

●温度調節クライオ(冷却)Ar イオンミリング法による 無機粒子含有ゴムの断面 SEM 観察

TN432

Cross-Sectional SEM Observation of Rubber Containing Inorganic Particles Using Temperature Controlled Cryo-Ar Ion Milling Method

[概要]

Ar イオンミリング法は材料の断面作製に広く用いられている手法です。しかし、有機材料など熱に弱い試料では Ar イオンビーム照射時に発生する熱の影響により、試料の構造が変化してしまう場合があります。このため、良好な試料断面の作製にはクライオ(冷却)加工法により加工時の熱ダメージを抑制する手法が有効です。また冷却温度を試料に合わせて適切に調整する事で、より良好な断面加工が可能になります。ここでは自動車用防振材料などとしても利用される無機粒子含有ゴム試料を温度調節クライオ Ar イオンミリング法で加工し、SEM 観察した事例を紹介します。

[事例]

ゴム材料では小型化、軽量化、高耐久などの目的でフィラーなど無機粒子の添加が行われます。しかし、劣化が進行すると、無機粒子とゴムの界面からクラックが発生して破断することもあります。劣化状態を正確に評価するためには、試料の構造を変化させない断面作製方法が求められます。

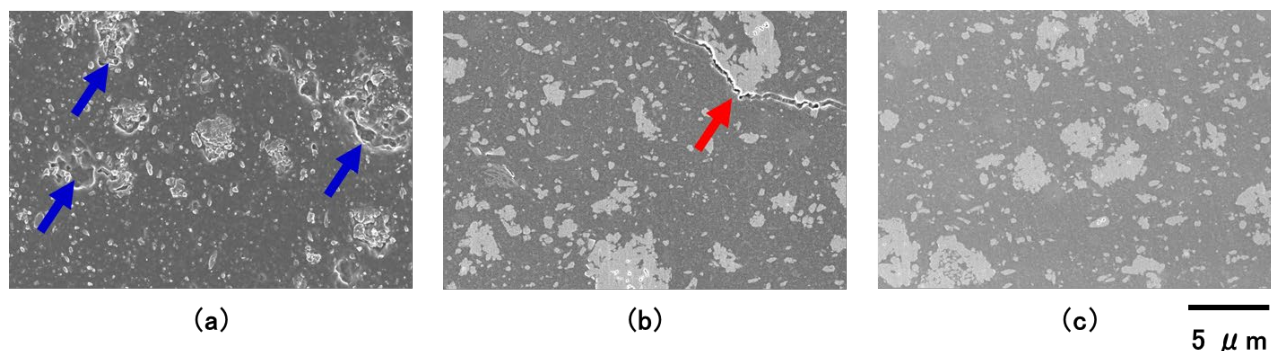


Fig.1 Cross-sectional SEM images of rubber containing inorganic particles

(a) Cryo-microtome method (b) Cryo-Ar ion milling method (Cooling only)
(c) Cryo-Ar ion milling method (Cooling temperature is controlled)

Fig.1(a)はクライオマイクロトーム法で機械的切削により作製された断面です。無機粒子が加工時に脱落してしまい(青矢印)、元の構造を保つ事が困難です。また、Ar イオンミリング法で断面作製時に冷却のみを行った場合の結果を Fig.1(b)に示します。粒子の脱落など大きなダメージは見られませんが、ゴムと無機粒子で熱膨張係数の違いから過冷却によるクラックが発生していました(赤矢印)。次に、Fig.1(c)には適切な冷却温度を設定して作製したゴム材料の断面 SEM 像を示します。冷却温度を適切に保つことで、過冷却による粒子界面のクラック、無機粒子の脱落なども見られない良好な加工断面が得られ、分散状態の解析も可能でした。

2種類以上の材料が含まれる複合材や多層フィルムなどの有機材料でも加工条件を適切に選択することにより良好な断面作製、評価が可能になりました。

[キーワード] アルゴンイオンミリング、クライオ加工

[関連リンク] 『Li イオン二次電池 (セパレーターの細孔構造評価)』

<https://www.scas.co.jp/technical-informations/technical-news/pdf/tn433.pdf>