

走査電子顕微鏡による金属組織の微細観察について

1. はじめに

金属部材は、目標とする物性を実現するために、圧延加工や時効などの熱処理によって、結晶粒の大きさや析出物を制御します。これらの組織の解析は、一般的に試料を研磨し、酸などでエッチングを行ってから、金属顕微鏡を用いて観察します。金属顕微鏡は可視光を用いるため、おおよそ $1\mu\text{m}$ 以下の微細な結晶粒や析出物を確認することは難しくなります。

走査電子顕微鏡 (SEM) では、鏡面研磨した試料に電子線を照射し、試料から発生する反射電子を検出して、金属組織を観察します。反射電子は、結晶粒一つ一つの方位や組成に敏感であるため、結晶粒の大きさや析出物を判別できます。

本稿では、高分解能走査電子顕微鏡 (FE-SEM) を用いた金属組織観察事例を紹介します。

2. 圧延、時効処理後の金属組織観察事例

銅合金の板材を例に、未加工、圧延、圧延・過時効の試料をそれぞれ鏡面研磨し、FE-SEM で反射電子像観察を行いました (試料提供：日本ガイシ (株))。

未加工試料 (図1) では、結晶方位の違いから、結晶粒一つ一つにグレイスケールでコントラストの違いが生じ、 $10\mu\text{m}$ 前後の結晶粒を確認できます。また、図の右上の拡大写真を見ると、結晶粒界に $100\sim 200\text{nm}$ 前後の白い粒が複数観察されました。粒のコントラスト (白) が周囲の大きな結晶粒と際立って異なるため、微細な析出物であると考えられます。

圧延加工後の試料 (図2) では、結晶粒一つ一つの中でコントラストがグラデーションのように変化しています。これは、圧延によるひずみであると考えられ、金属顕微鏡では観察できない、SEM 観察ならではの特徴です。

圧延・過時効後の試料 (図3) では、結晶粒界に大きな析出物、粒内に $100\sim 200\text{nm}$ 前後の微細な析出物が観察されました。

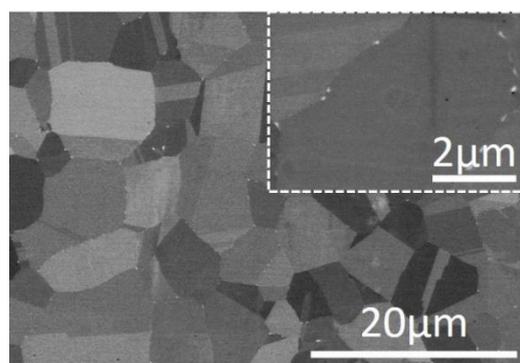


図1 未加工試料の観察

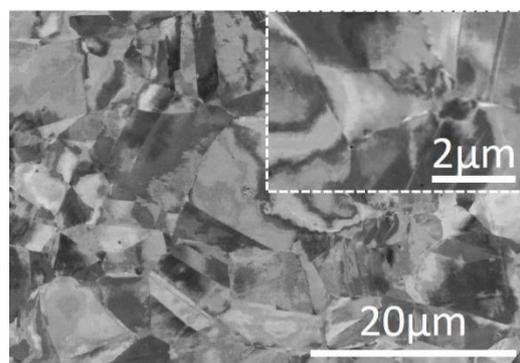


図2 圧延加工後試料の観察結果

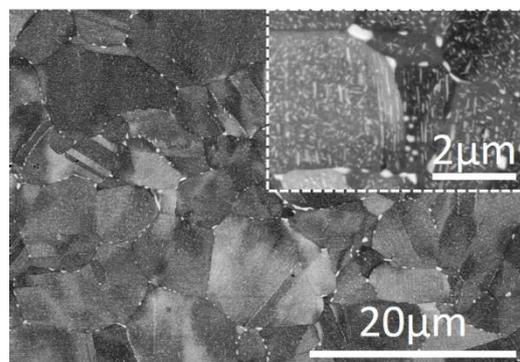
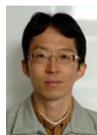


図3 圧延・過時効後試料の観察結果

このように金属組織の微細観察を行うと、加工や熱処理による組織の変化を調べることができ、物性との関連を検討できます。

3. おわりに

共同研究支援部では、金属部材の加工・熱処理等による組織の変化を、FE-SEM の反射電子像や後方散乱電子線回折 (EBSD) 測定により観察することができます。お気軽にお問合せ下さい。



共同研究支援部 計測分析室 杉本貴紀 (0561-76-8315)

研究テーマ：電子顕微鏡

担当分野：材料評価