではα相の判定を受けていたβ相が、今度は正常な菊池パターンを示し、β相の判定を正しく受けています。



Ar⁺エッチングで酸化皮膜と結晶性が変質していた層を除去
β相をβ相としてEBSD分析する事が出来た

このようにオージェ電子分光装置ではAr⁺エッチングを分析室内で実行する事で、表面に存在する汚染物質、酸化被膜、変質層の除去が実施出来ます。この他、方位差に基づくエッチングでの削れ方の違いを利用し、粒界を浮き上がらせ、結晶コントラストを改善したSEM観察なども行えます。