



Cs補正STEMによる不動態皮膜断面解析

ナノオーダーの皮膜について、電子顕微鏡を用いた直接観察を承ります。

ステンレス鋼不動態皮膜のSTEM観察事例

金属表面に形成する数nm厚の不動態皮膜の分析では、X線光電子分光法やオージェ電子分光法などによるイオンスパッタを利用した深さ方向分析が一般的です。これらの手法では、数10～数100 μm エリアにおける平均的な情報が得られます。一方、Cs補正STEMを用いると、膜厚の計測やその均一性の確認を直接行うことができ、EDX・EELSの併用によりナノオーダーの局所的な元素分析や状態分析が可能です。

FIB(集束イオンビーム)により作製した薄膜試料の観察例をご紹介します。

ステンレス鋼最表面の断面STEM像に示すとおり、2～3nm程度の不動態皮膜を明瞭に確認できます(図1)。赤矢印で示すエリアでEDX/EELS線分析を行ったところ、EDX線分析プロファイルより、皮膜/母材の界面においてCrの減少・Niの濃化があることがわかりました(図2)。さらに、母材中のCrと皮膜中のCrとではCr-L₃にピークシフトが認められ、電子状態に違いがあることが明らかになりました(図3)。

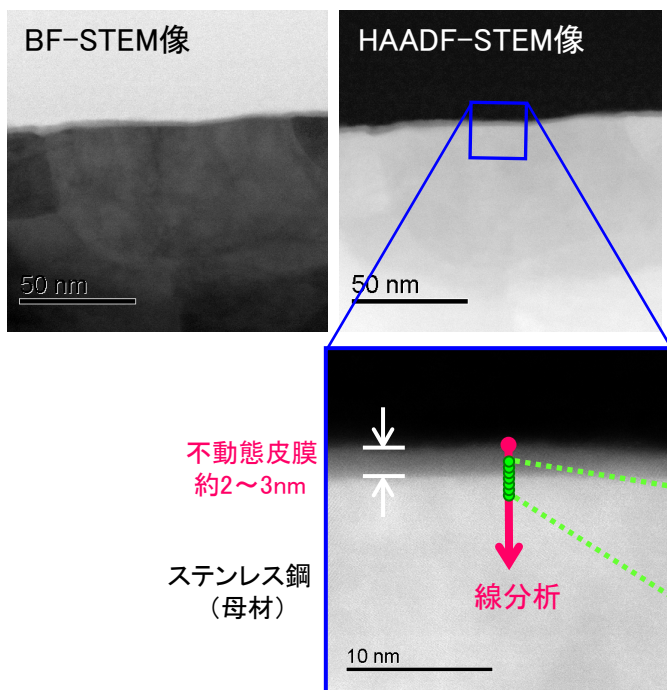


図1 ステンレス鋼表面から抽出した薄膜試料のBF-STEM像およびHAADF-STEM像

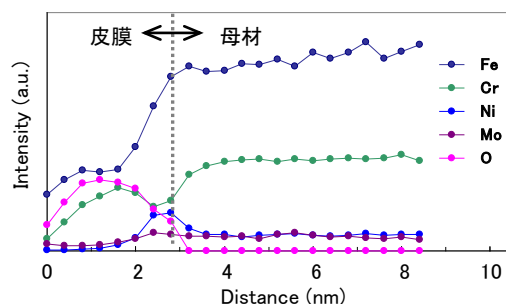


図2 EDX線分析プロファイル

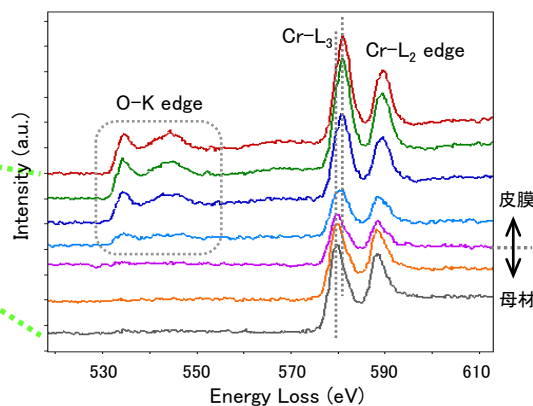


図3 EELSによる電子状態分析 (O-K吸収端～Cr-L_{2,3}吸収端領域)

分析に使用した装置の主な特長

- 球面収差(Cs)補正走査透過電子顕微鏡：日本電子製 JEM-ARM200F



- 主な特長
 - ・加速電圧60kV～200kV
 - ・STEM分解能:0.08nm
- 付帯分析装置
 - ・日本電子製CENTURIO検出器 (EDS)
 - ・Gatan社製Model 965 Quantum ER (EELS)
- ホルダーオプション
 - ・大気非暴露、三次元トモグラフィ、冷却



JFE テクノリサーチ 株式会社

<http://www.jfe-tec.co.jp>

0120-643-777

Copyright ©2015 - 2022 JFE Techno-Research Corporation. All Rights Reserved.
本資料の無断複製・転載・webサイトへのアップロード等はおやめ下さい。