

「エネルギー分散型エックス線分析装置付 走査型電子顕微鏡の紹介と活用例」

機械金属工業技術支援センター 研究員
山口 篤
TEL:0794-82-0026
E-mail:yamaguchi@hyogo-kg.go.jp

— 破面解析 (フラクトグラフィ) 手段としての活用 —

1. エネルギー分散型エックス線分析装置付走査型電子顕微鏡

走査型電子顕微鏡 (SEM: Scanning Electron Microscope) は、試料に電子線を照射し、試料から放出される二次電子線などを画像化することで試料表面を観察する装置です。光学顕微鏡に比べて焦点深度が深く、分解能が高いため、試料を高倍率で鮮明に観察することができます。材料組織、破断面、微粉末、めっき層、付着物等の観察に有効です。同装置にはエネルギー分散型エックス線分析装置 (EDS: Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) を備えており、電子線を照射された試料から放出される特性エックス線と呼ばれる元素固有のエックス線を解析することで、測定部の元素を分析することができます。試料は、装置の原理上、通電できる材料でなければならないため、非導電性の試料を観察する場合には、導電材料を蒸着する等の前処理を行います。なお、水分を含む試料や固定できない試料など、観察に適さない場合がありますので事前にご相談下さい。

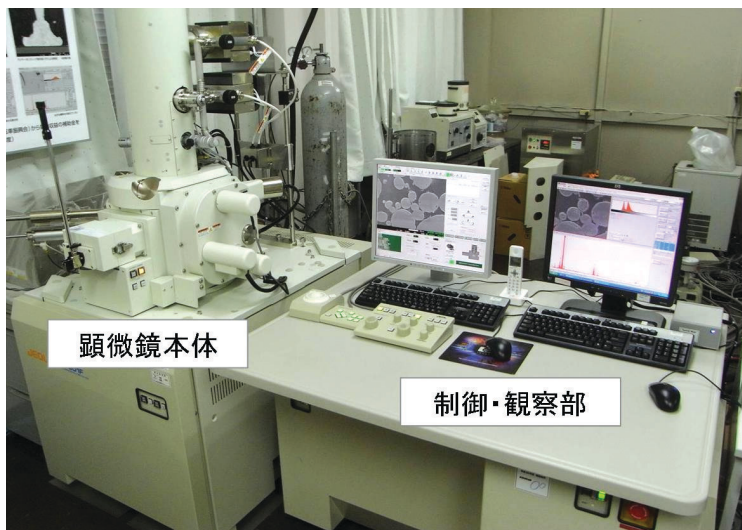


図1 装置の外観

表1 装置の概要

メーカー・機種名	観察：日本電子(株) 「JSM-7001F」 分析：アメテック(株) 「EDAX Genesis APEX2」
電子銃	サーマルFE電子銃
2次電子分解能	1.2nm (30kV)、3.0nm (1kV)
ステージ	X: 70mm、Y: 50mm、Z: 40mm
利用料金	1時間につき2,600円 但し、初回に機器利用研修(受講料5,000円)を受けていただきます。

※ この機器は、財団法人JKAの補助を受けて平成20年度に設置したものです。

2. 破面解析 (フラクトグラフィ) 手段としての活用

2-1 破面解析

金属製品の損傷原因は、設計、材質、使用環境、腐食、金属疲労などの多岐に渡ります。それらの原因を解明する方法の一つとして、破面に残された痕跡から破損過程を推察する方法があります。この方法は破面解析 (Fractography、フラクトグラフィ)¹⁾ と呼ばれ、焦点深度の深いSEMが活用されています。

表2に破断原因とSEMで観察される代表的な破面の特徴を示します。亀裂の進展速度や応力の負荷状態にもよりますが、特徴的な破面形状を見つけることによって、破断に至るまでの時間や原因を絞り込むことができます。

表2 破断要因とSEMで観察される特徴的な破面

特徴的な破面形状	破断要因	破断までの時間
ディンプル 粒界ディンプル	延性破壊	短時間
へき開 擬へき開 粒界	脆性破壊	
粒界(ヘアーライン) ディンプル	水素脆化割れ	
ストライエーション 粒界ストライエーション ラブマーク(擦り合わせ痕)	疲労破壊	長時間
ファンシェードパターン (流れ模様)	応力腐食割れ	

2-2 炭素工具鋼 (SK85鋼) の破面例

機械工具や農業用刃物として広く用いられているSK85鋼は、焼入れ・焼もどし熱処理によって使用目的に応じた性質に調質されるため、その破面形態も様々です。図2(a)は、焼入れ時の内部応力が原因となって、き裂が生じるいわゆる「焼割れ」の破面です。粒界割れに分類され、粒界表面が平滑であることから、ほとんど塑性変形を伴わずに破壊したことがわかります。一方、図2(b)は(a)と同様の粒界割れでありながら、表面が酸化物の層で覆われています。焼割れを生じたまま後の焼もどし工程で再加熱されたため、破面が酸化されています。

図3は、同じ硬さ (575 HV) に調質されたSK85鋼の破面の2態で²⁾、(a)は素材、(b)は電気垂鉛めっき処理材です。(a)は微細なディンプルと炭化物粒子が見られ、硬さ相応の延性破面を呈しています。一方、(b)は一部に延性破面が残るものの、ほとんどが粒界で破断しています。すなわち、(b)はめっき処理時に吸蔵された水素が原因となった「水素脆化割れ」で、破面からも塑性変形能が低下していることがわかります。

SK85鋼について、4つの破面を紹介しました。これらの特徴的な破面形態を理解し、化学組成、金属組織、硬さ、破断に至るまでの時間などの他因子と総合的に判断することで、原因の特定に近づけることができます。

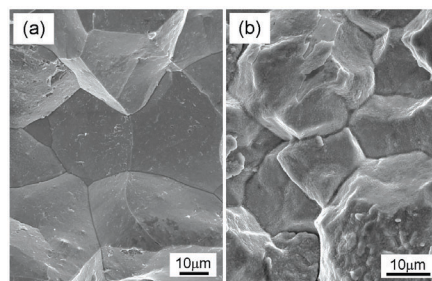


図2 SK85鋼の焼割れ破面
(a) 焼割れ破面,
(b) 酸化された焼割れ破面

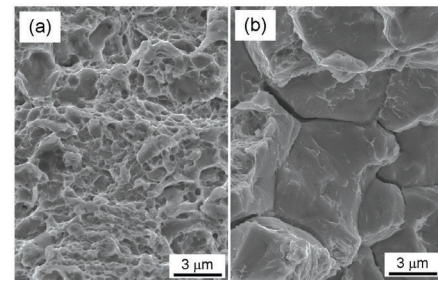


図3 同硬度 (575 HV) に調質されたSK85鋼の破面
(a) 延性破面, (b) 水素脆化割れによる破面

3. おわりに

本稿では、工業技術センターの保有するSEM-EDSおよびフラクトグラフィとしての活用例を紹介しました。SEMでは数百倍から数万倍の高倍率で破面を観察するため、観察部は清浄である必要があります。実際の破損部品は、破壊後の外力や腐食の影響を受け、本来の破面を残していないケースが多くあります。原因調査が必要な破損が生じた場合は、破面を素手で触らず、防錆剤を塗布するなどの保護も大切です。

文献

- 梅澤修:熱処理、50(2010)、p458-464.
- 園田司、山口篤、小川賢治、山口武彦:表面技術協会第124回講演大会要旨集、124(2011)、p75.