

金属組織学における顕微鏡法

ZEISS Axio Observer ならびに ZEISS Axio Imagerを使用

金属組織学における顕微鏡法

ZEISS Axio Observer ならびに ZEISS Axio Imagerを使用

著者： Gaby Ketzler-Raichle, Dr. Timo Bernthaler,
Prof. Dr. Gerhard Schneider
Aalen University, Materials Research Institute,
Germany

Dr. Susanne Klerner
Carl Zeiss Microscopy GmbH, Germany

Andy Holwell
Carl Zeiss Ltd, Metals Solutions

日付： 2018年9月

はじめに

Aalen大学のAalen Materials Research Institute (IMFAA)では、機能性複合材料、磁性体ならびにバッテリー材料の分野において、材料学における手法の応用とさらなる開発を研究しています。その研究において、IMFAAは従来の金属とセラミック材料に加えて、エネルギー技術と複合材料に使用される最新の機能性材料の合成および材料解析を行っています。この仕事には試料ならびに諸条件、研究課題に影響を与える様々な要因の変更、ならびにフレキシブルな顕微鏡ソリューションの探索が含まれます。

構造、結晶構造、微細形態ならびに元素組成と分布に関する知識は、機械工学から、航空工学、発電工学、電気工学に至るすべての規模における設計ならびに構成要素の安全性を確保するために不可欠です。観察される構造は、材料特性のかなりの部分を担っていますが、ますますサイズが小さくなっており、識別することがますます困難になっています。顕微鏡検査はそのためにより必要であり、また同時に困難な課題でもあります(図1)。多くの場合、構造を明確に識別するために、光学顕微鏡と電子顕微鏡の組み合わせが必要です。それでもなお、金属顕微鏡は分析のための第一選択の機器となっています。微細構造は、金属組織学的な調製を行ってから、従来の光学顕微鏡で観察します。試料を切断し、スクラッチや変形がなくなるまでダイヤモンドまたは酸性懸濁液で研磨し、それから(オプションで)化学的にエッチングして、特定の微細構造の特性を観察できるようにします。構造は、エッチングおよび印加法を用いた従来の調製によって可視化されます。

ほとんどの材料は、構造を可視化するために、化学的エッチングあるいは電解エッチングが最終的に必要になります。いくつかの材料はまた、偏光を使用したコントラスト法など、照明(光学エッチング)にも適しています。



図1 大型非鉄鋳造部品のマクロセクションの微細構造解析。顕微鏡の反転設計により、より簡単かつ迅速に分析を行うことができます。試料を切断して載せる必要はありません。これらの検査試料は焦点面に直接位置するため、大型あるいは大重量の試料も直接検査することができます。

代表的な金属組織学のアプリケーションは、次のセクションで紹介いたします。

粒度測定 - 電磁鋼ストリップの ASTM E112

粒度ならびに分布は、材料特性に大きな影響を及ぼし、これらの材料の冶金学上の重要なパラメータです。特に、比較オーバーレイでは簡単にまた迅速に粒度の決定ができます(図2参照)。また、適切なソフトウェア(ZEISS ZEN core)を使用して、研磨およびエッチングした切片上の粒度を再現性よく迅速に測定することもできます。

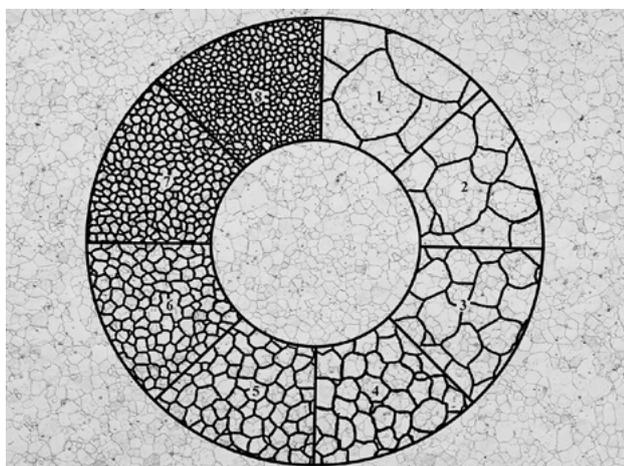
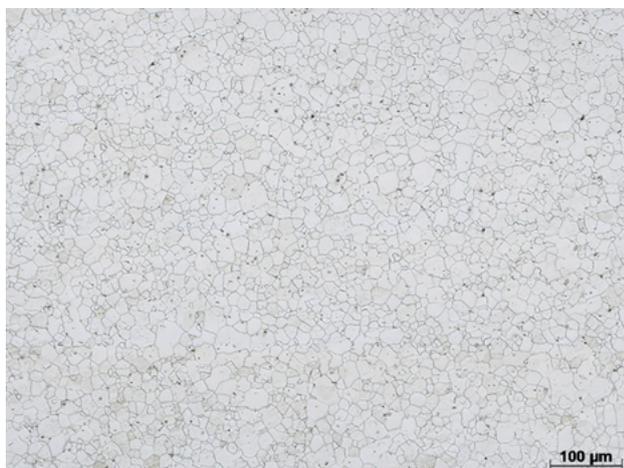


図 2 非合金、高純度低炭素鋼。上：鋼の微細構造、フェライト粒を示す。
下：ASTM E112 に準拠した粒度比較オーバーレイ。エッチング：1% HNO₃。
倍率：100×。(対物レンズ：EC Epiplan-NEOFLUAR 10×/0.25 DIC；明視野)

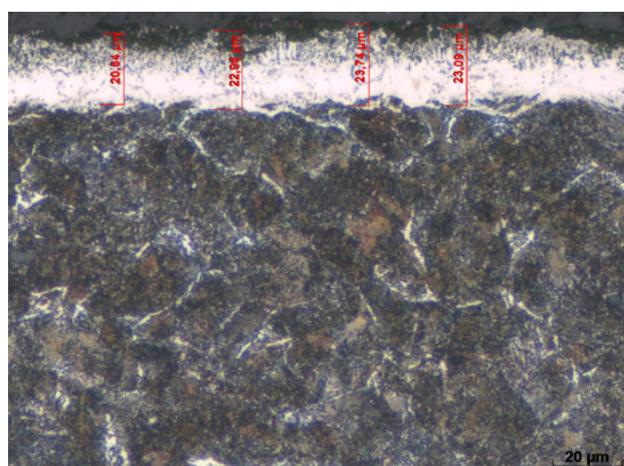
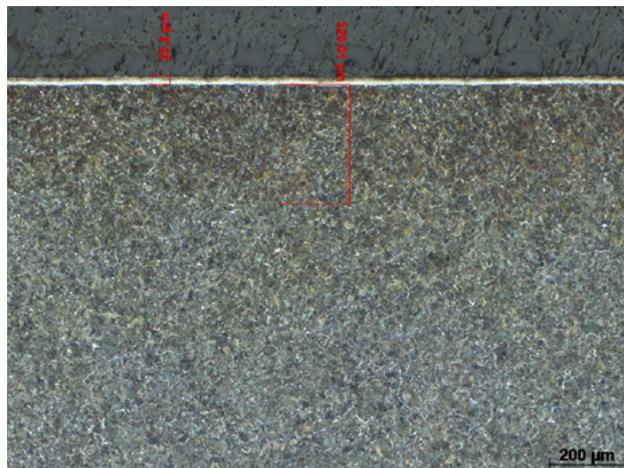


図 3 TENIFER® 窒化処理ケース；化合物層 (25 μm) と拡散層 (320 μm)。
マトリックス：個々の窒化物堆積物を有する焼き戻しマルテンサイトからなる熱処理構造。エッチング：3% HNO₃。倍率：(上) 50×、(下) 500×。
(対物レンズ：(上) EC Epiplan-NEOFLUAR 5×/0.14；(下) EC Epiplan-NEOFLUAR 50×/0.55 HD DIC、明視野)

TENIFER® 窒化処理ケースの層厚測定

TENIFER® 法による軟窒化は、材料の表面硬度、耐摩耗性、疲労強度ならびに耐腐食性を高めるために使用されます。通常、この方法に特に適しているのは窒化鋼です。層厚と窒化硬度は、特に材料組成に大きく影響を受けます。この両パラメータは、技術的製造プロセスを評価するための測定変数になります。図 3 は代表的な窒化処理ケースを示します。化合物層と拡散層の厚みを様々な倍率で測定します。

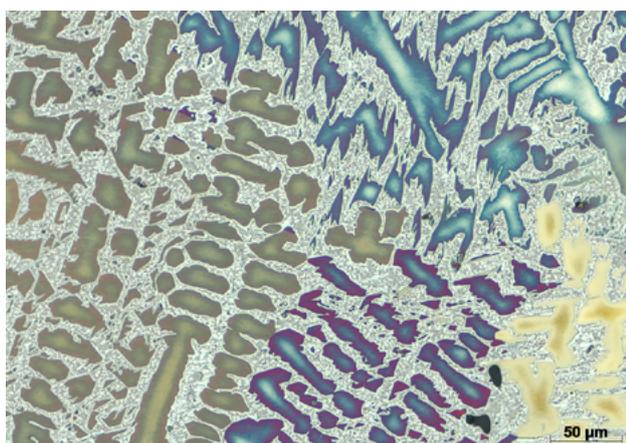
鐘青銅中の非鉄金属の構造評価

全体の均質性、または粒度を測定することによって、凝固組織を明らかにし、鐘の金属鑄造の品質を決定することができます。例えば音響特性は、合金率、構造ならびに有孔率に影響を受けます。錫含有量の低い青銅の軸受けの場合、共析晶の品質が軸受け合金の摩耗特性に重要になります。図 4 はカラーエッチング後の構造を示します。倍率に応じて、特定の特性を区別して測定できます。

鑄造粒度、50×



混晶と共析晶、200×



共析晶、500×

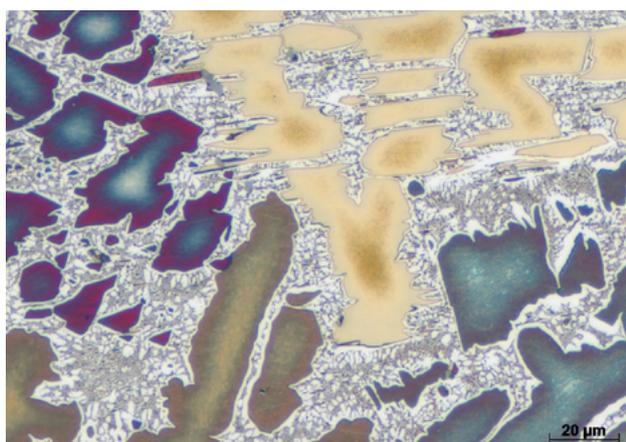


図 4 鐘青銅；樹枝状の異なる位相方向を持つ α -混晶相；残留分野内には $\alpha+\delta$ -共析晶。

エッチング：クレム III. 50×/200×/500×倍率。
 (対物レンズ：EC Epiplan-NEOFLUAR 5×/0.13 DIC, EC Epiplan-NEOFLUAR 20×/0.50 HD DIC, EC Epiplan-NEOFLUAR 50×/0.80 HD DIC, 明視野)

特殊黄銅合金における構造発達の検査と定量化

分析を組み合わせ、特殊黄銅合金の構造を明らかにするプロセスは、主に品質管理の目的で行われます。ケイ化物堆積の重層を伴う α -混晶相の圧延の影響は、プロセス段階において重要です。ケイ化沈降物のサイズ、数量ならびに分布は、主に材料の滑りならびに摩耗特性に影響します。図 5 はそのような不均一構造を示します。

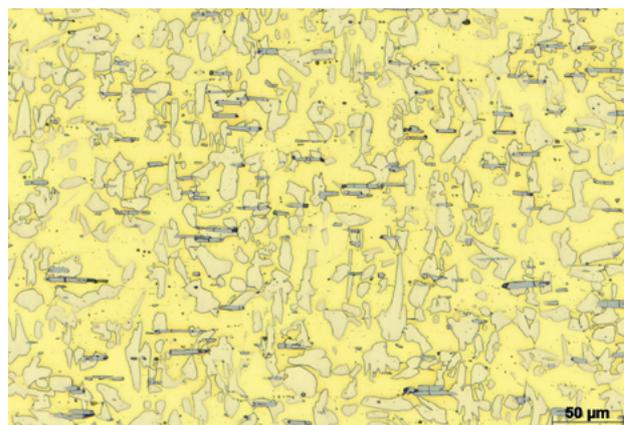


図 5 特殊黄銅；配向性 α -結晶と β -混晶のマトリックス。圧延方向に配向したケイ化物沈降構造。

10% 硝酸第二鉄でエッチング研磨。倍率：200×。
 (対物レンズ：EC Epiplan-NEOFLUAR 20×/0.50 HD DIC、明視野)

構造用鉄骨の品質保証

正常構造を明らかにし、縞状構造の形成を検査することで、鉄骨の特性が分かります。縞状構造の形成検査によって、加工性、溶接性、層状破砕傾向ならびにその他の同種の特性を同定することができます。耐荷構造を製造する際には、脆性破砕耐性があり、亀裂のないことが鋼の溶接プロセスに不可欠です。コンポーネント上で、いくつかのポイントが金属組織学的準備なしに、電解研磨され、エッチングされます。それらはその後直接、ZEISS Axio Observer で分析することができます。図 6 はこの種の鉄骨の構造を示します。

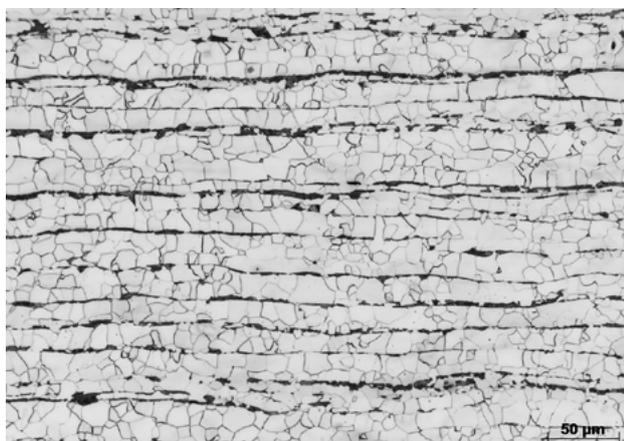


図 6 構造用鋼の縦断面。焼きならし圧延により形成したフェライト（明）とパーライト（暗）からなる縞状構造。
エッチング：A2による電解エッチング。倍率：200×。
（対物レンズ：EC Epiplan-NEOFLUAR 20×/0.50 HD DIC、明視野）

アルミニウム鋳造の品質管理

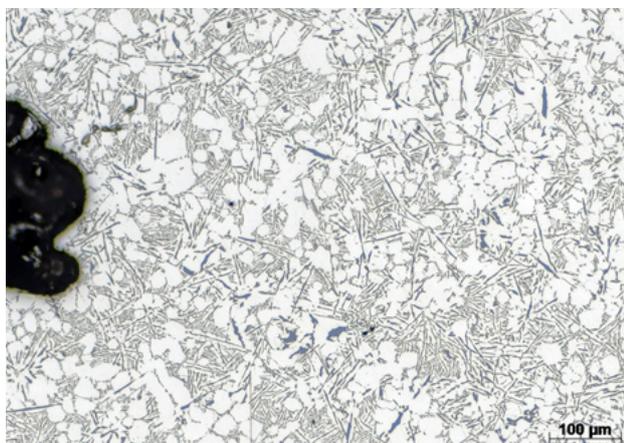
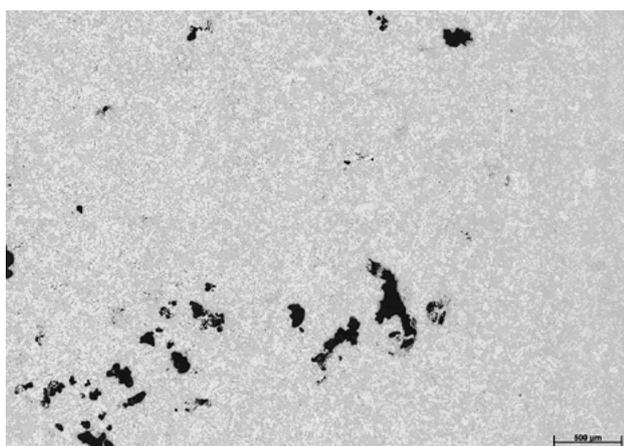


図 7 アルミニウム シリコン鋳造合金、微収縮と微細孔を有する垂共晶合金。
共晶の微粗形成差異点。エッチングなし。連結画像。
上：倍率 100× タイルイメージ；
下：倍率 100×。（対物レンズ：EC Epiplan-NEOFLUAR 20×/0.50 HD DIC、明視野）

鋳造アルミニウムの細孔を明瞭に観察することができ、それらの数量、サイズならびに分布を測定することができます。広い範囲の試料表面を高解像度スキャンすることによって、コンポーネントのさまざまな領域の冷却速度の違いを観察することができます。

3D プリンティングで製造した金属の空隙率測定

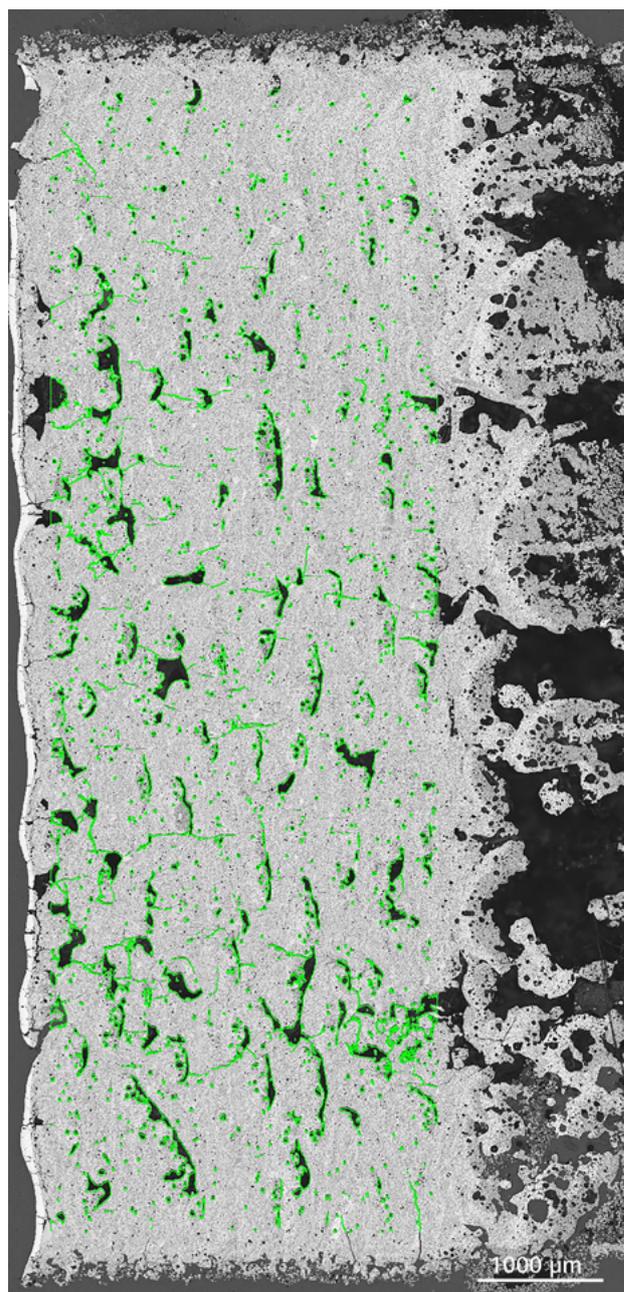


図 8 レーザー溶融の金属製部品。製造プロセスに依存する空隙率によって、製造パラメータに関する知見を導き出すことができます。エッチングなし。
倍率：100×。連結画像。（対物レンズ：EC Epiplan-NEOFLUAR 20×/0.50 HD DIC、明視野）タイルイメージ（8×6）

3D プリンティングで製造した金属部品の空隙率は、原料粉末の組成とレーザー設定に依存します。空隙率の定量解析 (図 8: 緑色に検出された細孔) により、製造パラメータを導き出すことができます。

機械学習を用いた二相ステンレス鋼の相分率の決定

オーステナイト系ステンレス鋼は、韌性が高く溶接が比較的容易ですが、応力腐食割れの影響を受けやすい特性があります。一方、フェライト系ステンレス鋼は、応力腐食割れに耐性がありますが、比較的脆く溶接が難しいという特性があります。二相ステンレス鋼は、オーステナイトとフェライトをおよそ同じ割合で含み、相乗的な相互作用と新たな特性をもたらします。溶接性、耐食性、および機械的強度が必要な場合は、二相ステンレス鋼が使用されます。

オーステナイトとフェライトの比率は、組成によって影響を受けるだけでなく、特に溶接部内または溶接部付近の熱履歴によっても影響を受けます。その比率の決定は、性能の検証ならびに局所的な特性を理解するための鍵となります。適切なエッチングによって、オーステナイトとフェライトは異なる外観を呈します。機械学習 (ZEISS ZEN IntelleSis) とマルチフェーズ分析を組み合わせると、オーステナイトとフェライトを自動的に分離します。これにより、図 9 に示すように、相対的な体積分率の正確な平均値が得られます。

監査可能性とトレーサビリティ

金属組織学は、冶金技術者にとって眼のようなものです。化学的検査および機械的検査を組み合わせた微細構造の検査は、金属製品の受け入れ検査の基本となります。金属メーカーは、製品の等級および保証のために、さまざまな規格化された検査を行っています。特に、粒径ならびに非金属介在物は、品質評価に特に重要なパラメータであり、完成品の鋼の価値を決めます。そのため、顧客および独立した監査機関は、金属の品質管理システムが適正であるかの検証をしています。特に、航空宇宙や医療などの高度に規制された産業においては、適正な品質管理システムが、製品欠陥または工程不良に起因するメーカーの財政的リスクへの対処となります。

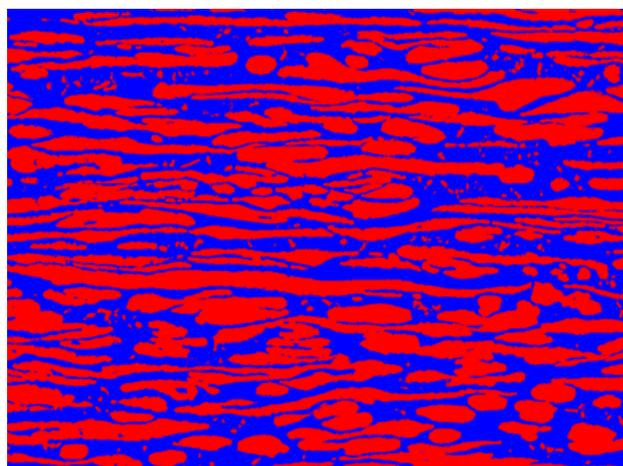
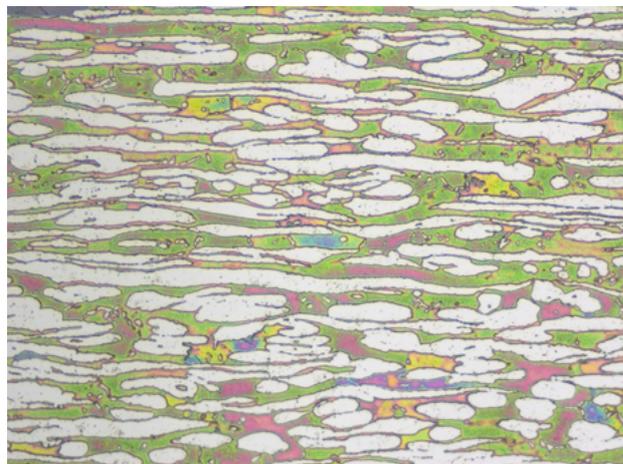


図 9 二相ステンレス鋼。この顕微鏡画像は、ZEISS ZEN IntelleSis の機械学習を用いて、47% のフェライト (青色) と 53% のオーステナイト (赤色) にセグメンテーションされます。ご提供: TWI Ltd。

例えば粒度測定の場合、ZEISS ZEN GxP モジュールを用いて、ルーチンの顕微鏡検査に高度な適正評価システムを組み込むことができます。個々のワークフローは、関連の規格に準拠して定義されます。その後、オペレーター、顕微鏡、そしてソフトウェア間のすべての関連するアクションが記録され、監査証跡へ提供されます。これにより、図 10 に示すように、ルーチン分析の完全なコントロール、ねつ造からの結果の保護、および追跡可能なアクションの記録が可能になります。

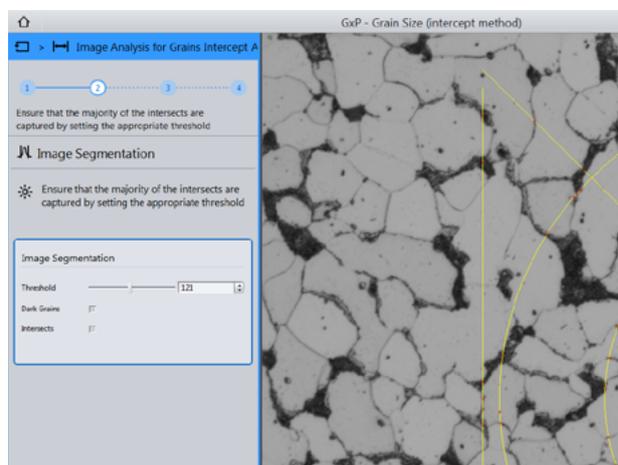
まとめ

明白で信頼性の高い構造解明には、最も高い要件に準拠した条件下で顕微鏡分析を行うことが特に重要です。材料の検査は、構造の決定と記録に加えて、例えば現行の規格とガイドラインに準拠した層厚測定、相の定量分析、粒度測定あるいは純度の決定も含まれます。

関連する ZEISS ZEN core 解析ソフトウェアと ZEISS Axio Observer あるいは ZEISS Axio Imager で、これらの要件をすべて完全に満たすことができます。

ZEISS Axio Observer の特性：

- 手動あるいはソフトウェア制御による試料ステージの迅速な移動
- タッチパネルですべての機能を直感的に簡単操作
- 接眼レンズからの散乱光はスイッチで排除可能
- ソフトウェアと顕微鏡の間で信頼性の高い通信
- ライトマネージャーにより、各対物レンズの照明プリセットが可能
- 調整ねじで LED のケーラー照明が可能
- 偏光、DIC あるいは暗視野対応（オプション）



Time	User	Category	Description
15/03/2018 16:11:31	Operator	Execute	In task 1 'Image Processing' the following parameter has changed: 'Contrast' has changed from 1.05 to 1.11.
15/03/2018 16:11:31	Operator	SettingsChange	In task 1 'Image Segmentation' the following parameter has changed: 'Image Segmentation' the following parameter has changed: 'Image Segmentation Intersect Segment ParameterThreshold Value' has changed from 120 to 126.
15/03/2018 16:11:47	Operator	Execute	In task 1 'Image Segmentation' the following parameter has changed: 'Image Segmentation Intersect Segment ParameterThreshold Value' has changed from 126 to 126.
15/03/2018 16:12:04	Operator	SettingsChange	In tool 'AnalysisTaskGroupBase' the following parameter has changed: 'Intersect Segment ParameterThreshold Value' has changed from 120 to 126.
15/03/2018 16:12:19	Operator	Execute	Beginning loop iteration 3.
15/03/2018 16:12:19	Operator	Execute	In task 1 'Load Image' the following parameter has changed: 'File Name' has changed from 'C:\Fentic\data\Fentic-Feafile--02.tif' to 'C:\Fentic\data\Fentic-Feafile--03.tif'.
15/03/2018 16:12:38	Operator	Execute	In task 1 'Image Processing' the following parameter has changed: 'Contrast' has changed from 1.11 to 1.11.
15/03/2018 16:12:57	Operator	SettingsChange	In task 1 'Image Segmentation' the following parameter has changed: 'Image Segmentation Intersect Segment ParameterThreshold Value' has changed from 120 to 126.
15/03/2018 16:13:09	Operator	SettingsChange	In task 1 'Image Segmentation' the following parameter has changed: 'Image Segmentation Intersect Segment ParameterThreshold Value' has changed from 126 to 126.
15/03/2018 16:13:21	Operator	Execute	Beginning loop iteration 4.
15/03/2018 16:13:28	Operator	Execute	In task 1 'Load Image' the following parameter has changed: 'File Name' has changed from 'C:\Fentic\data\Fentic-Feafile--03.tif' to 'C:\Fentic\data\Fentic-Feafile--01.tif'.
15/03/2018 16:13:33	Operator	SettingsChange	In task 1 'Image Segmentation' the following parameter has changed: 'Image Segmentation Intersect Segment ParameterThreshold Value' has changed from 120 to 126.
15/03/2018 16:13:50	Operator	Execute	In task 1 'Image Segmentation' the following parameter has changed: 'Image Segmentation Intersect Segment ParameterThreshold Value' has changed from 126 to 126.
15/03/2018 16:14:01	Operator	SettingsChange	In tool 'AnalysisTaskGroupBase' the following parameter has changed: 'Intersect Segment ParameterThreshold Value' has changed from 120 to 126.
15/03/2018 16:14:22	Operator	Execute	4 loop iterations were executed.
15/03/2018 16:16:54	Operator	SetStatus	The job result 'C:\Users\jrbarnet\AppData\Local\Carl Zeiss\ZENCore\Results\20180315_160239_GxPGrainIntercept_3.rpt' was saved and due to GxP also signed using certificate 'L:', 'C:', 'CN=Operator' (3104682802051F4E3778A2802838E6F6).

図 10 GxP モジュールを用いた ASTM E112 粒度測定（インターセプト法を使用）。オペレータは関連のパラメータのみを変更でき、すべての入力と変更を完全に暗号化された監査証跡に記録。



Carl Zeiss Microscopy GmbH
07745 Jena, Germany
microscopy@zeiss.com
www.zeiss.com/microscopy

カールツァイス株式会社
リサーチマイクロスコピーソリューションズ
info.microscopy.jp@zeiss.com
<https://www.zeiss.co.jp/microscopy>



治療目的、医学的診断には使用できません。一部の製品は入手できない国があります。詳細はZEISSジャパンにお問い合わせください。
JP_42_013_203 | CZ 11-2019 | 構成、仕様、外観等は予告なく変更する場合があります。 | © Carl Zeiss Microscopy GmbH
JP_191008