

透過電子顕微鏡 (TEM) によるアノード酸化皮膜の観察について

1. はじめに

アノード酸化皮膜とは、電解液中で金属（アルミニウムなど）に通電すると、表面が電気化学的に酸化されて生じる酸化物の層のことで、**図 1** のように多孔質皮膜を形成し、材料の耐食性・耐摩耗性を向上させます。アノード酸化皮膜は、数 nm～数十 nm 程度の微小な孔が開いています。アノード酸化皮膜のような微細構造を観察する際は、走査電子顕微鏡 (SEM) よりも分解能の高い透過電子顕微鏡 (TEM) を用いることで、SEM よりも細かい構造解析が可能となります。本稿では、TEM を用いてアノード酸化皮膜の微細構造を観察した事例を御紹介します。

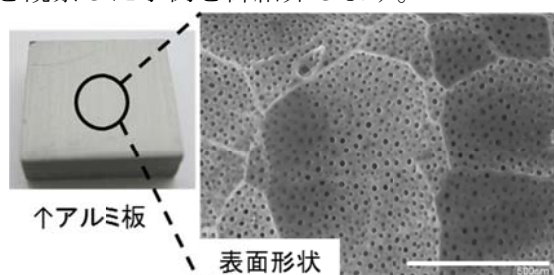


図 1 アノード酸化皮膜の表面形状

2. アノード酸化皮膜の観察事例

観察に用いたのは、A5052 のアルミ合金にアノード酸化皮膜を生成したもので、その条件は**表 1** となります。電圧条件の異なる 2 種類（試料①②）について、観察を行いました。なお、TEM 観察のための試料作製には、集束イオンビーム加工観察装置 (FIB) を用いました。

表 1 アノード酸化皮膜の作製条件

電解浴	電解時間 (min)	電圧 (V)	浴温度 (℃)
15% 硫酸	30	10(試料①)	15
		20(試料②)	

まず、アルミ基材とアノード酸化皮膜の界面付近において、皮膜の縦断面方向から観察を行いました (**図 2**)。暗視野 STEM 像（試料中原子の原子番号にコントラストが依存する像）は、黒く映る部分がアノード酸化皮膜の孔となります。試料②は、界面に均一な凹

凸が形成されており、凹凸に沿って底部から表面方向に直管が形成されていることが分かりました。それに比べ、試料①は、界面部分の凹凸が乱れ、孔の成長が途中で止まる場合や、孔が枝分かれして成長している様子が観察されました。

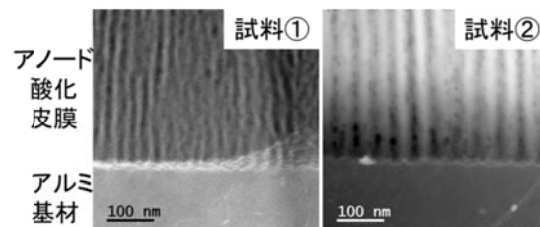


図 2 皮膜—基材界面の暗視野 STEM 像

次に、アノード酸化皮膜の横断面について観察を行いました (**図 3**)。試料②は、試料①と比較すると、一部崩れている箇所もありますが、規則的に孔が配列されていることが分かりました。また、倍率を上げて観察を行うと、試料②は、多角形状のセル構造をとり、孔径が 20nm 程度であることが確認できました。試料①は、試料②の孔径より小さく、孔が不規則に形成されていることが確認できました。

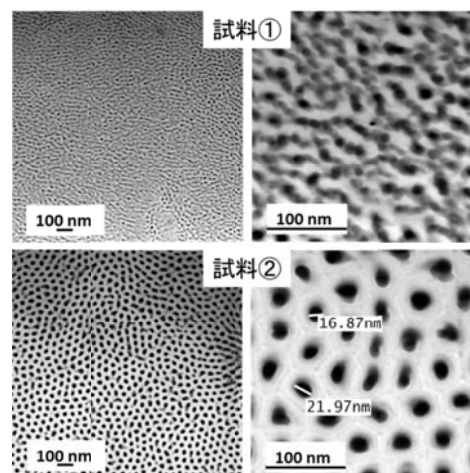


図 3 皮膜横断面の暗視野 STEM 像

3. おわりに

当センターでは、アノード酸化皮膜に限らず、企業の方々からの御依頼により、TEM による微細構造観察を行っております。是非御活用ください。



共同研究支援部 計測分析室 吉田陽子 (0561-76-8315)

研究テーマ：顕微鏡観察

担当分野：材料評価