

令和6年度 機械知能・航空実験II A班

ファイナ 5  
電解研磨とエッチングを用いた  
金属組織観察

東北大学 機械知能・航空工学科  
ファイナメカニクスコース 高・松隈研究室

学籍番号 C2TB1505

千葉 匠

共同実験者 シダーサダヌコンダ，川口朋也，蔦森公亨，  
吉村悠太

実験日 2024年12月18日

提出日 2024年12月25日

連絡先 chiba.takumi.s4@dc.tohoku.ac.jp

## 目次

1	実験目的	2
2	材料組織の観察	2
2.1	機械的研磨法と電解研磨法 . . . . .	2
2.2	エッチング . . . . .	3
3	実験方法	5
3.1	高 Cr 鋼 . . . . .	5
3.2	SUS304 ステンレス鋼 . . . . .	6
3.3	銅 . . . . .	6
4	実験結果	6
5	考察と課題	7

# 1 実験目的

金属の物性や強度・破壊形態とその組織とは密接な関係がある。よって組織の観察をすることで、材料の選択、熱処理条件の決定、不良原因の究明など、品質管理全般に役立てることができる。本実験では、様々な金属の組織を観察し、その特徴および機械的性質に関する基本的な知見を得ることを目的とする。また、材料組織が及ぼす力学的性能・効果について考察する。

## 2 材料組織の観察

材料の諸性質及び強度特性等の変化を理解するためには、材料の内部組織を詳しく調べる必要がある。たとえば、手近にある金属を肉眼または顕微鏡で調べてみても、切削加工などによる傷は見えるが、金属組織そのものは見ることはできない。そこで、金属表面が滑らかになるように研磨したのち化学溶液に浸すと、腐食によって組織が凹凸となって現れ、観察が可能となる。

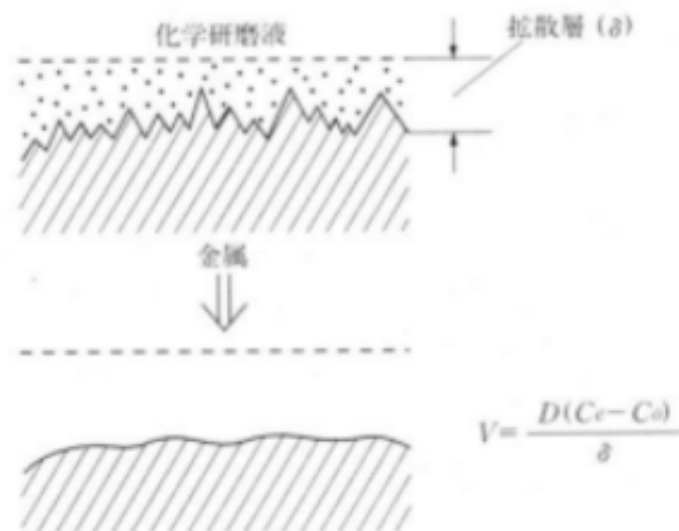
### 2.1 機械的研磨法と電解研磨法

機械的研磨法は被研磨面の凸部を切削、塑性変形、磨耗などによって除去し、平滑面を得る方法である。その方法は、観察しようとする面を粗いエメリー紙で磨き、次いで順に細かいエメリー紙で磨く。エメリー紙による研磨が終わったならば次にバフ研磨をする。そのための研磨機は回転円板上にフェルトを固定したもので、その上に懸濁液(アルミナ/ダイヤモンドペースト)を振りかけながら試料を軽く押しつけて研磨する。電解研磨法は被研磨面の微小凸部を凹部よりも優先的に溶解させて平滑面を得る方法である。その原理は次の通りである。凹凸のある金属面を化学研磨浴に浸すと、研磨面との界面に溶解反応で生じた金属酸化物の拡散層が形成される。そして、金属はこの拡散層を通して液体中に塩として拡散溶解していく。この段階での拡散速度  $V$  は、

$$V = D(C_e - C_0)/\delta \quad (1)$$

である。ここで、 $D$  は拡散速度定数、 $\delta$  は拡散層の厚さ、 $C_0$  は化学研磨液中の金属イオン濃度、 $C_e$  は金属表面上の金属イオン濃度である。式 (1) の拡散層の厚さ  $\delta$  が見かけの金属表面に対して一様であろうとするならば、凸部は薄く、したがって  $V$  は速くなり、凹部では厚く、 $V$  は遅くなるので平滑化が行われる。図 1 に平滑化のモデルを示す。

本実験では，電気化学的に凸部が陽極に，凹部が陰極に帯電するように試料を設置し，局部電池を形成させながら凸部を溶解させ平滑化を試みる．その概略図を図 2 に示す．また，電解研磨は，図 3 に示す CD 付近のアノード電位をかけ，酸化被膜の形成と溶解を繰り返し起こさせ表面を研磨する．



**Fig.1:** Model diagram of smoothing.

## 2.2 エッチング

研磨により鏡面となった試料を顕微鏡で見ても，金属組織そのものを見ることはできない．そこで，エッチング (etching) を施す．エッチングは，化学的あるいは電気化学的な方法によって組織を現出させる操作である．化学的エッチングは，研磨した試料を腐食液 (etchant, etching solution) 中に数分間浸して表面を腐食することにより，その内部組織あるいは各結晶粒の方位に応じた凹凸を生じさせる手法である．表 1 に腐食液の代表的なものを示す．酸，アルコールおよび酸化剤からなるものが多い．電気化学的なエッチングは，化学的にエッチングが困難な試料 (ステンレス鋼や高合金鋼など) に広く行われている．試料を陽極とし，試料と同等の素材などを陰極とし，試験溶液中で定電位もしくは定電流電解することで所望の組織を現出させる．いずれも，組織に対応した凹凸を試料表面に現出させることで顕微鏡などを用いた組織観察が可能となる．

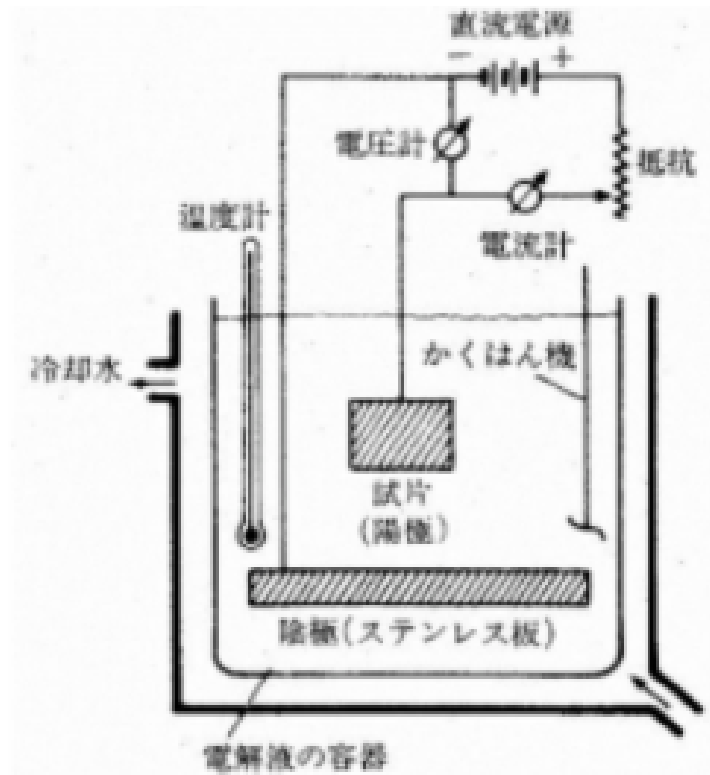


Fig.2: Electropolishing tank schematic.

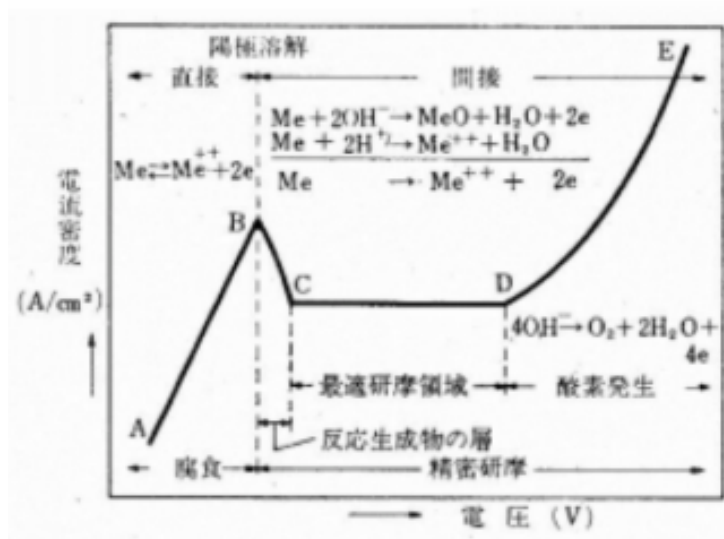


Fig.3: Ideal voltage-current curve.

**Table1:** Example of corrosive liquid.

鉄, 鋼, 鋳鉄	硝酸アルコール	硝酸:1~5 cc, アルコール:100 cc
	ピクリン酸アルコール	ピクリン酸:4 g, アルコール:100 cc
Al, Al 合金	フッ化水素水	フッ化水素:0.5 cc, 水:99.5 cc
	カセイソーダ水溶液	カセイソーダ:1 g, 水:90 cc
Cu, Cu 合金	過硫酸アンモニウム溶液	過硫酸アンモニウム:10 g, 水:90 cc

### 3 実験方法

本実験で用いた材料は, (1) 高 Cr 鋼, (2) SUS304 ステンレス鋼, (3) 銅である. 鋼 Cr フェライト鋼は異なる疲労負荷条件で破断させた試料である. また, オーステナイト系ステンレス鋼は熱処理により, 粒界に Cr 欠乏層が形成された鋭敏化材もの含む. 配布された試料に基づき, 以下の実験手順で観察を行った.

#### 3.1 高 Cr 鋼

##### 1. 機械的研磨

研磨機を用いてバフ研磨を行い試料表面を平坦にした.

荷重: 5N

研磨液: ダイヤモンド粒径  $3\mu\text{m}$ (1 回目)  $\rightarrow 1\mu\text{m}$ (2 回目)

研磨時間: 300 秒

回転数: バフ 120rpm

ヘッド 60rpm

##### 2. 化学的エッチング

ピロ亜硫酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ )13g, チオ硫酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )10g, クエン酸 ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ )1.5g, エタノール 5ml, 水 50ml からなる腐食液を使用した.

エッチング時間: 300 秒

##### 3. 光学顕微鏡で表面組織を観察した.

### 3.2 SUS304 ステンレス鋼

試験片は (i)MA, (ii)650°C2 時間, (iii)650°C2 時間 + 850°C2 時間の熱処理を施したもので行った.

#### 1. 機械的研磨

研磨機を用いてバフ研磨を行い試料表面を平坦にした.

荷重: 5N

研磨液: ダイヤモンド粒径  $3\mu\text{m}$ (1 回目)  $\rightarrow$   $1\mu\text{m}$ (2 回目)

研磨時間: 300 秒

回転数: バフ 120rpm

ヘッド 60rpm

#### 2. 電気化学エッチング

試験片のエッチング面を陽極として 10% シュウ酸溶液中に入れ, エッチング面積  $1\text{cm}^2$  あたりの電流を 1A に調整して 90 秒エッチングを行った. 1A にしたときの電圧は 5.0V であった.

#### 3. 光学顕微鏡で表面組織を観察した.

### 3.3 銅

#### 1. ダイヤモンドペーストによって機械研磨を行った.

#### 2. 電解研磨を以下の条件で行った.

電解研磨液: リン酸銅浴 (リン酸濃度 2/3)

電圧: 3.6V

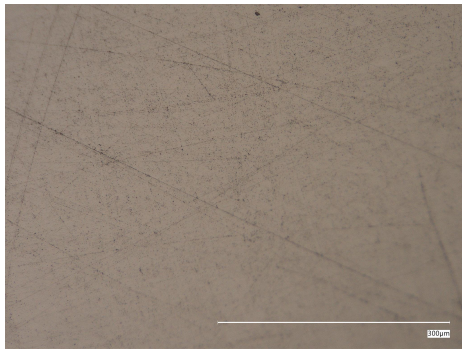
電流: 600mA

印加時間: 180 秒

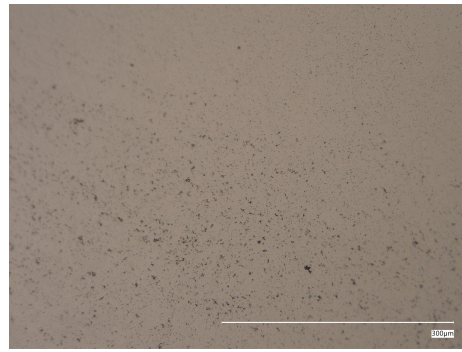
#### 3. 光学顕微鏡で表面組織を観察した.

## 4 実験結果

図にバフ研磨を行った高 Cr 鋼の表面の撮影結果を示す.



(a) Diamond paste 3 $\mu$ m



(b) Diamond paste 1 $\mu$ m

**Fig.4:** Surface of high Cr steel after buffing.

## 5 考察と課題

### 参考文献

[1]