

# 組織観察の基礎

ものづくり基礎講座（第49回技術セミナー）

『金属の魅力をみなおそう 第三弾 観察・分析編 第一回』

東北大学金属材料研究所

正橋直哉

[masahasi@imr.tohoku.ac.jp](mailto:masahasi@imr.tohoku.ac.jp)

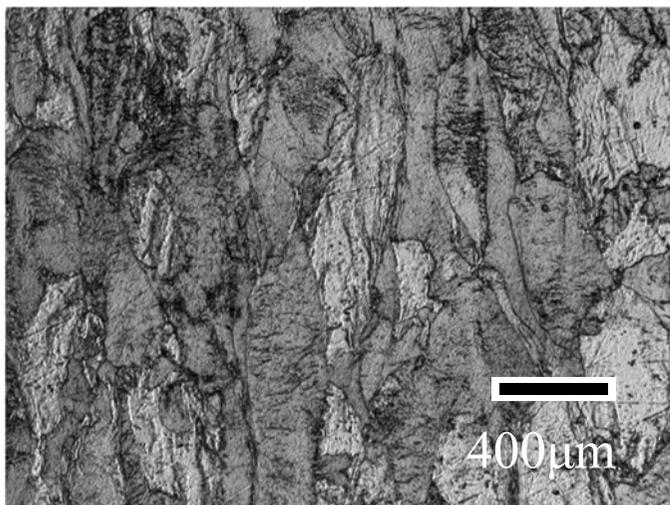
2017. March 29 14:05~14:35

クリエイション・コア東大阪 南館3階 技術交流室A

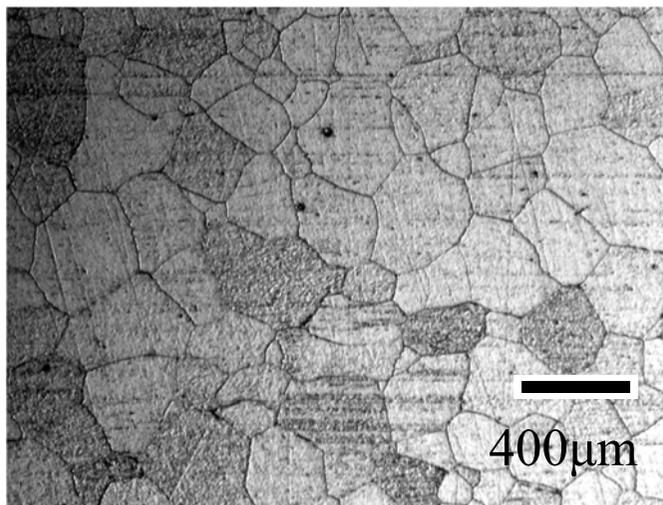




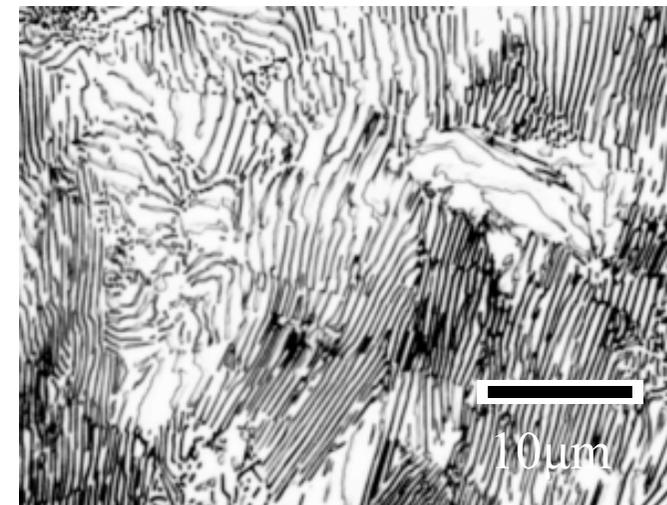
1. **組織観察を行う理由**
2. **組織と金属材料の機能**
3. **組織観察のポイント**
4. **光学顕微鏡試料の作製**
5. **様々な顕微鏡**
6. **組織観察のまとめ**



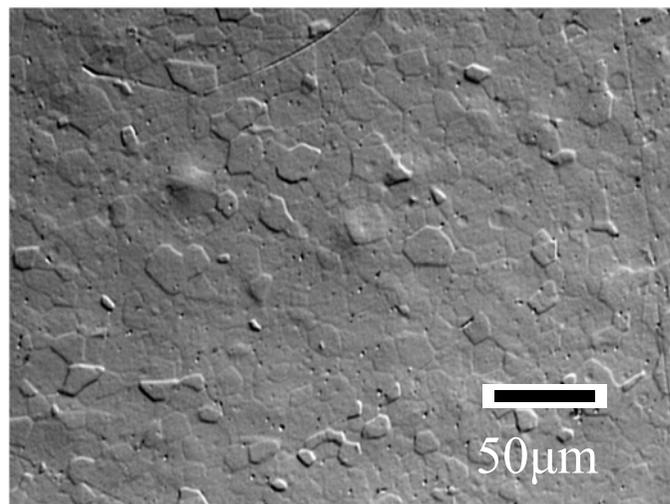
鉄の圧延組織



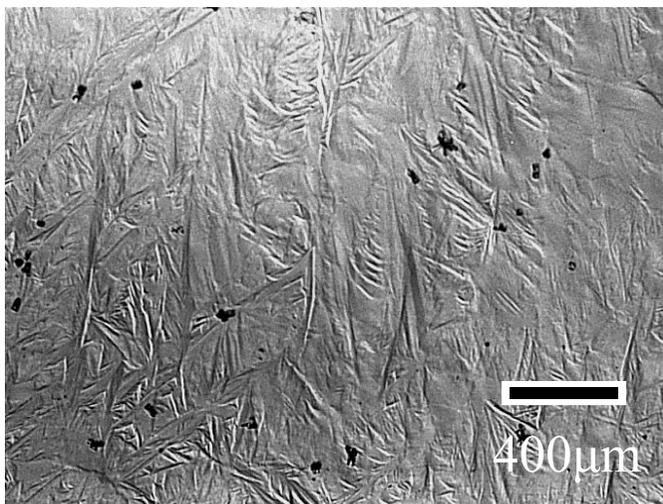
鉄の再結晶組織



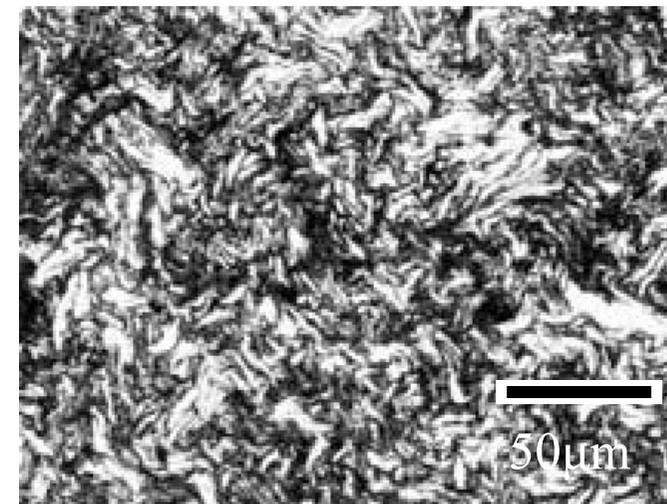
パーライト組織



チタンの再結晶組織



チタンのマルテンサイト組織

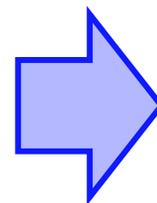


チタンのVan Gogh Sky組織

金属組織は金属の種類だけでなく、どのような履歴を経たかによって大きく異なる

## ② 加工し易くしたい

- (a) 結晶粒を細かくする
- (b) 変形し易い方向に結晶をそろえる
- (c) 焼きなまして軟らかくする
- (d) 軟らかい物質と共存させる



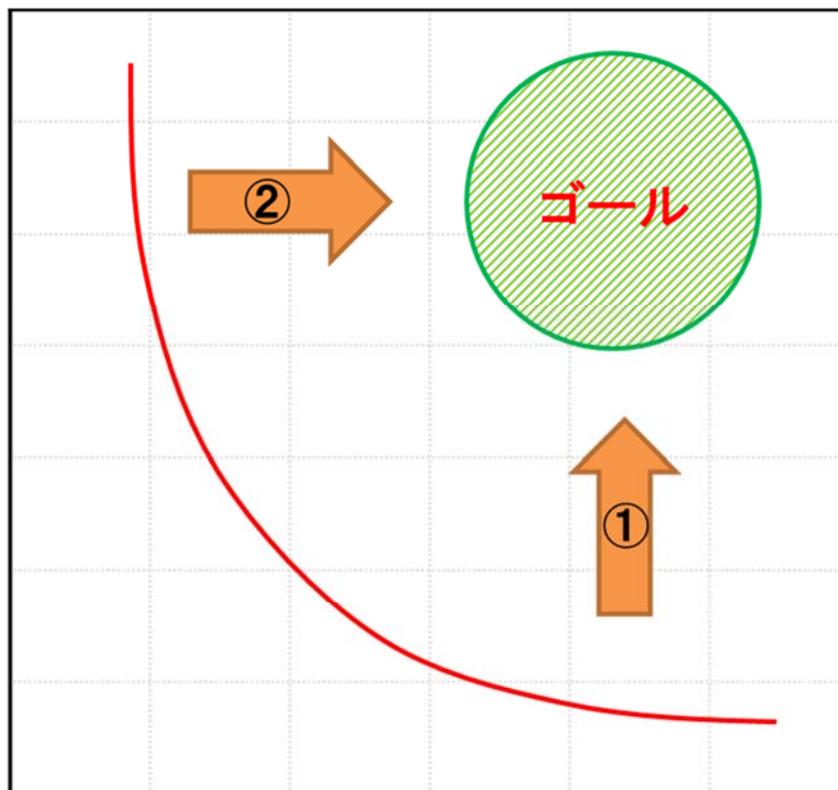
## 組織を観ることが重要

### 結晶粒微細化が有効

- (a) 結晶粒の核を増やす
- (b) 結晶粒の成長を抑える



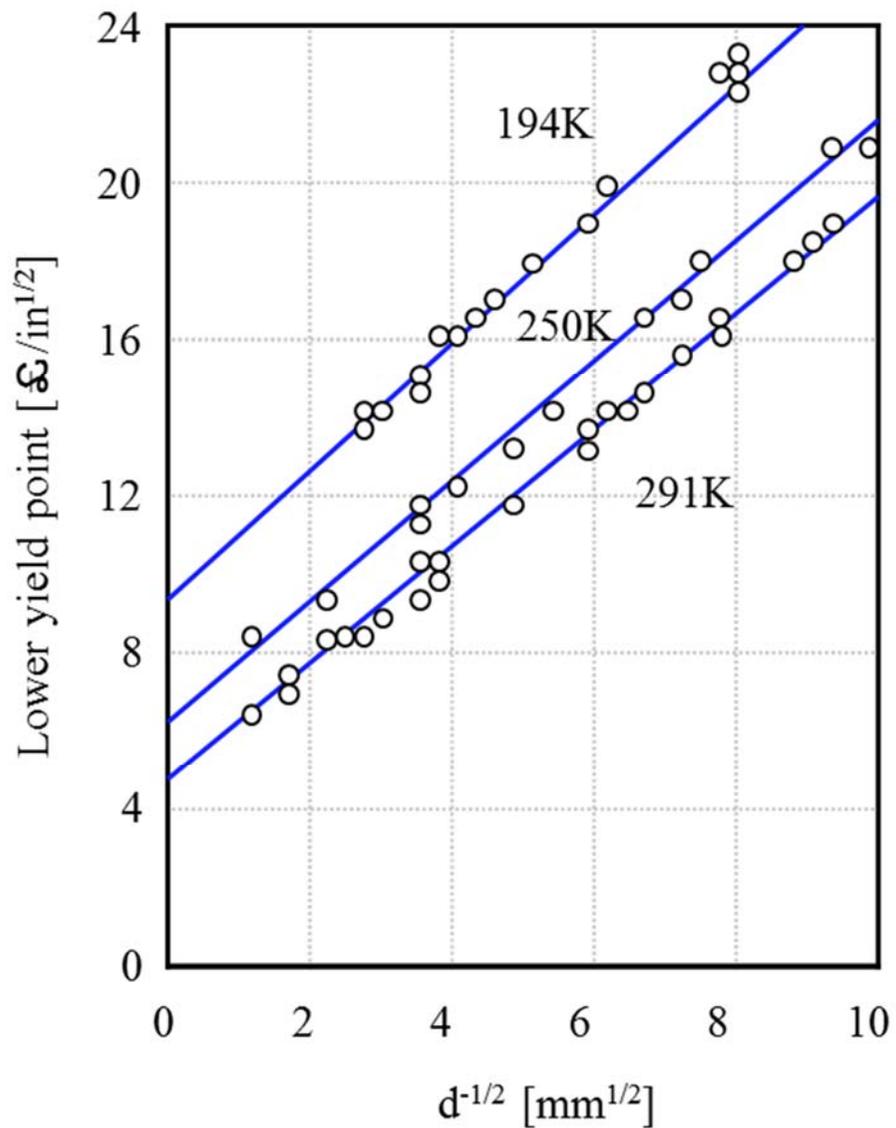
強度



加工性

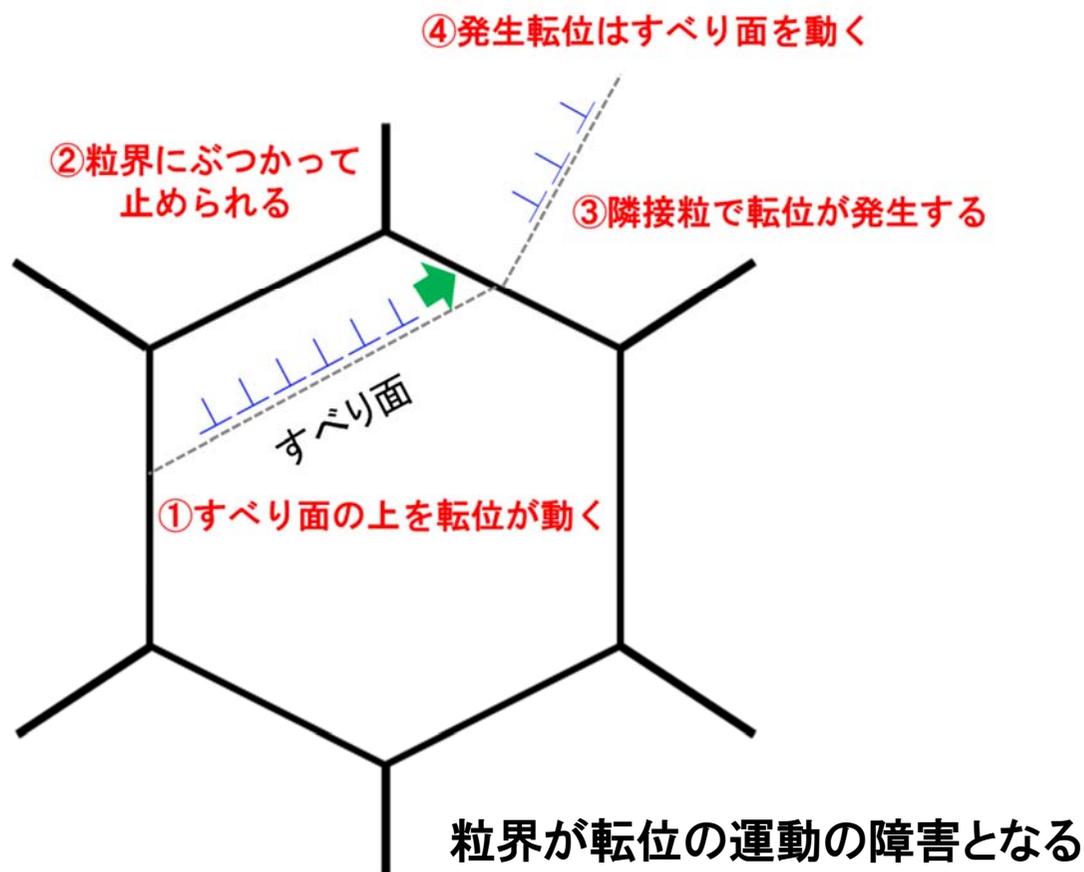
## ① 強度を上げたい

- (a) 結晶粒を細かくする
- (b) 析出物をださせる
- (c) 合金化する
- (d) 加工を施す
- (e) 異種材料を混ぜる



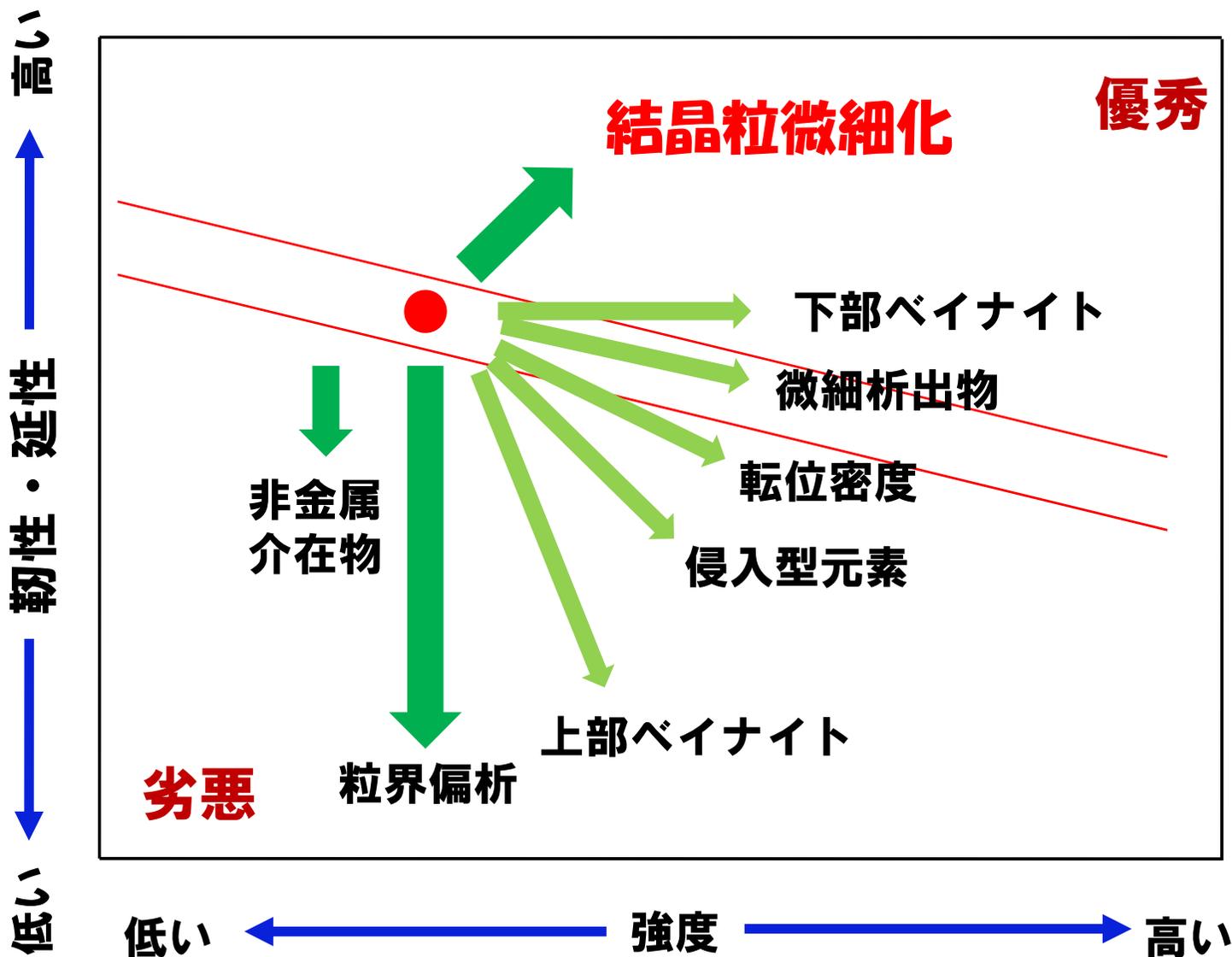
純鉄の降伏応力の粒径依存性

N.J. Petch, Phil Mag., 3(1958)1089



$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y \cdot d^{-1/2} \dots \dots \text{ホールペッチの式}$$

↑ 降伏応力      ↑ 材料定数      ↑ 結晶粒径

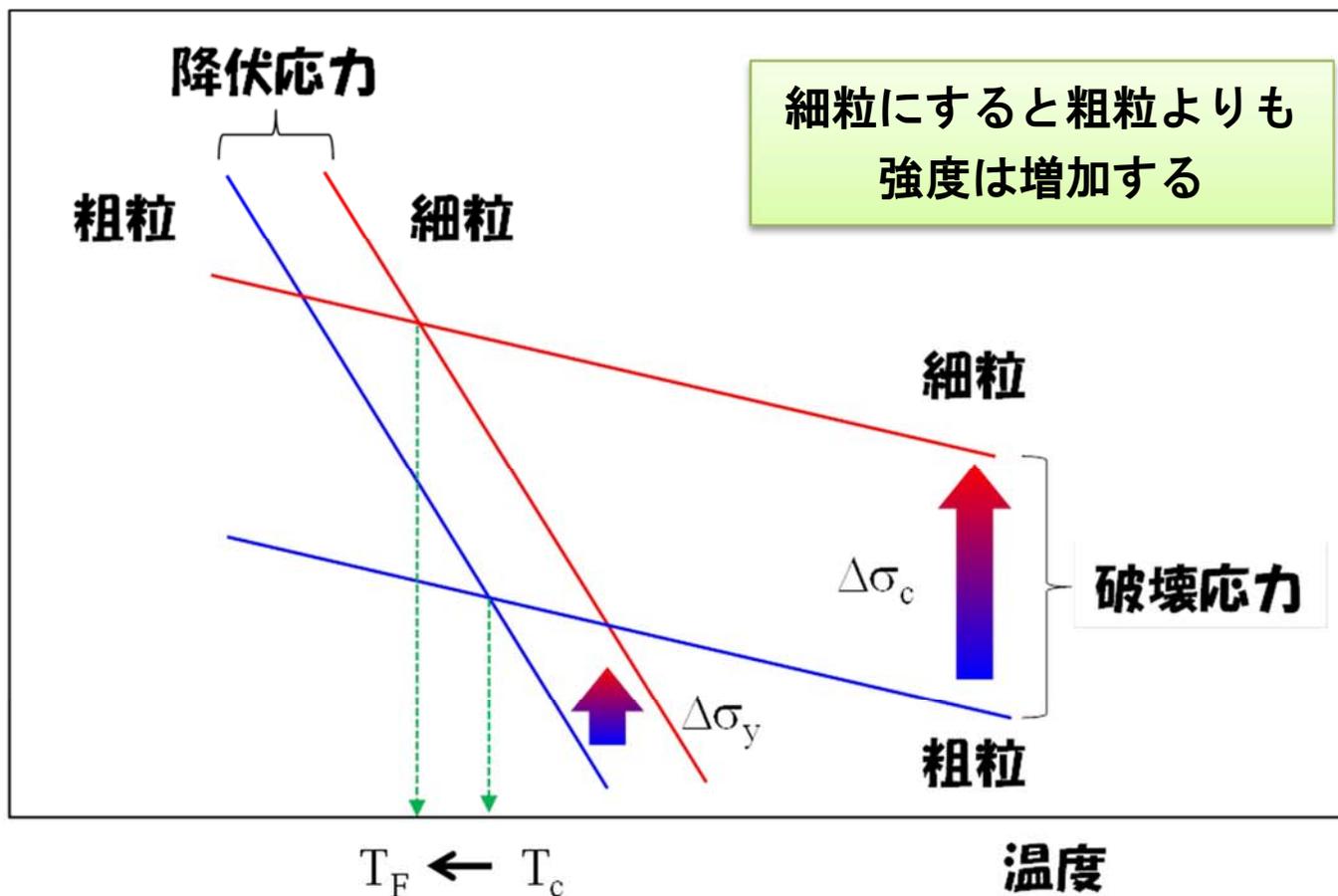


結晶粒微細化は機械的性質の向上に最も有効な方法

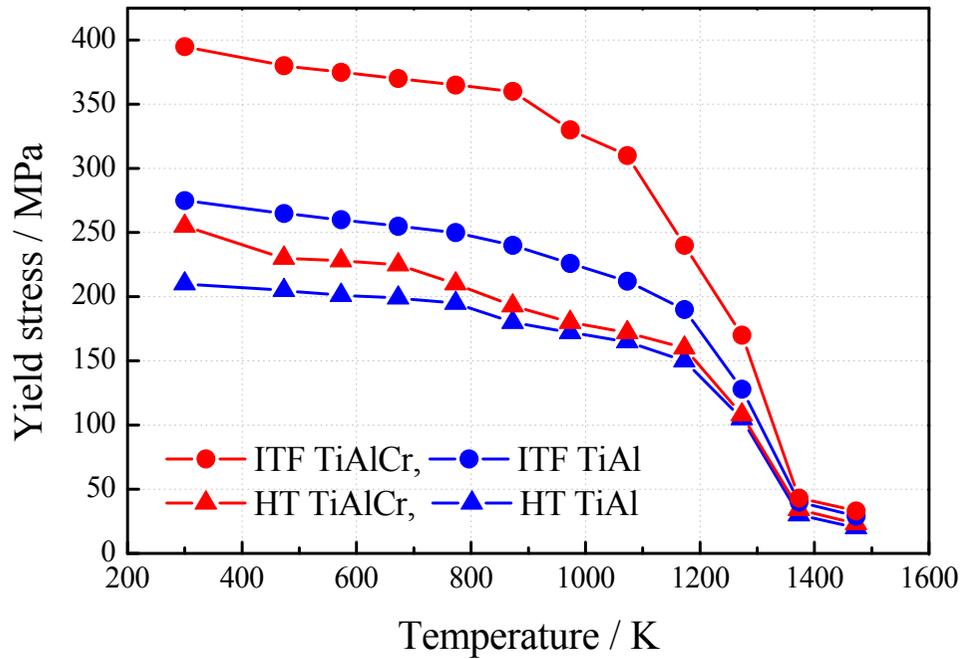
降伏応力

細粒にすると粗粒よりも強度は増加する

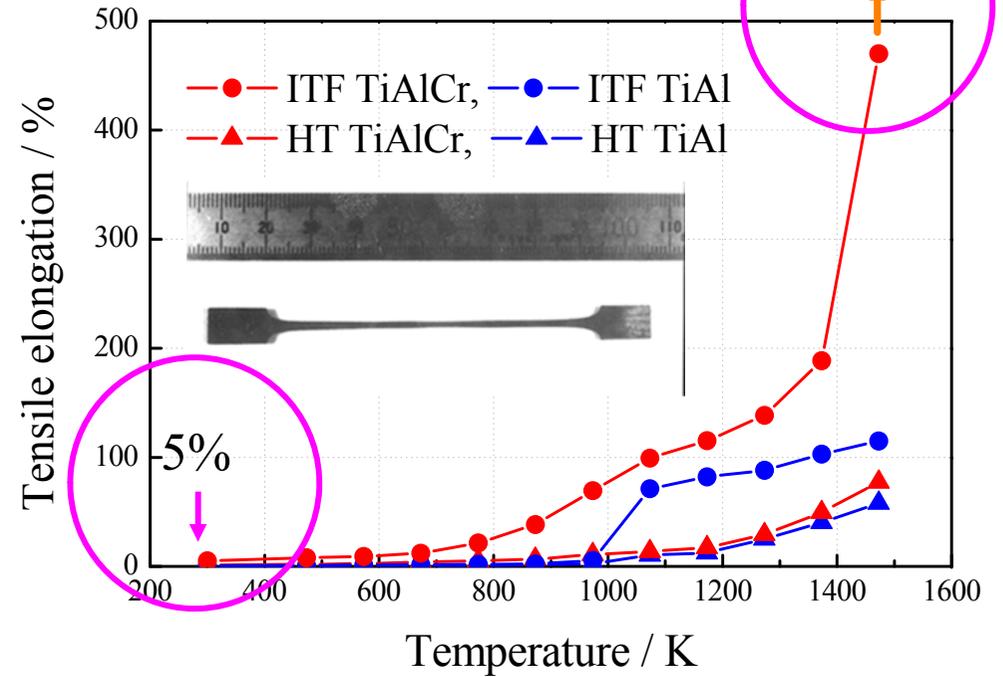
細粒にすると粗粒に比べ、低温まで破壊しない



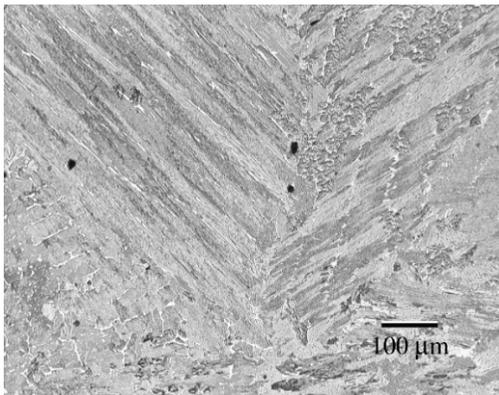
微細化により降伏応力も破壊応力も全温度範囲に渡り増加する  
 → 塑性変形をおこす温度は結晶粒微細化により低減する



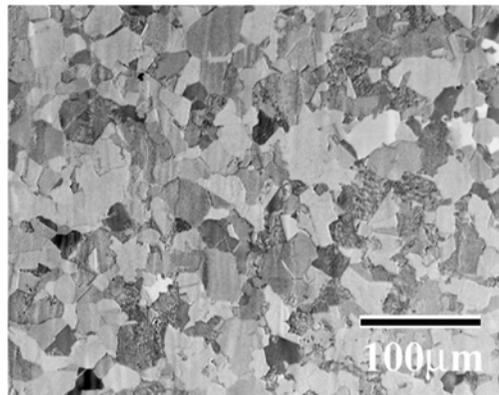
強度の温度依存性



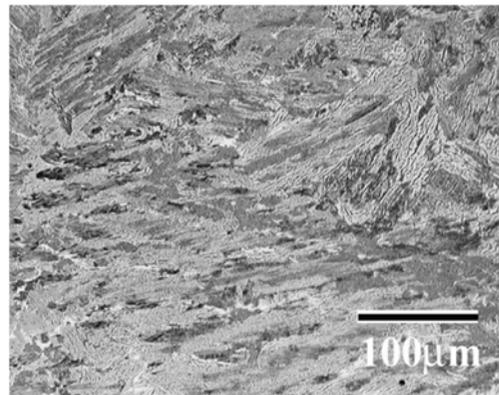
引張伸びの温度依存性



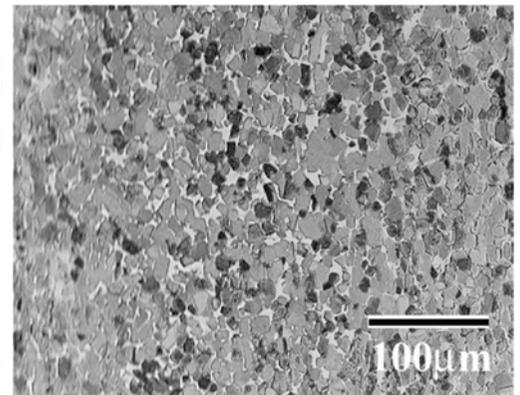
HT TiAl



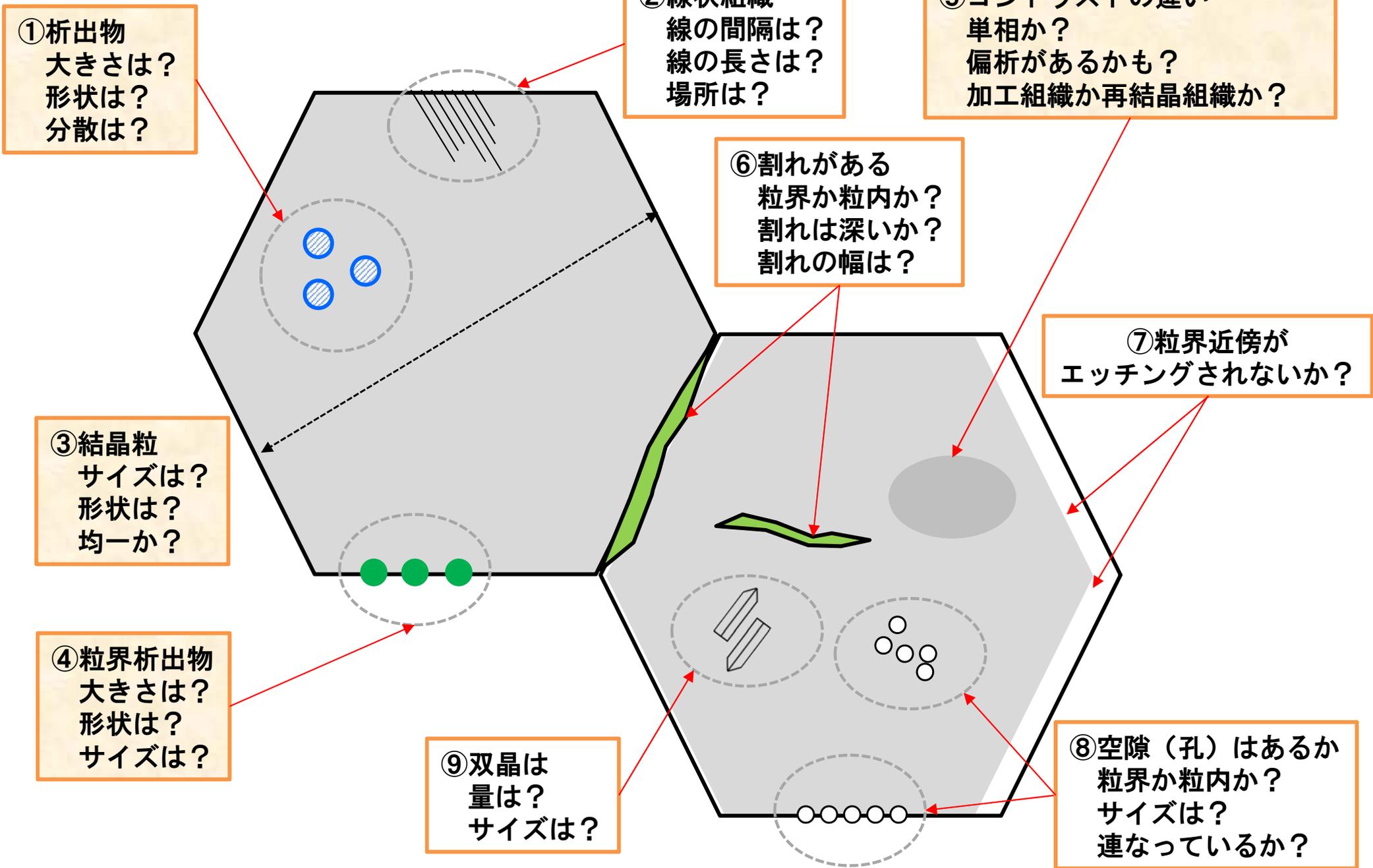
ITF TiAl

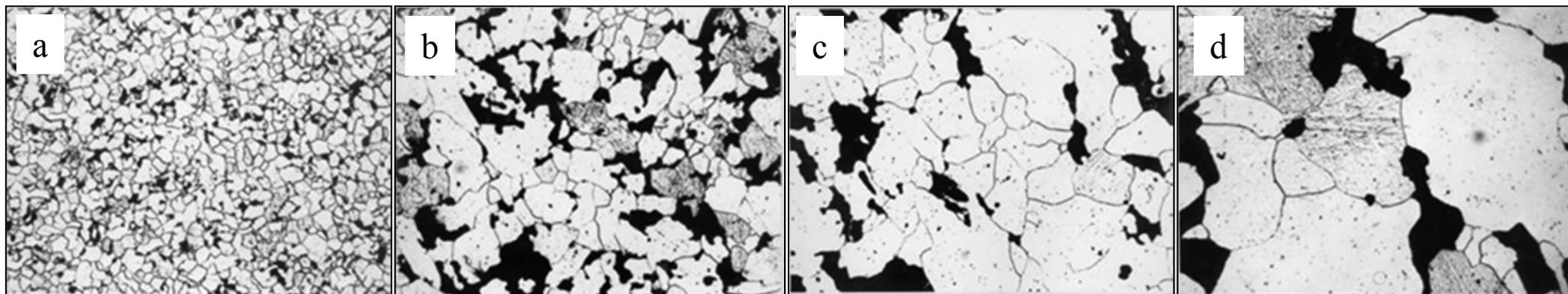


HT TiAlCr



ITF TiAlCr





S15C 炭素鋼	熱処理	フェライト結晶粒の大きさ	
		ASTM No.	粒径 / mm
a	950°Cで2時間保持後、炉冷	8.9	0.017
b	1000°Cで5時間保持後、炉冷	6.0	0.044
c	1000°Cで5時間保持後、6.5°C/hrで冷却	5.0	0.062
d	1100°Cで65時間保持後、6.5°C/hrで冷却	3.3	0.144

組織写真は白い部分がフェライト、黒い部分はパーライト組織で右がその拡大写真。白い部分は炭素を0.02%しか含まない柔らかいフェライト組織、黒い部分は鉄と炭素の化合物セメントイト  $Fe_3C$  で強さを持つ。



## 【ASTM規格(ASTM E 112 - 82)】

$$n = 2^{G-1} \dots\dots (1)$$

$n$ : 100倍での1inch<sup>2</sup>内の結晶粒数

$G$ : ASTM結晶粒度番号

$$G = (\log n / \log 2) + 1 \dots\dots (2)$$

## 【JIS規格(JIS G0551 - 1977)】

$$m = 2^{G_m+3} \dots\dots (3)$$

$m$ : 1倍での1mm<sup>2</sup>内の結晶粒数

$G_m$ : JIS結晶粒度番号

\*  $G_m$ の方が $G$ より0.046小さい

$G_m$	結晶粒数	結晶粒断面積 / mm <sup>2</sup>	結晶粒径 / mm	$G$
-3	1	1.00000	1.00000	-2.954
-2	2	0.50000	0.70711	-1.954
-1	4	0.25000	0.50000	-0.954
0	8	0.12500	0.35355	0.046
1	16	0.06250	0.25000	1.046
2	32	0.03125	0.17678	2.046
3	64	0.01563	0.12500	3.046
4	128	0.00781	0.08839	4.046
5	256	0.00391	0.06250	5.046
6	512	0.00195	0.04419	6.046
7	1024	0.00098	0.03125	7.046
8	2048	0.00049	0.02210	8.046
9	4096	0.00024	0.01563	9.046
10	8192	0.00012	0.01105	10.046



粗大粒

微細粒



【組織観察のいろは】 まず低倍率で観察し、光学顕微鏡観察で全体像を把握する。クラックや孔等の立体的な観察や組成解析も行うときは走査電子顕微鏡を、さらに微細な組織や結晶構造を調べたいときには透過電子顕微鏡を使用する。



実体顕微鏡

**低倍率(2-30倍程度)**で、試料を薄切化せず、そのままの状態を観察する。通常は落射照明によって観察する。



光学顕微鏡

透過光・反射光等の光をレンズで結像させて観察する。倍率は通常は**数十倍～数百倍、最高で2千倍程度**。



走査電子顕微鏡

電子線を絞って照射し、試料から放出される二次電子、反射電子、X線等を検出し観察する。**焦点深度が深く、立体像を得ることができる。**



透過電子顕微鏡

透過した電子線の強弱から試料内の**電子透過率の空間分布**を観察する。試料内の電子の回折で生じる干渉像から試料の**結晶構造が判る。**

カット

・ 素材切出し



観察したい箇所のサンプリングを、精密切断機た放電加工機で行う

粗研磨

・ 機械研磨



研磨上で試料を一定方向に研磨し、砥粒を細かくするごとに垂直方向に研磨する

精密研磨

・ 鏡面仕上げ



回転円盤上にバフ布を張り、微粒子アルミナを含む研磨液を滴下させ、回転円盤上に研磨

エッチング

・ 組織出し



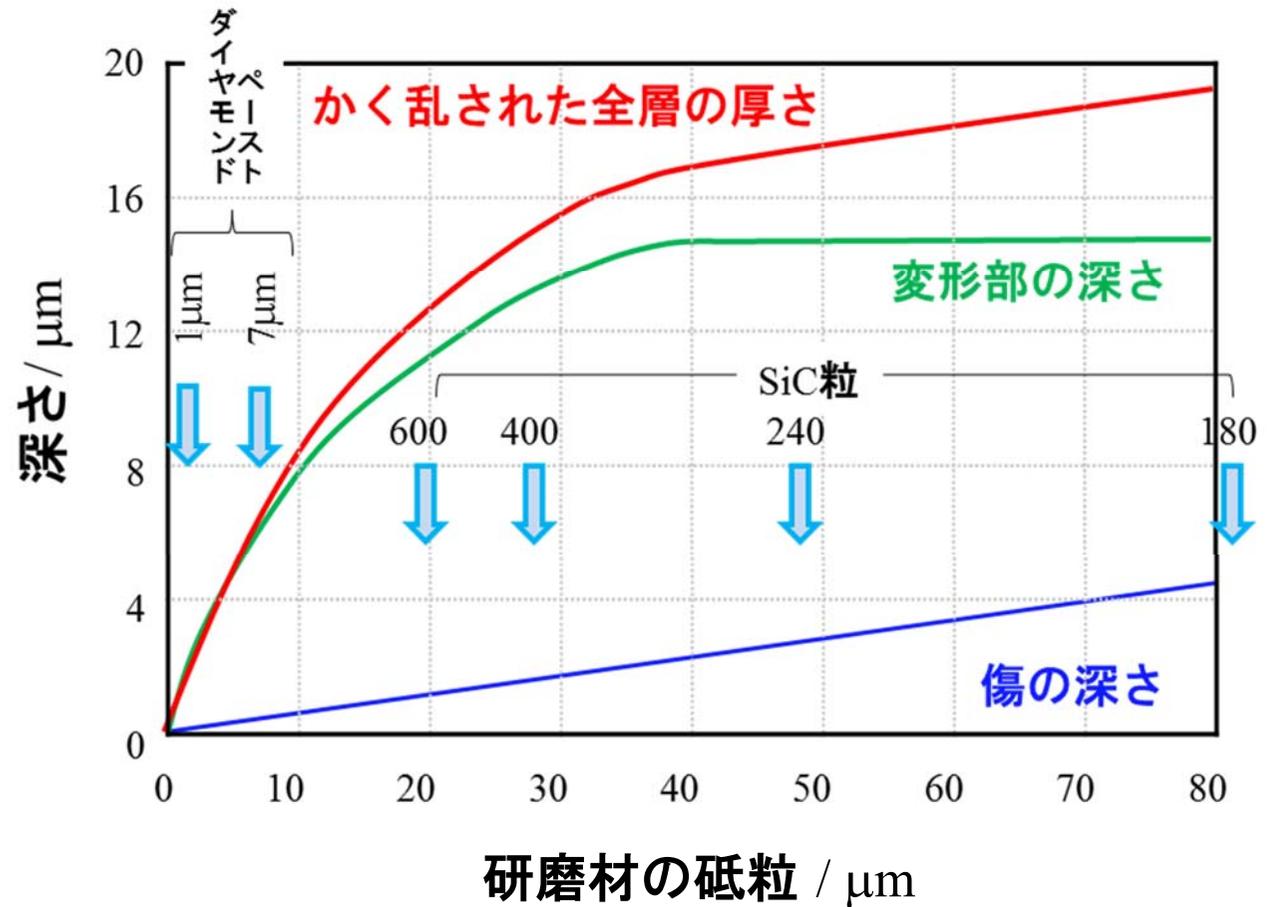
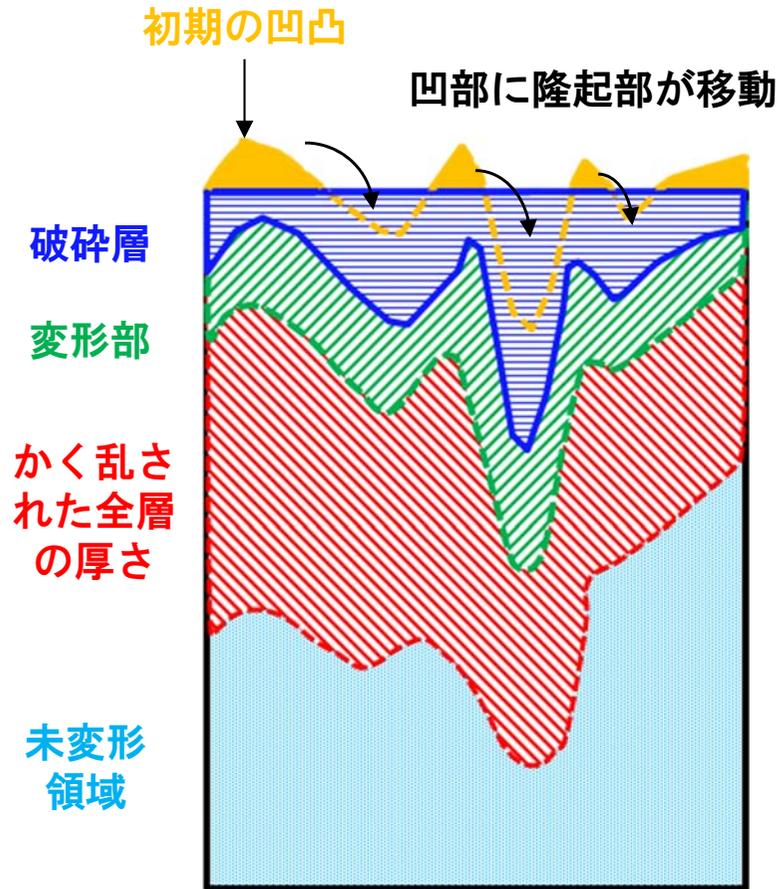
腐食液中に数秒漬けて取出し、洗浄して腐食を止め、アルコールに浸して乾燥機で乾燥

観察

・ 顕微鏡観察



乾燥試料は時間をおかずに観察を行い、必要に応じて再エッチングを行う



- ① 硬い研磨砥粒により試料表面近傍は、試料が破砕され変形が起こっている
- ② このような変形層を取り除かないと試料の組織を観察することができない

- ① 試料調整: 金属組織が観察できるようにするためには、試料の場所ごとに反射率を変えるために、研磨後に腐食(エッチング)しコントラストをつける。
- ② 腐食条件の選択: 水素よりイオン化傾向の大きい金属は酸で腐食させ、小さい金属は酸化剤で腐食させる。

Li K Be Mg Al Mn Zn Cr Ti Co Ni Pb Fe **H** Sn Cu Ag Au Pt

← 酸に浸漬すると溶けて水素を発生する

→ 酸に溶けないので酸化剤を加える

表 ミクロ腐食の一例

金属	腐食液	時間	注意事項
鉄鋼材料	5%硝酸エタノール溶液 (ナイタル)	数秒~数分	洗浄はアルコール使用
チタン合金	10%フッ酸+40%硝酸 水溶液	5~8秒	フッ酸取扱注意
アルミニウム合金	40%フッ酸 水溶液	10~60秒	フッ酸取扱注意
銅合金	20%塩酸エタノール溶液+ 数g塩化第二鉄	数秒~数分	時間は合金元素に依存



光学顕微鏡



対物レンズ

MPlanFL N	……レンズの種類
20x/0.40 BD P	……倍率/開口数/明視野
∞/0/FN26.5	……鏡筒長/カバーガラス無/視野数

開口数……レンズの分解能を求めるための指数

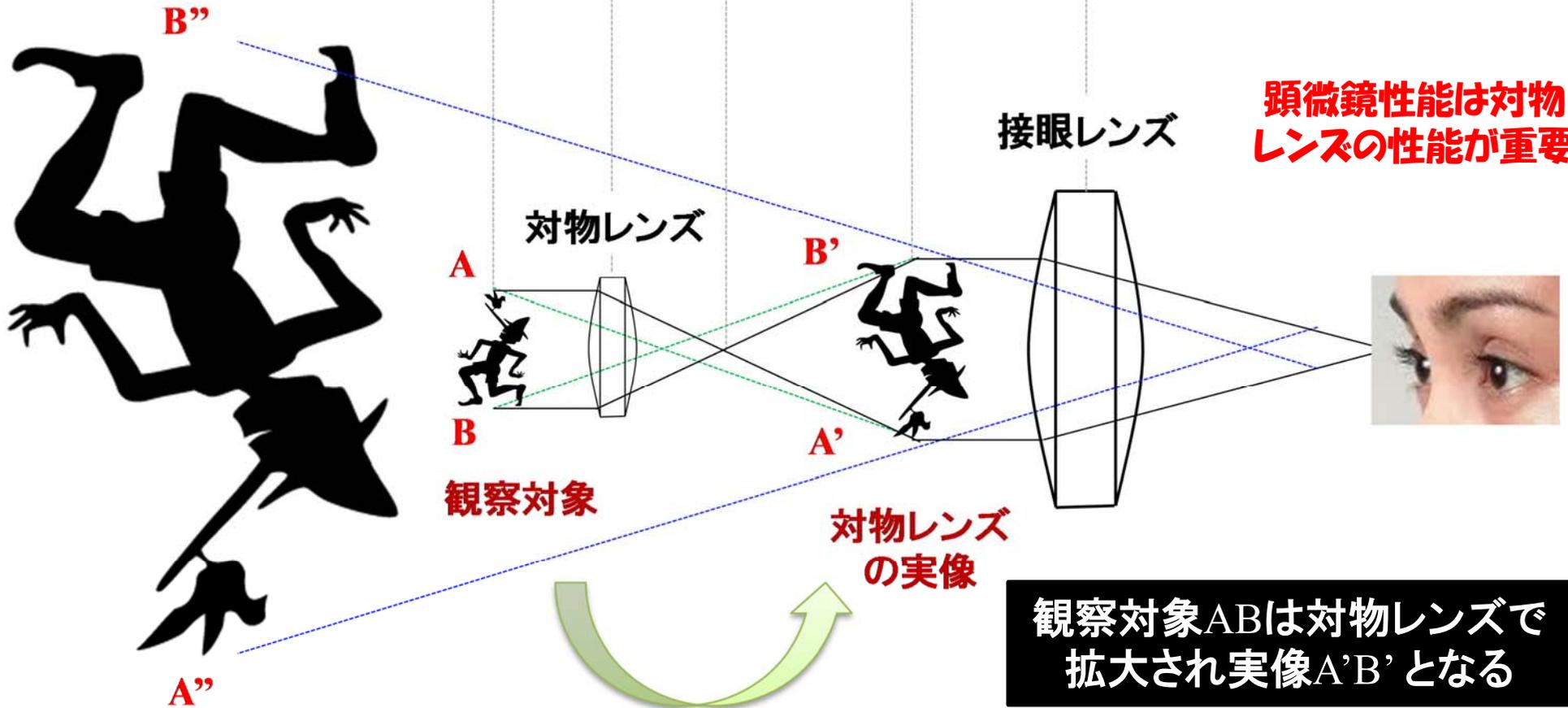
視野数……観察できる範囲の直径(mm)

鏡筒長……接眼レンズと対物レンズの距離

顕微鏡で見える実像  
(接眼レンズの虚像)

接眼レンズによる虚像  
は実像を拡大しただけ

顕微鏡性能は対物  
レンズの性能が重要



実像は上下反対に  
ない、顕微鏡の観察  
像は上下反転する

実像A'B'は接眼レンズで拡  
大され虚像A''B''となる

(1) 分解能  $\varepsilon$  : 見分けることのできる最小間隔で  
**小さい程、細かく見える。** 波長 $\lambda$ , 開口数 $a$ , 屈折率 $n$ , 材料中心とレンズ端の円錐角を $2\alpha$ とすると

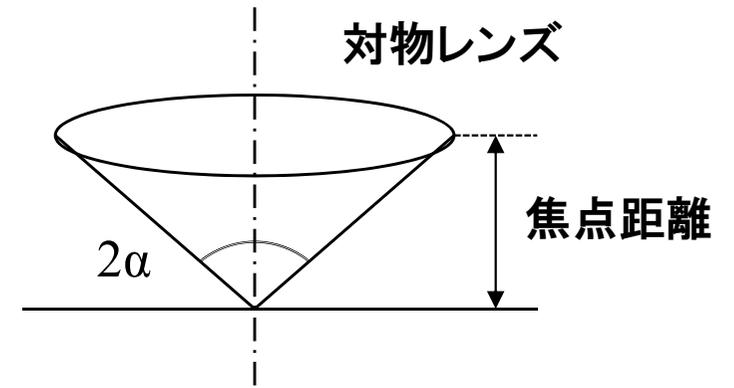
$$\varepsilon \approx 0.61\lambda / a \quad a = n \cdot \sin(\alpha) \quad \dots\dots(1)$$

(2) 倍率 $M$  : 観察像が試料よりどれだけ拡大されたかを示す比率で**大きい程、拡大できる。** 対物レンズと接眼レンズの倍率を $m_1, m_2$ とすると、

$$M = m_1 \cdot m_2 \quad \dots\dots(2)$$

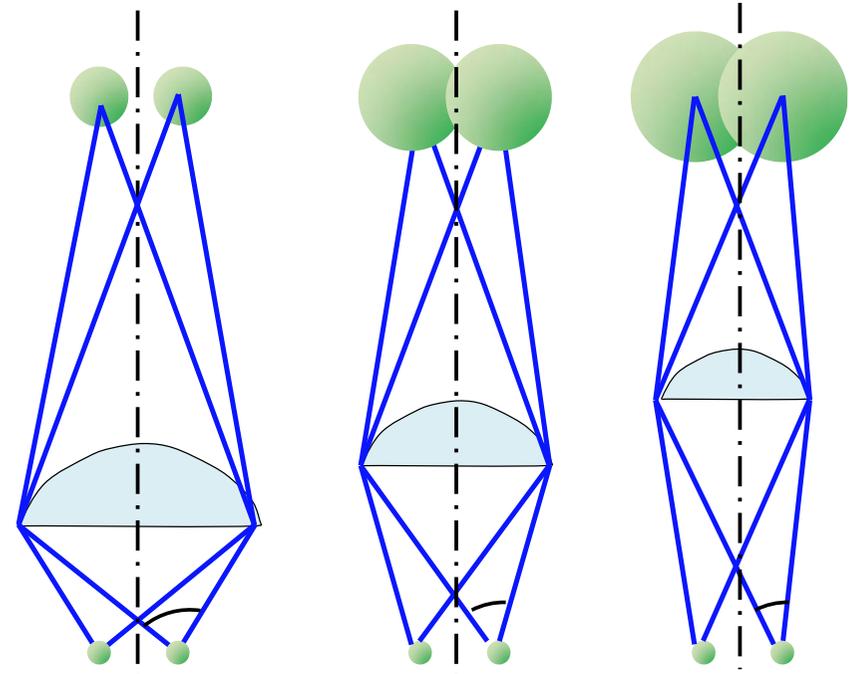
(3) 焦点深度 $\delta$  : 同時に焦点が合う奥行き深さ。 $\delta$ が**大きい程、試料内の厚い範囲の観察が可能。**

$$\delta \approx n \cdot 2\lambda / a^2 + n/M \cdot a \cdot 7 \quad \dots\dots(3)$$



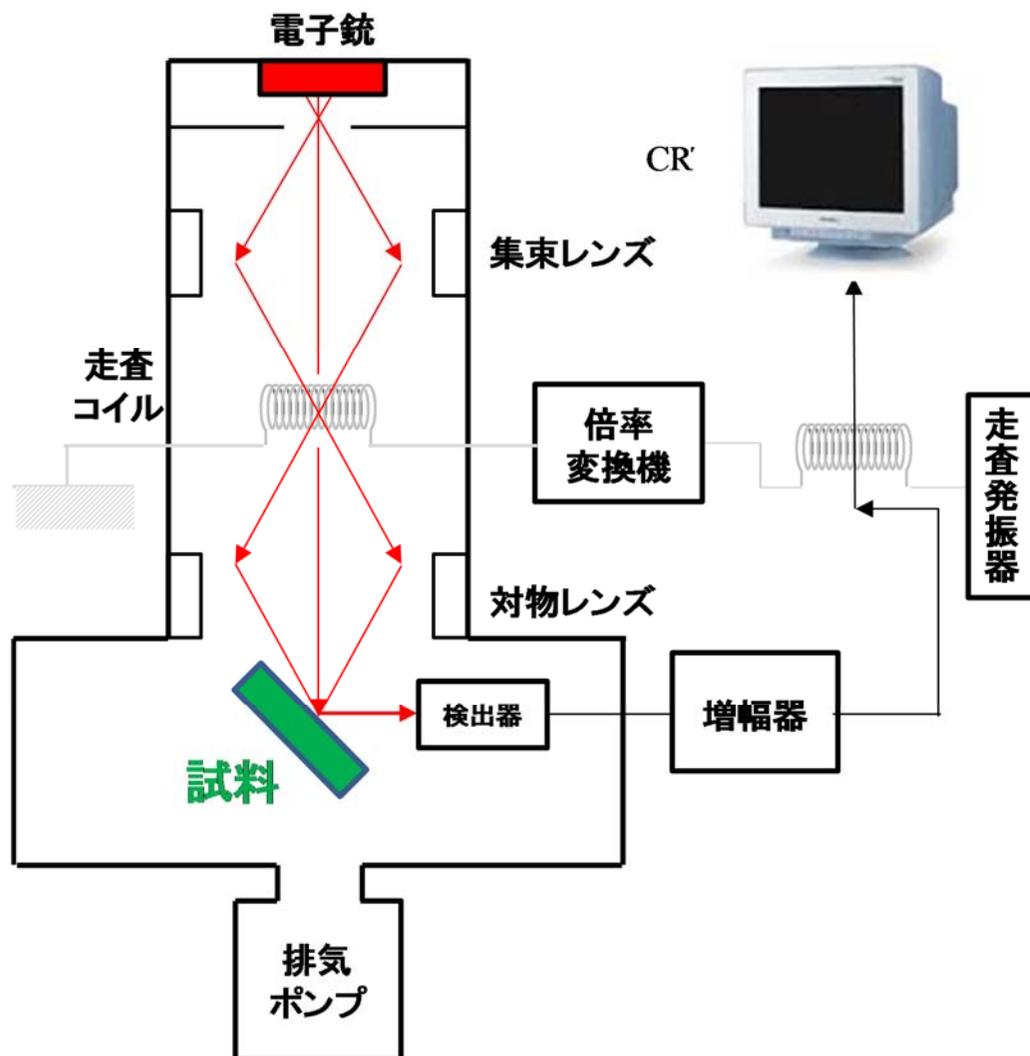
二つが分解して見える

二つが分解して見えない



$\alpha$ が大きい  
開口数 $a$ 大

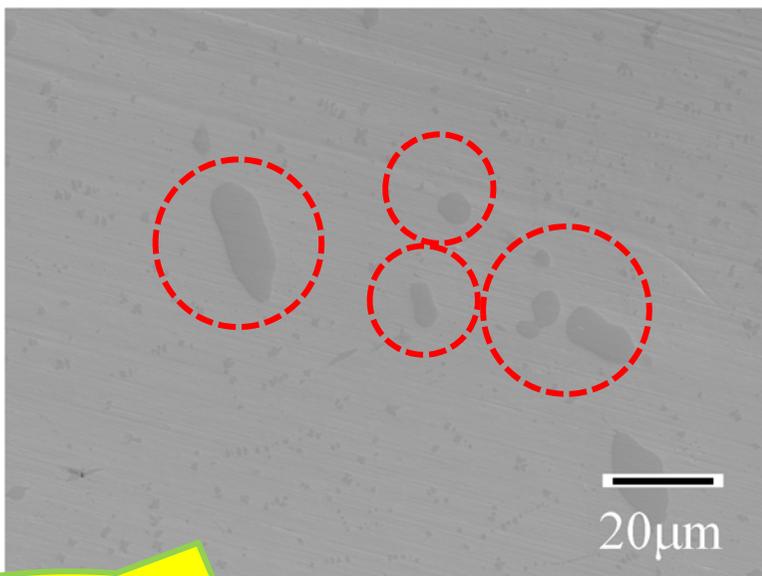
$\alpha$ が小さい  
開口数 $a$ 小



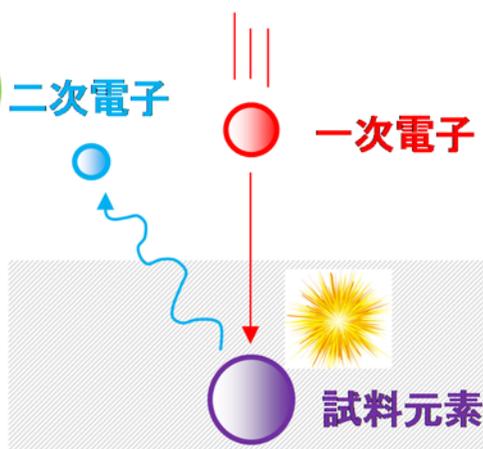
## 【走査電子顕微鏡の原理】

- ① 電子線を電場レンズによって細く絞りながら、試料表面上を走査させて、表面から発生する二次電子や反射電子を検出して試料表面の像を得る。
- ② 二次電子や反射電子と同時に放出される特性X線を利用し元素分析可能。
- ③ 焦点深度が深いいため、広範囲にピントの合った立体像を得る事ができる。
- ④ 加速電圧が高いほど電子線を絞る事ができ高分解能測定が可能だが、電子線は深く進入し、表面近傍の情報が失われてしまう。

## 二次電子像

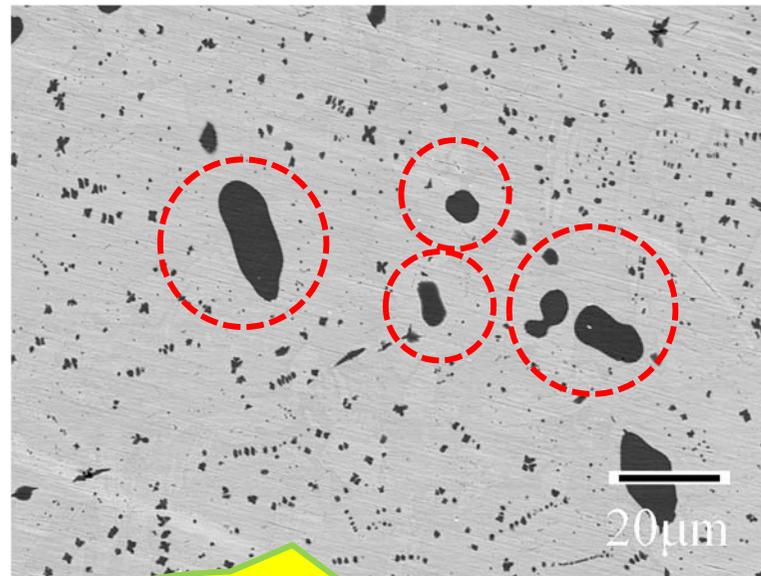


二次電子像では  
第二相（赤丸）  
が鮮明ではない

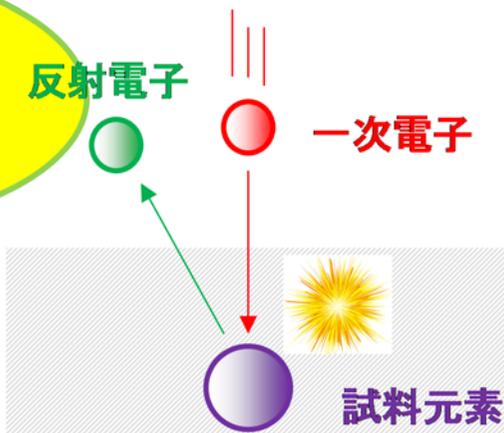


一次電子に比べ非常に微弱なエネルギーしかない

## 反射電子像

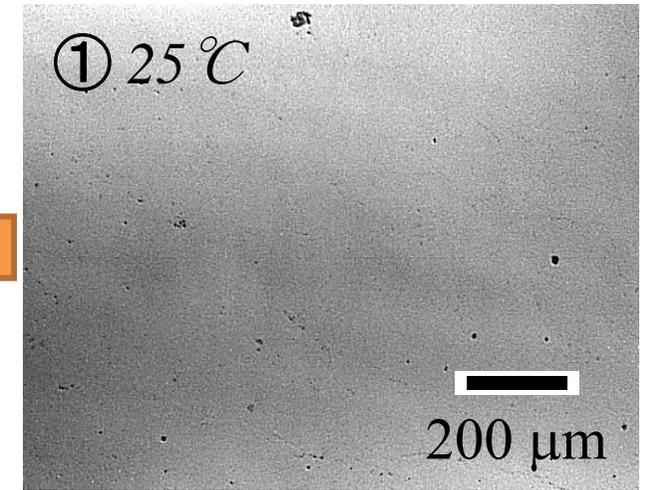
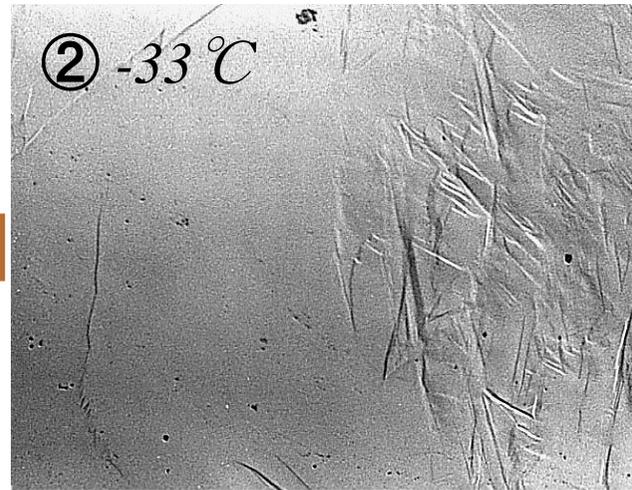
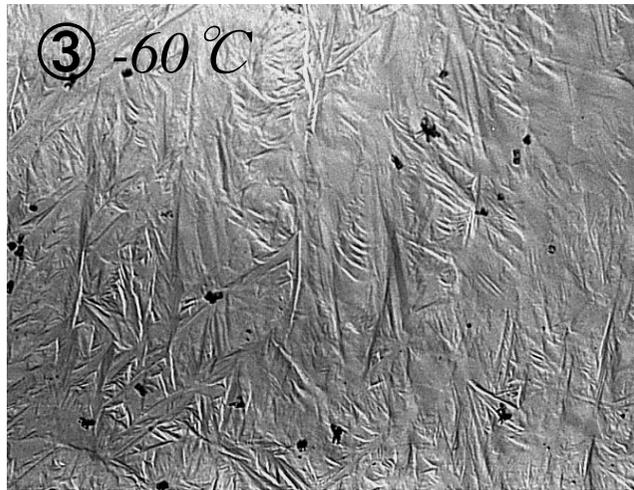


反射電子像では  
第二相（赤丸）  
が鮮明に見える

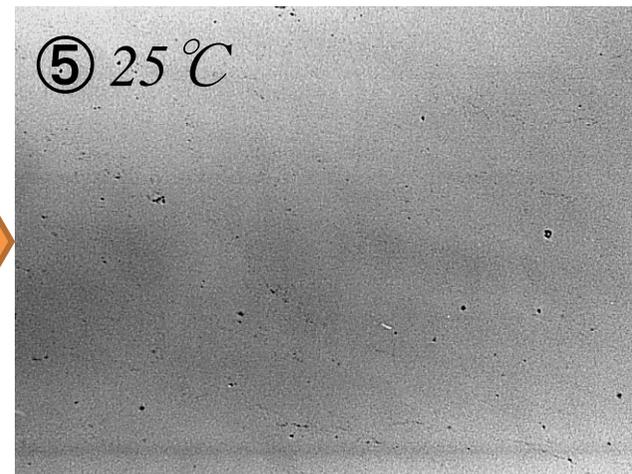


一次電子がエネルギーを失わずに後方に散乱する

二次電子像で形状を、反射電子像で組成の情報を把握する

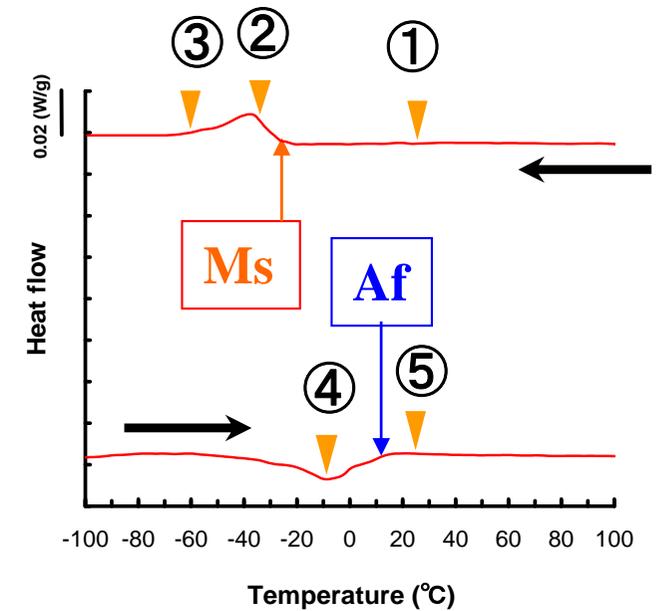


熱弾性マルテンサイト生成開始

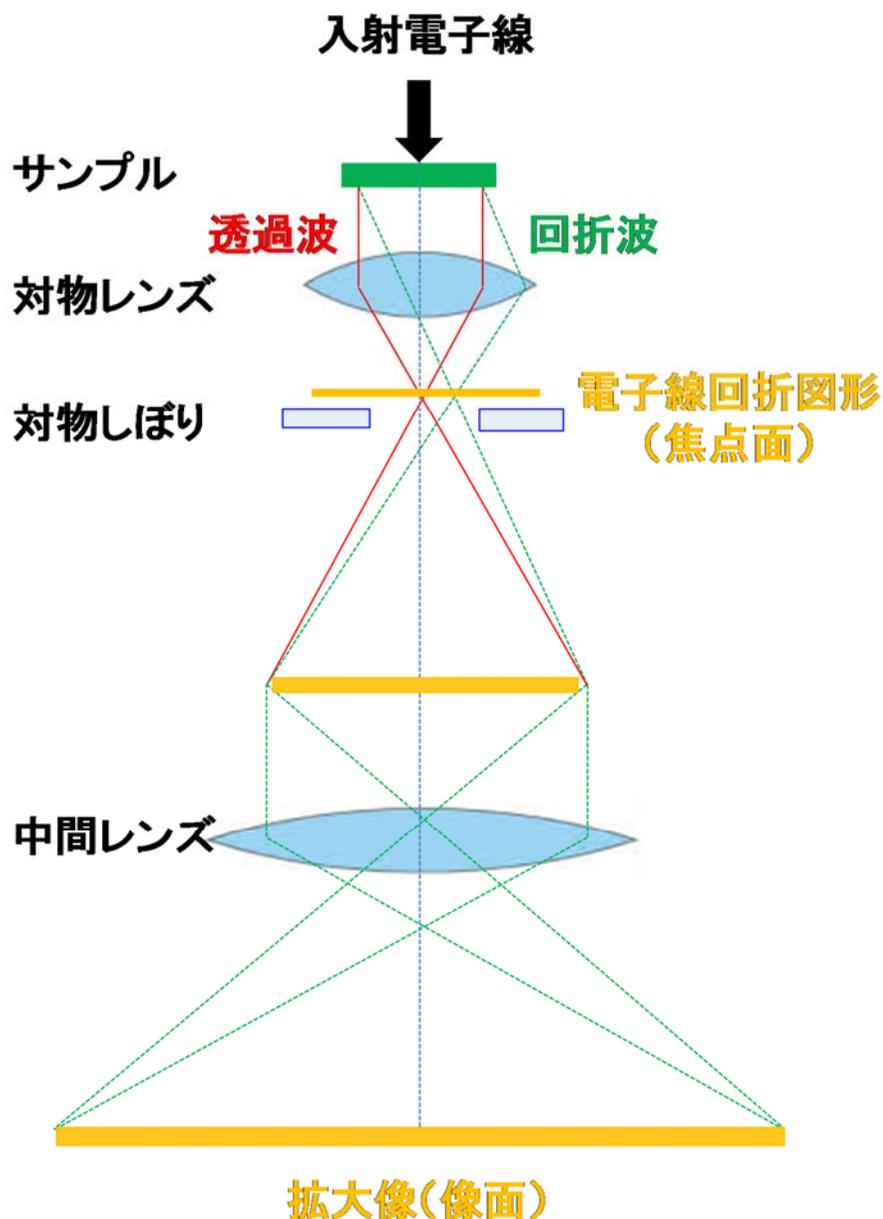


熱弾性マルテンサイト消滅開始

熱弾性マルテンサイト消滅

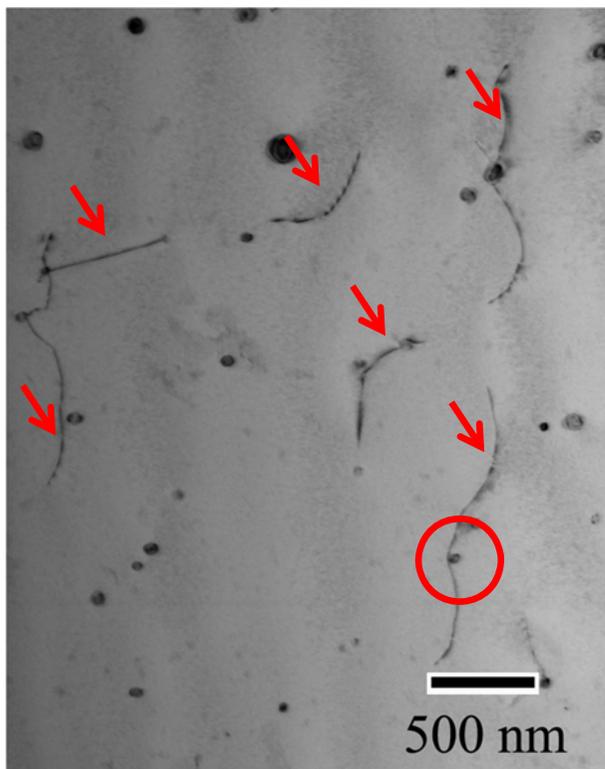


温度ステージに試料を載せて観察すると、組織の温度変化を観察できる



## 【透過電子顕微鏡の原理】

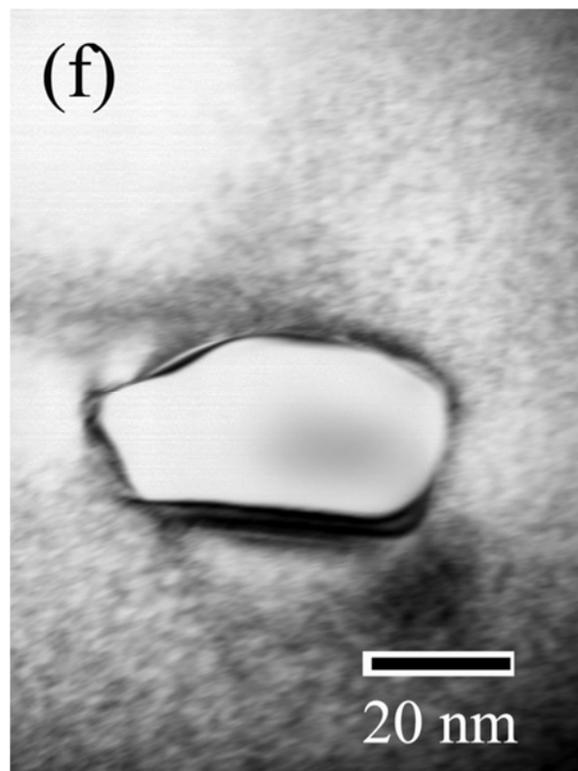
- ① 電子銃から電子が放出され、加速管で加速する。加速電子は集束レンズと収束絞りを通過して、試料にあたる。
- ② 観察試料に電子ビームを照射する。
- ③ 試料を透過した電子線は中間レンズ等で拡大し、電子線によって光る蛍光板にあてて試料を観察する。
- ④ 電子は試料と相互作用(散乱、回折など)を起こすため**薄い試料が必要**。
- ⑤ 試料の構造や成分の違いにより、透過する電子の密度が変わり、像となる。



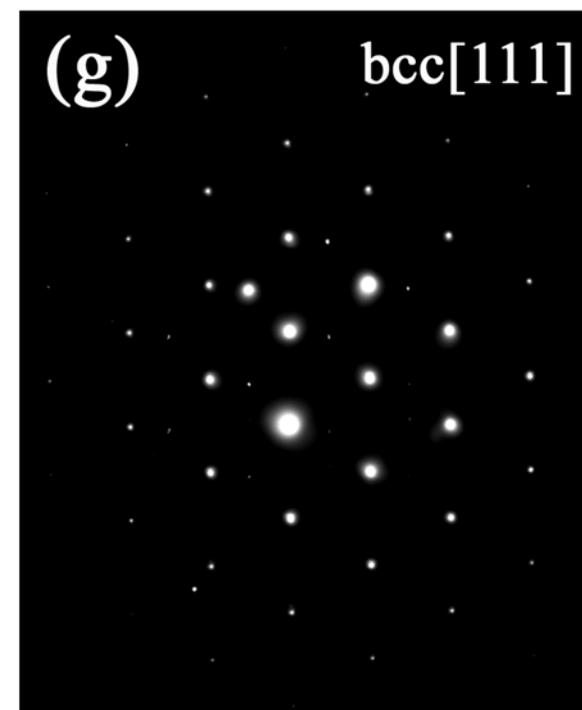
Fe-Nb-C合金中の転位



転位が析出物に拘束  
されている



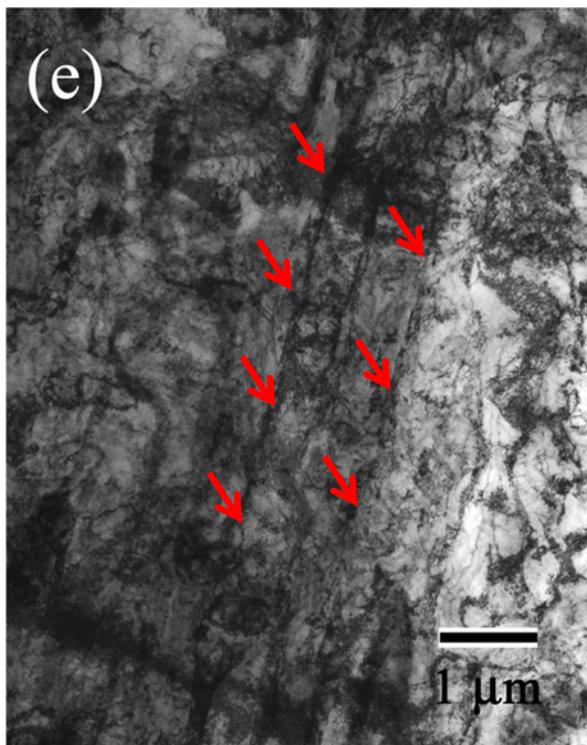
左写真赤丸の析出物



析出物の電子線回折



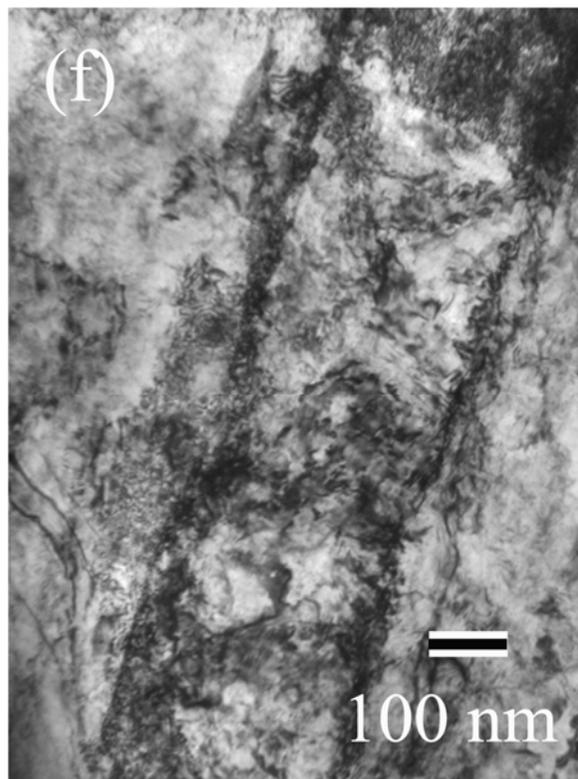
析出物はNbC



強加工したFe-Mn-C合金組織



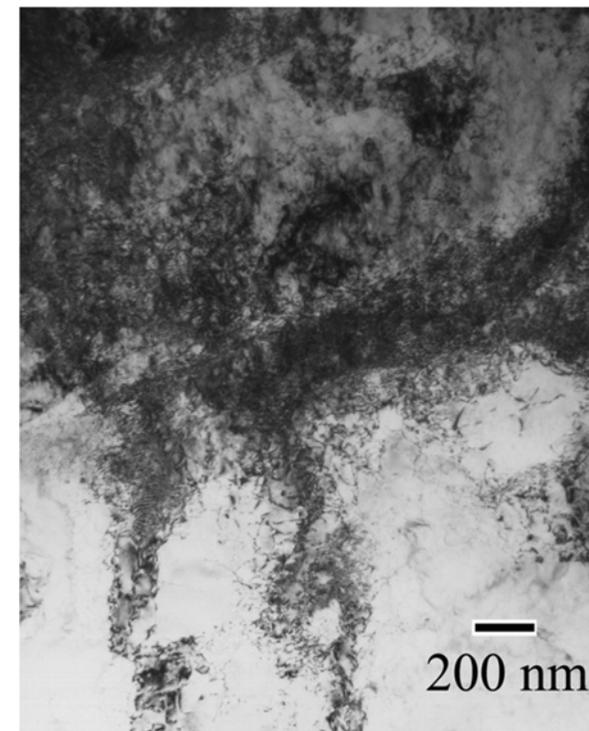
多量の転位が複雑に絡み合い  
セル境界を形成する



左のセル境界近傍



境界の転位密度は特に高い



強加工したFe-Cr-Mo組織



セル境界は存在しない

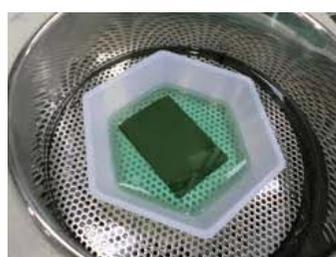
1. 光学顕微鏡用試料は、**研磨キズがなくなるまで研磨を施してから、エッチングを行う。**
  - ☞ エメリー研磨は細かい砥粒にかえる毎に研磨方向を直角に変え前のキズを無くすこと。
  - ☞ エッチングは粒界がクリアに観察できるように、初めての試料は少しずつ行うこと。
2. 組織観察のポイントは**コントラストの違いのある箇所**に注意すること
  - ☞ コントラストは光の反射率の違いであり、異相、不均一組成、歪みなどに依存する。
  - ☞ 材料の性質を決める、粒径・析出物・単相か複相か・欠陥の有無などに注意すること。
3. **顕微鏡観察は低倍から行い**、必要に応じて走査電子顕微鏡や透過電子顕微鏡を使用。
  - ☞ 低倍での顕微鏡観察で次の課題を決めて、電子顕微鏡観察を始めること。
  - ☞ 透過電子顕微鏡観察用試料は、電解やミリング等で薄膜化する必要がある。



切断箇所を決める



研磨は丁寧に



エッチングは慎重に



観察は低倍から



電顕観察は目的を明確に



御清聴有難うございました