

材料計測学 担当: マテリアル鎌田

本講義では**色々な材料特性の評価**に必要な
各種計測法の知識を習得する。

材料の開発は材料設計、製造プロセス、
材料評価の各技術から成り立つ。

組織・構造 (光顕・電顕、X線回折法など)、
化学組成・結合 (EPMA、発光・ガス分析法など)、
力学特性 (引張・硬さ・衝撃・疲労・クリープ試験)
の評価法、及び**非破壊検査法**などを説明。

動画1



テキスト
ありません



火力発電所



耐熱鋼

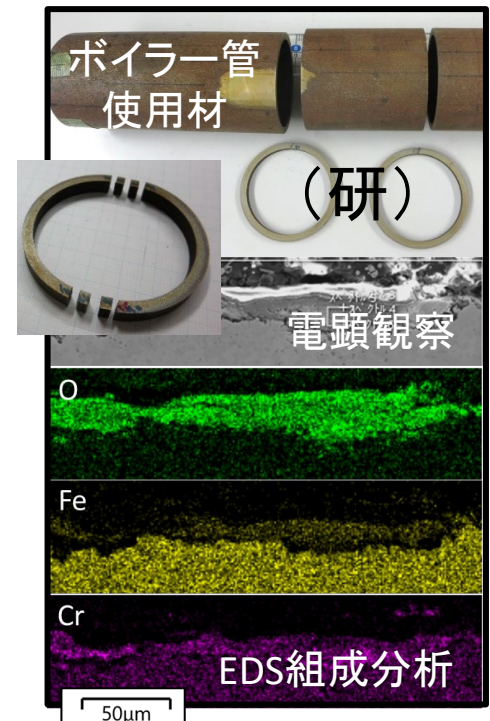
ボイラー内部



NIMS HP写真



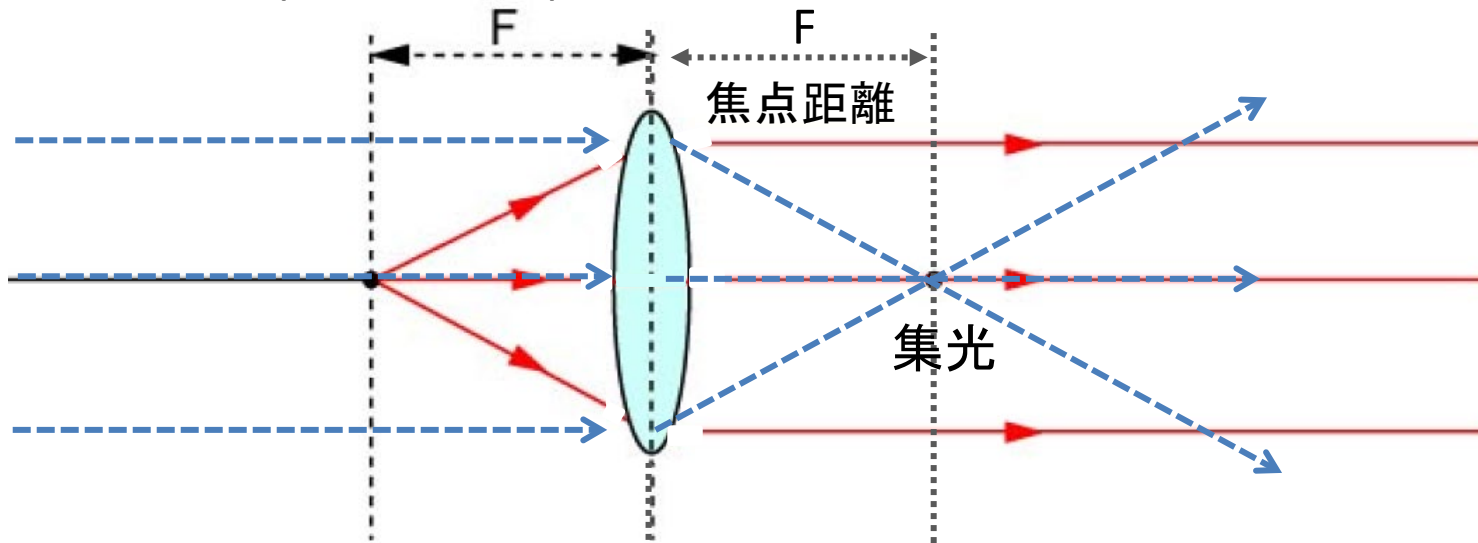
クリープ試験片



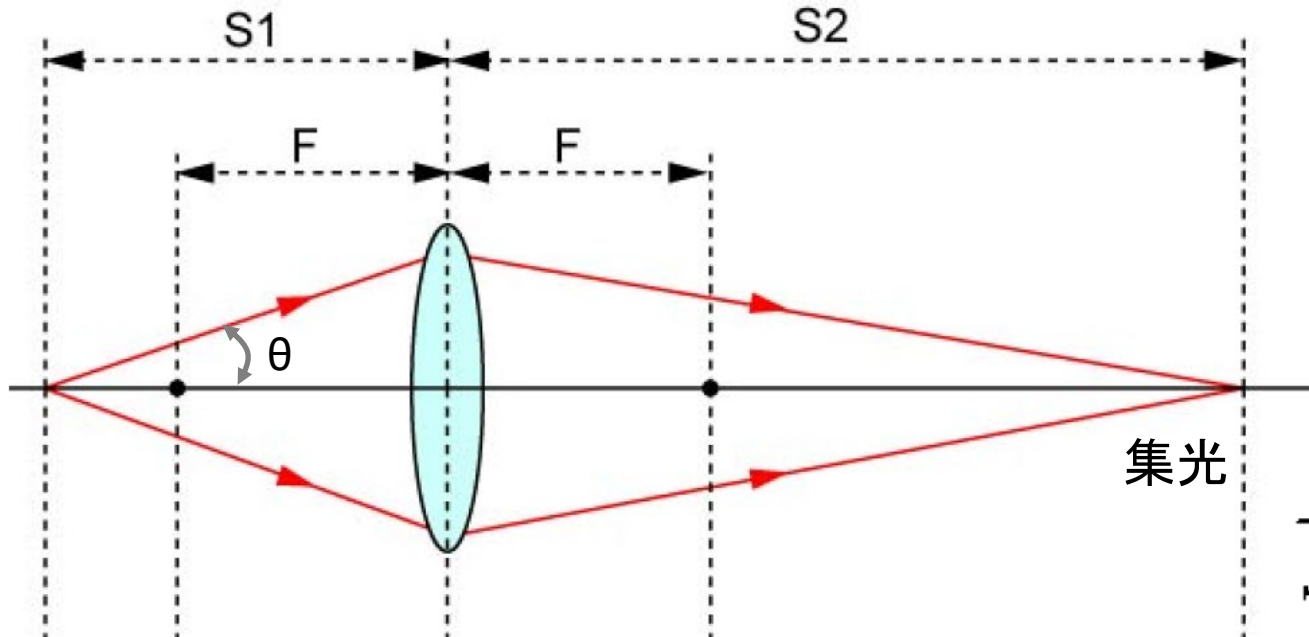
●光顕と電顕の特徴

	光学顕微鏡 (OM: optical microscope)	透過型電子顕微鏡 (TEM: transmission electron microscope)	走査型電子顕微鏡 (SEM: scanning electron microscope)
	可視光	電子	
原理	結像	結像 (+ 回折)	走査
レンズ	光学レンズ	電磁レンズ	
環境	大気中	真空中	
観察対象	試料表面	薄片化	試料表面
扱い易さ	◎	△	○
最高倍率	1000	100万	10万
分解能	200nm	nm以下、原子	数nm

○レンズの性質(光の屈折)



○焦点の外から発せられた光



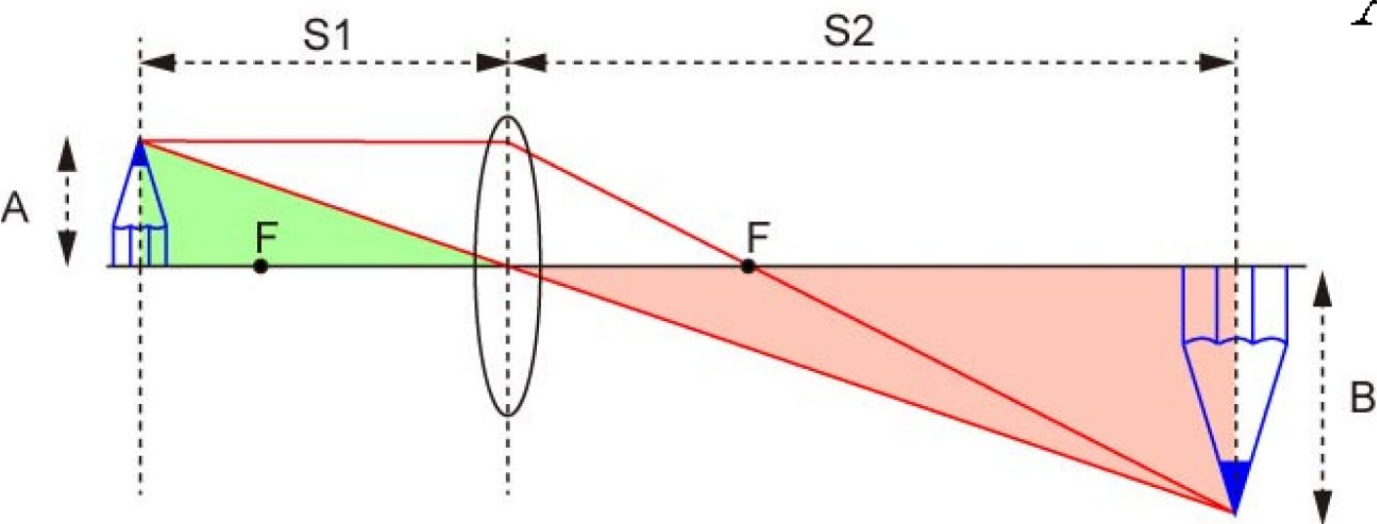
●レンズの公式

$$\frac{1}{S1} + \frac{1}{S2} = \frac{1}{F}$$

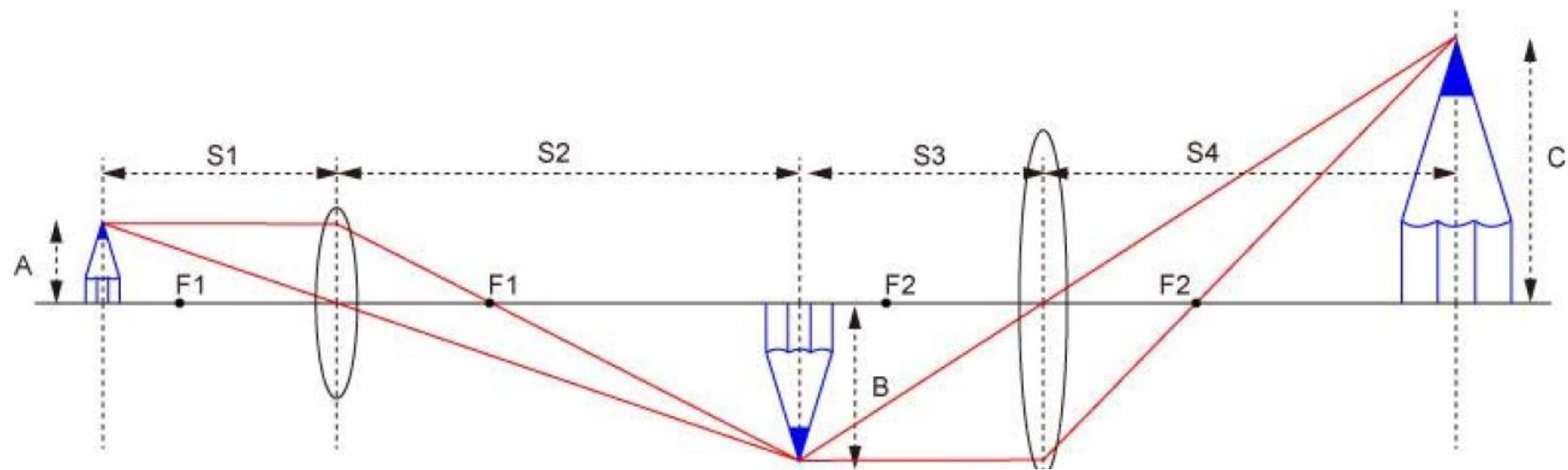
●結像

倍率 $M = \frac{B}{A} = \frac{S2}{S1}$

$\frac{1}{S1} + \frac{1}{S2} = \frac{1}{F}$

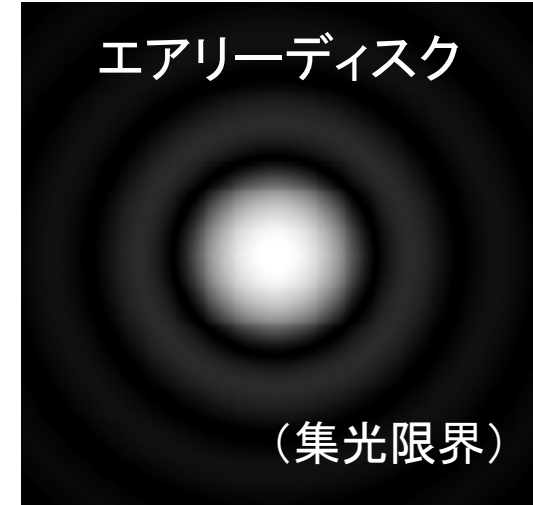
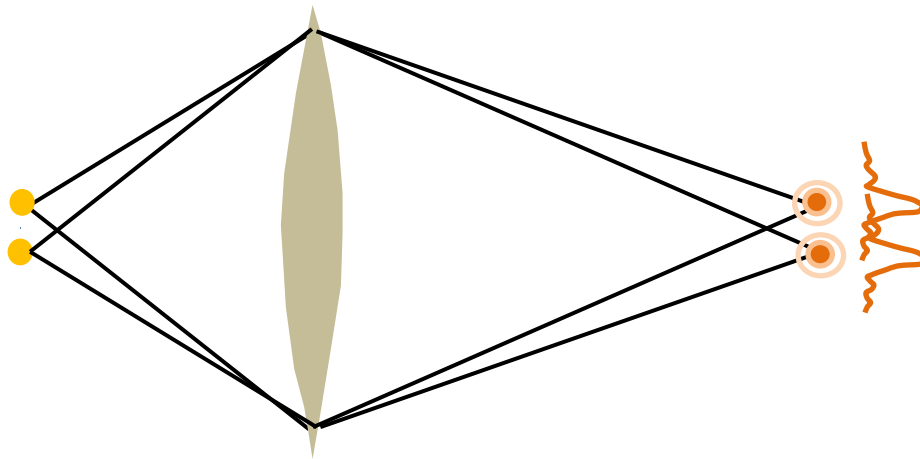
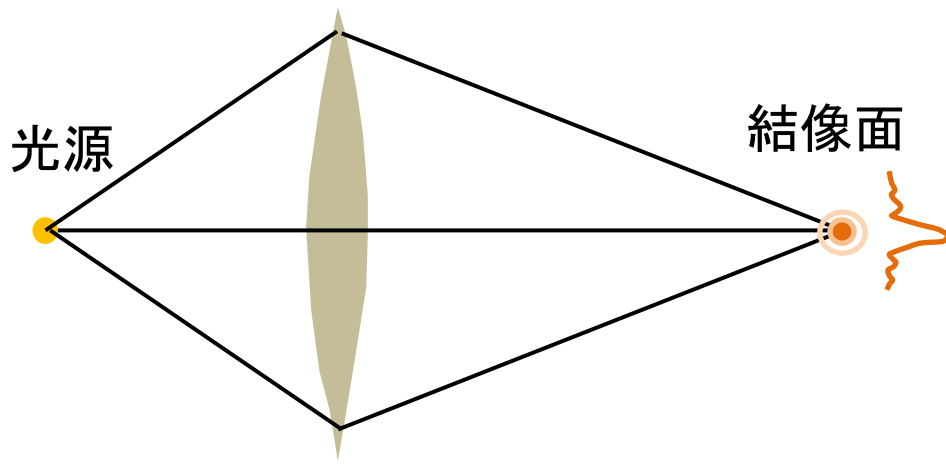


F (mm)	S1 (mm)	B/A
100	110	10
	101	100
	100.1	1000



$$M = \frac{C}{A} = \frac{B}{A} \times \frac{C}{B} = \frac{S2}{S1} \times \frac{S4}{S3}$$

●分解能(判別可能な間隔)



円形開口を透過した光は回折し、
明暗パターンを作る(干渉)

●回折、干渉

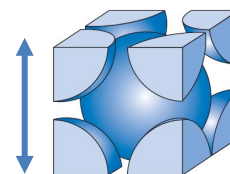
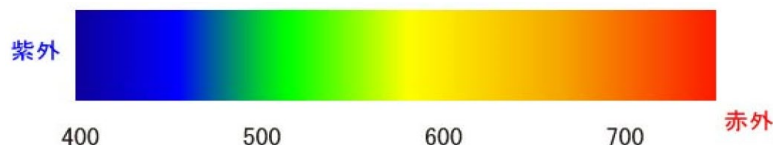
● 2つの円形像が判別できる距離
(半径分離れている)

$$\delta_0 = \frac{0.61}{NA} \lambda \rightarrow \text{波長 } \lambda \text{ の半分程度}$$

開口数 $NA = n \sin \theta$ (空気: $NA \leq 1$)
屈折率、レンズの見込み角

エヌエー値 (レンズの明るさや解像度を表す数値)

可視光: $\lambda = 400$ (紫)
~ 700nm (赤)



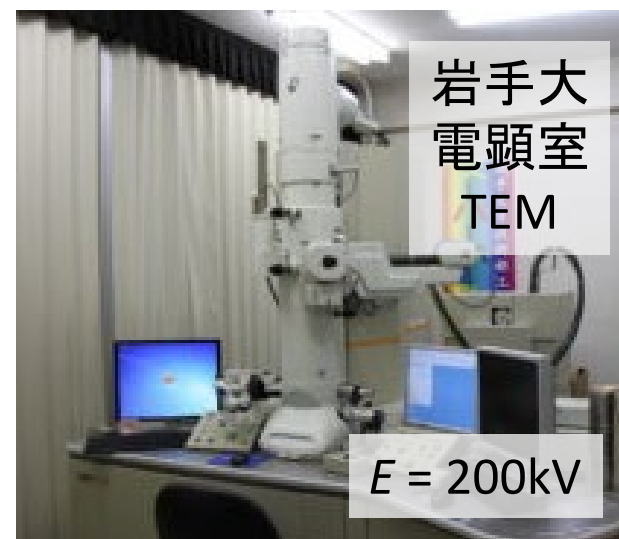
Fe: 0.286nm

電子:
$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0eE\left(1 + \frac{eE}{2m_0c^2}\right)}}$$

(例) 加速電圧: $E = 200\text{kV} \rightarrow \lambda = 0.0025\text{ nm}$

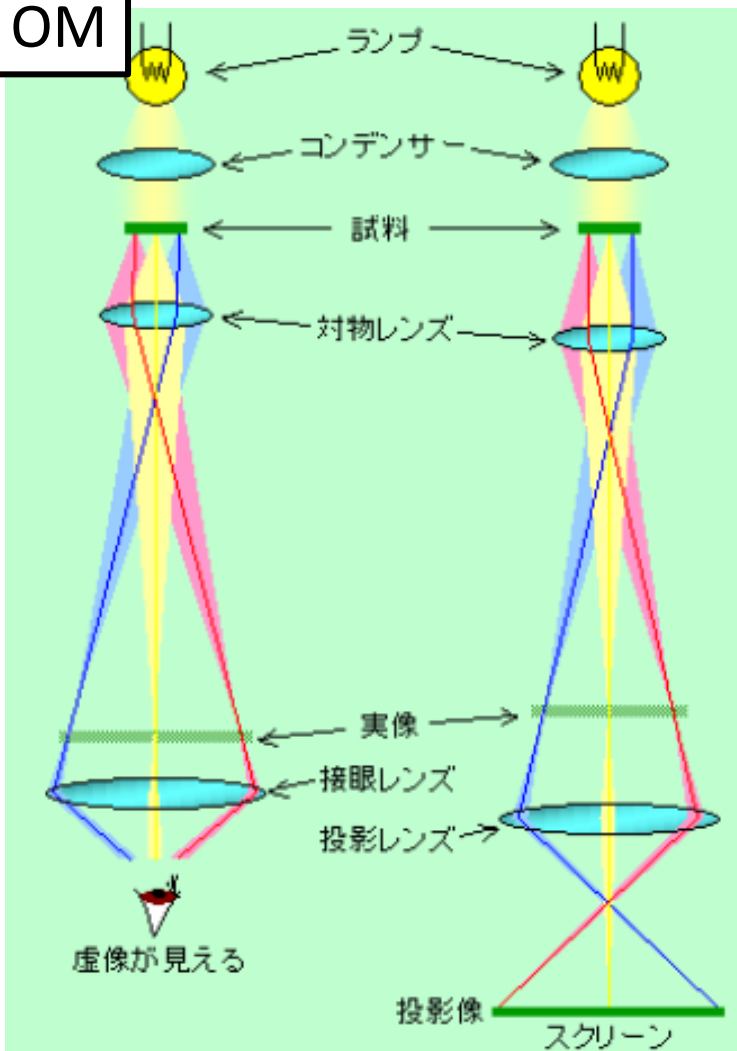
Q: 原子の大きさの1/100まで観察可?

A: ダメ。レンズの収差 (1点に集められない)
球面収差、非点収差、色収差 など

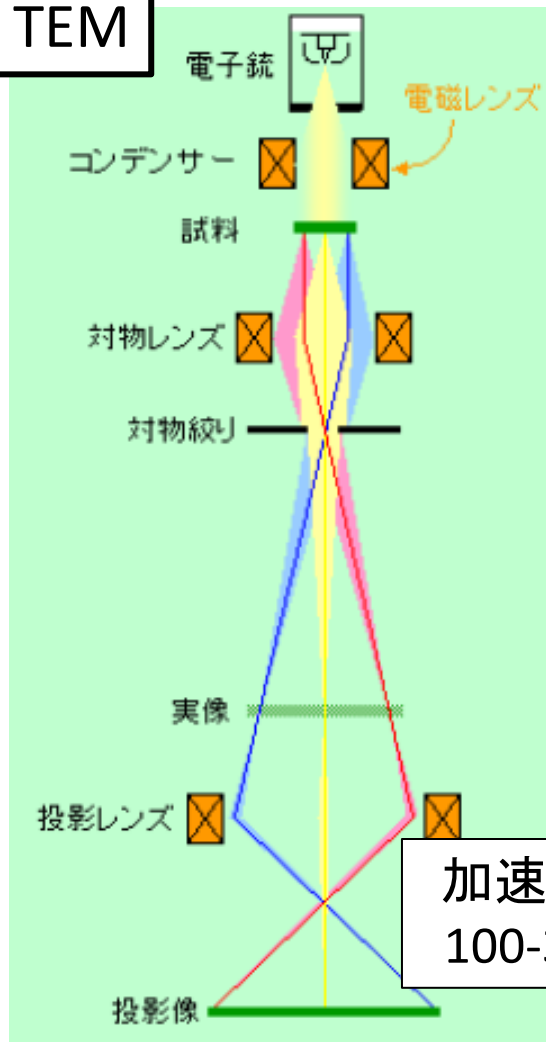


●OMとTEM

OM

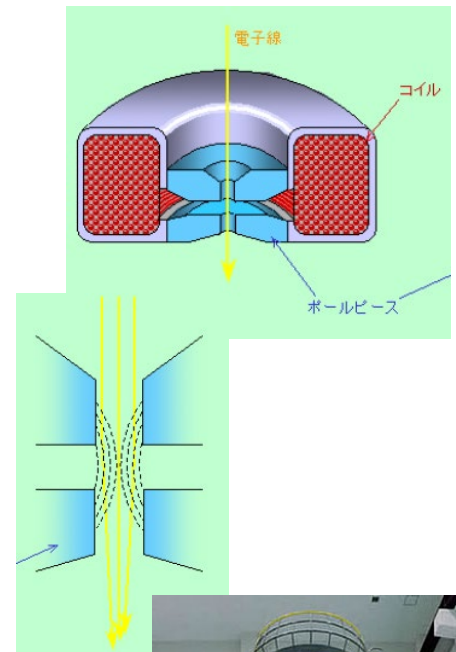


TEM

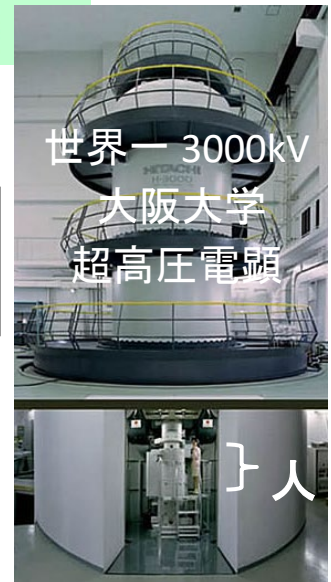


加速電圧:
100-300kV

軸対称の静磁場
...電子の凸レンズ



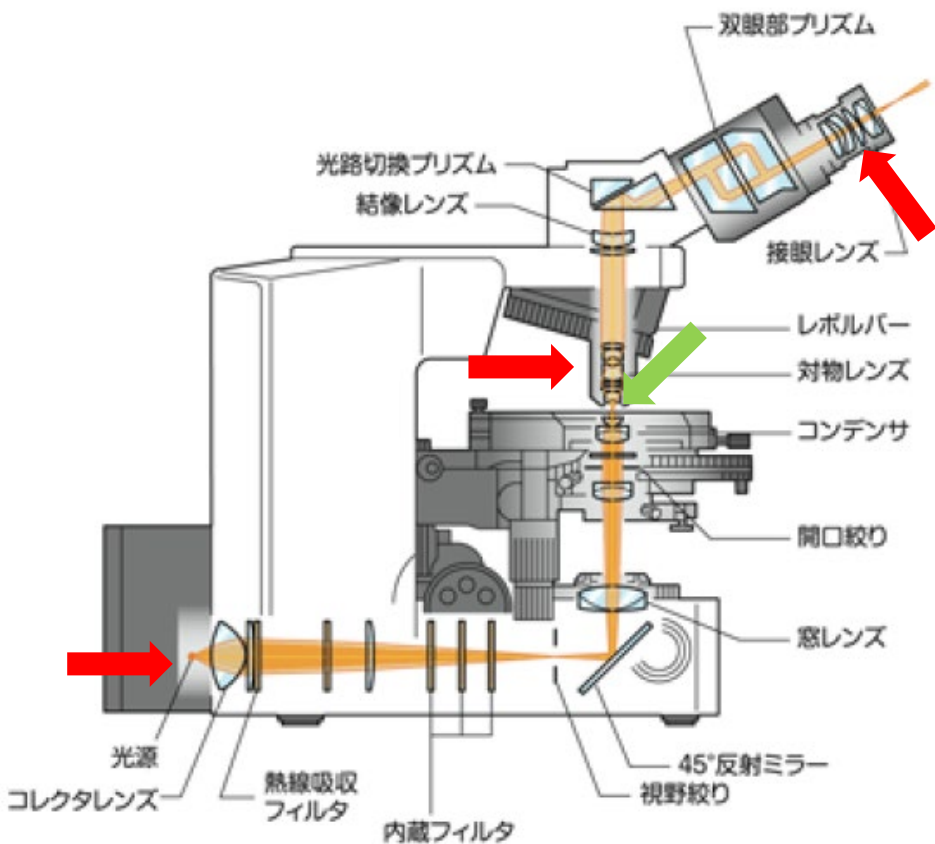
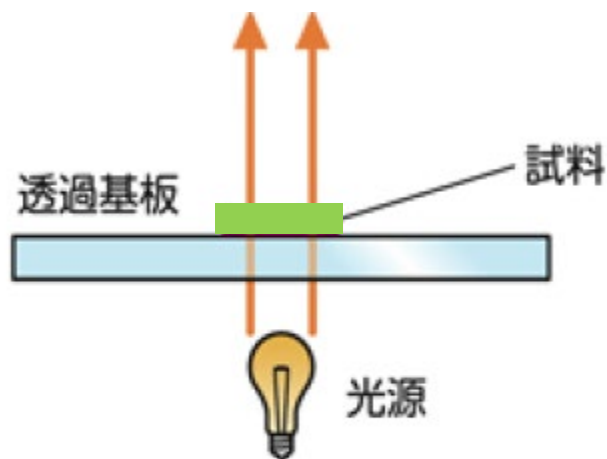
世界一 3000kV
大阪大学
超高压電顕



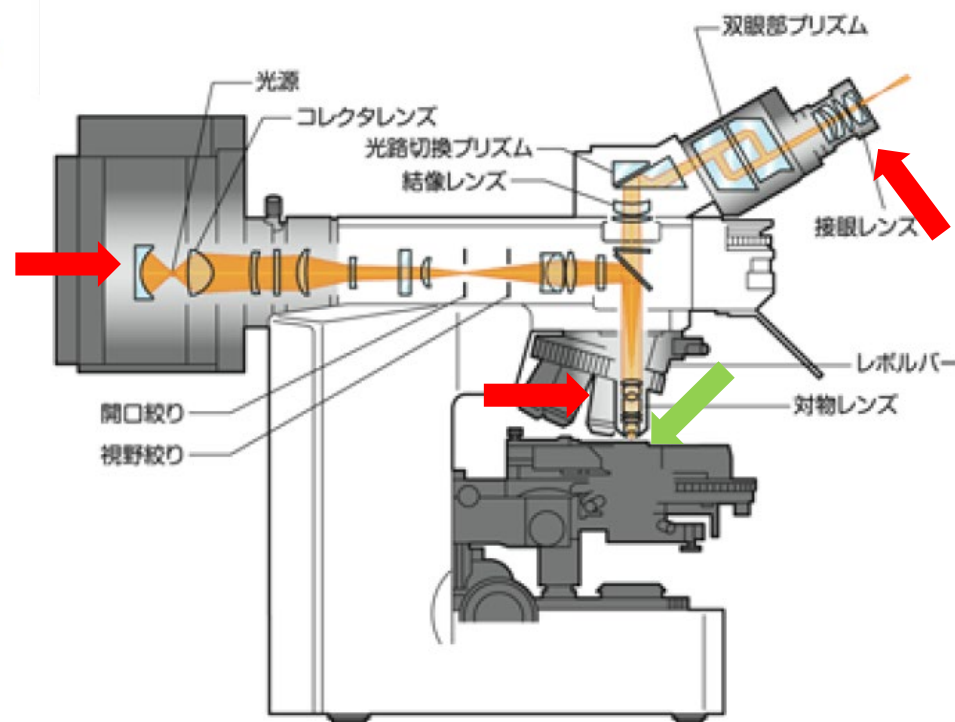
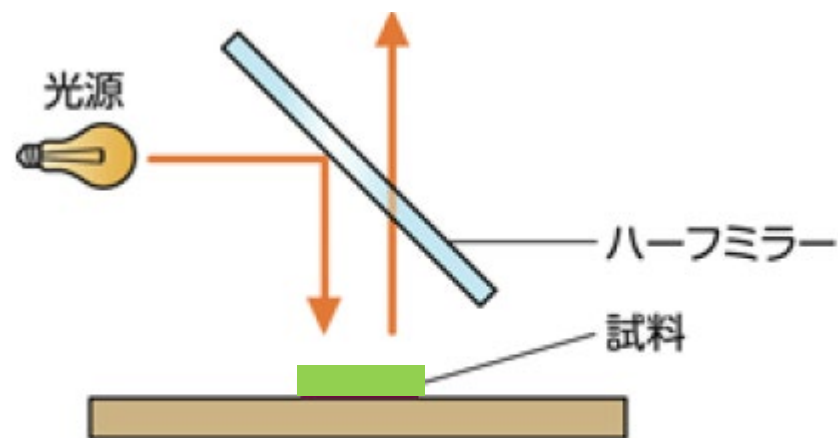
生物顕微鏡: 透過型
金属顕微鏡: 反射型 (落射型)

<http://hr-inoue.net/zscience/topics/electromicro/electromicro.html>

●透過型光学顕微鏡(生物用)



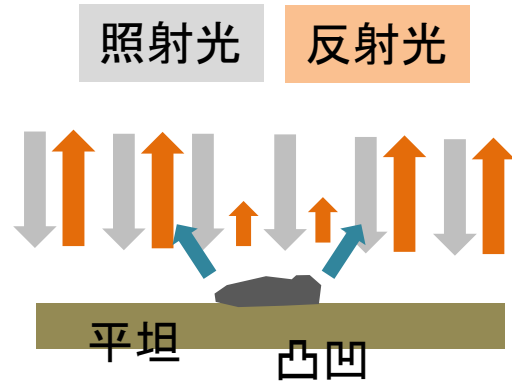
●反射型(落射型)



●明視野・暗視野観察(OM)

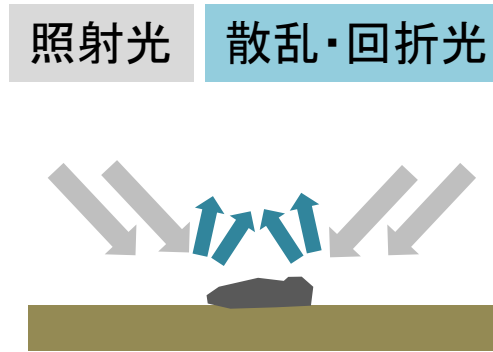
明視野 (Bright Field) 法:

... **反射(または透過)光**



暗視野 (Dark Field) 法:

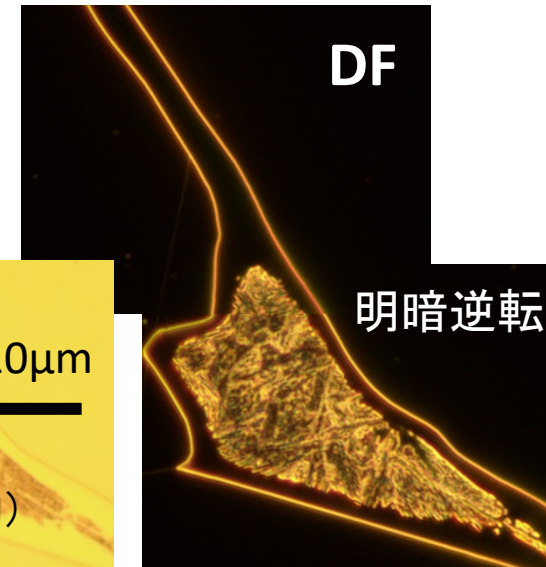
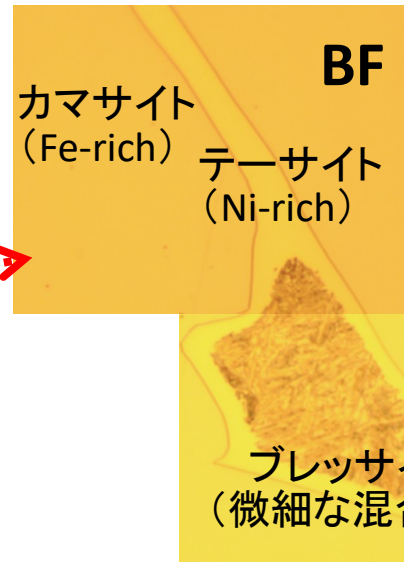
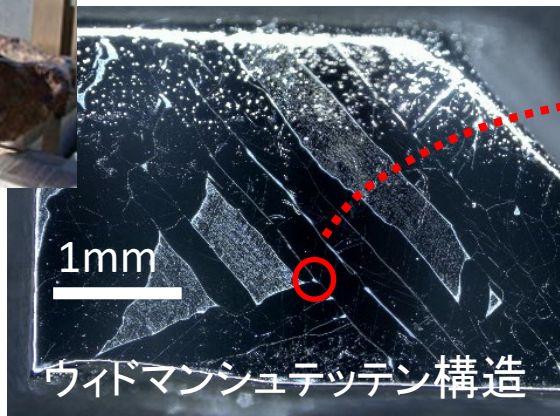
... **散乱・回折光** 傷、欠陥が明瞭

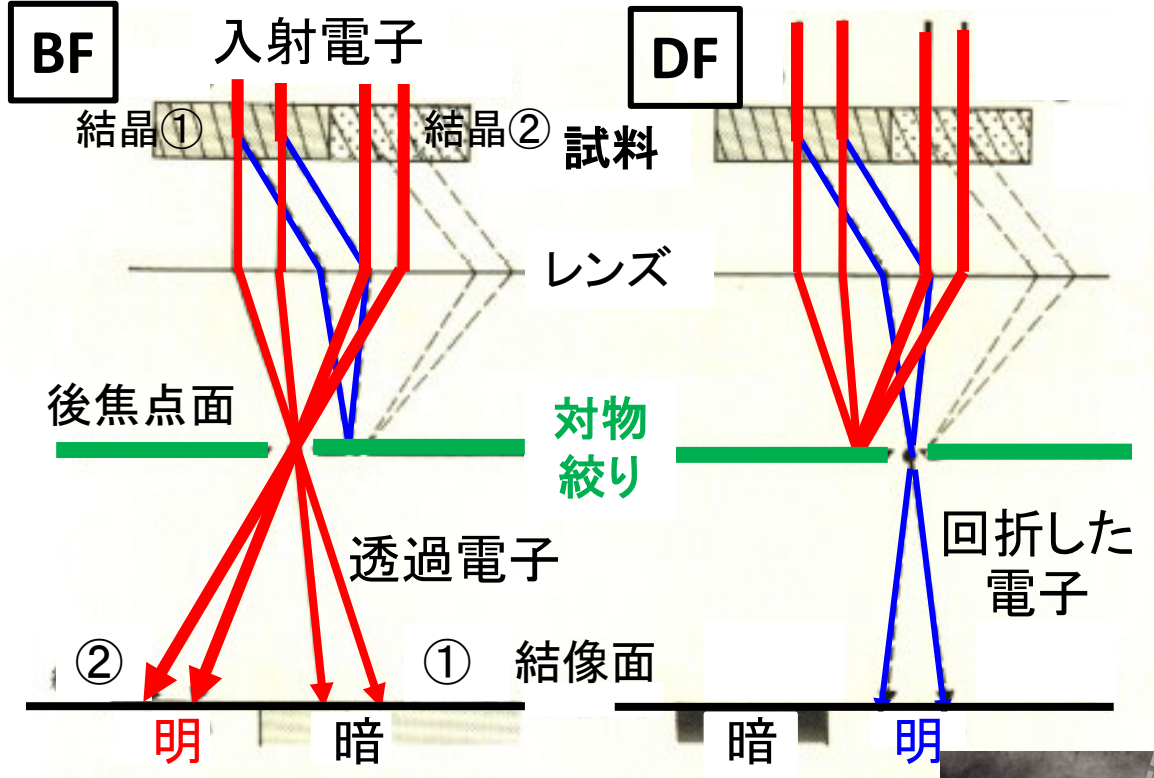


分解能: $\lambda=550\text{nm}$
BF: 240nm
DF: 8nm 1/30に!

(研) ギベオン隕石

(Fe-Ni合金)



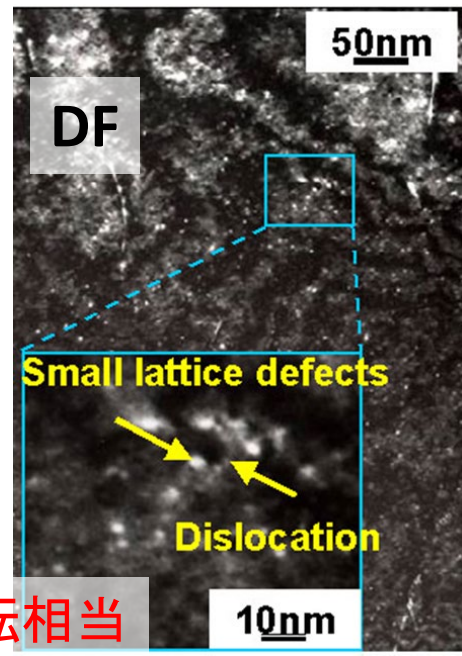
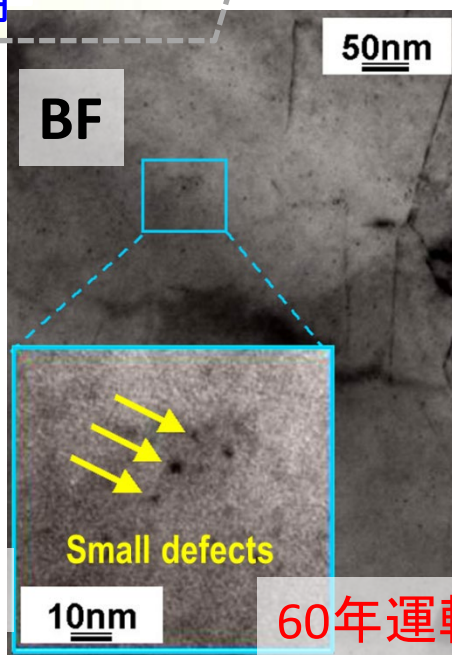
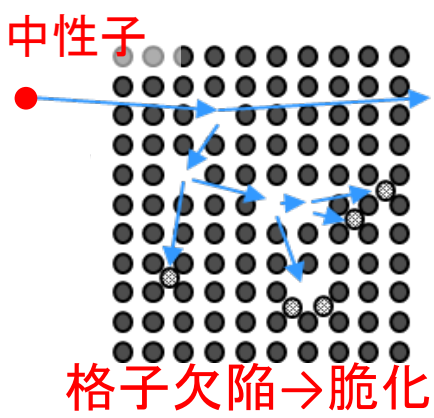
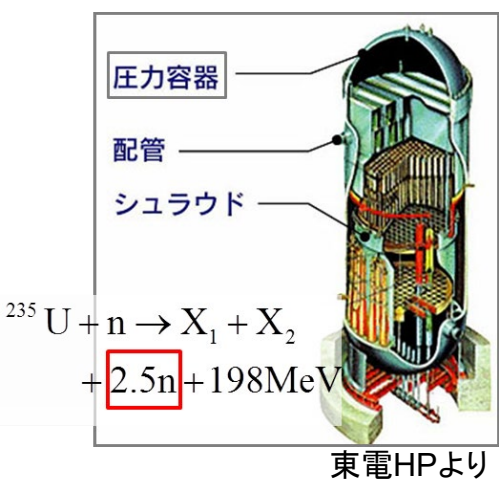


●明視野・暗視野 (TEM)

結晶①: ブラッグ条件を満足
結晶②: 満たしてない場合

結晶電子顕微鏡学
坂公恭 内田老鶴園

(研)原子炉压力容器鋼(Fe合金)

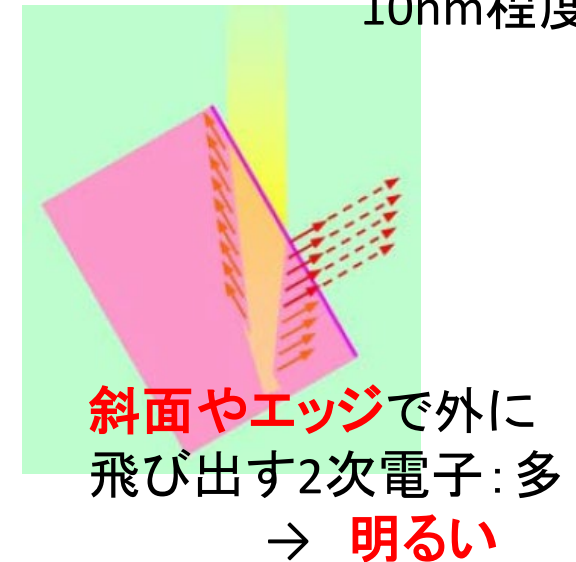
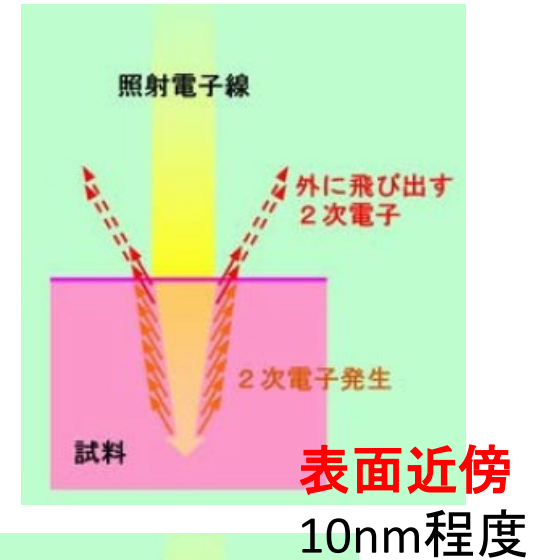
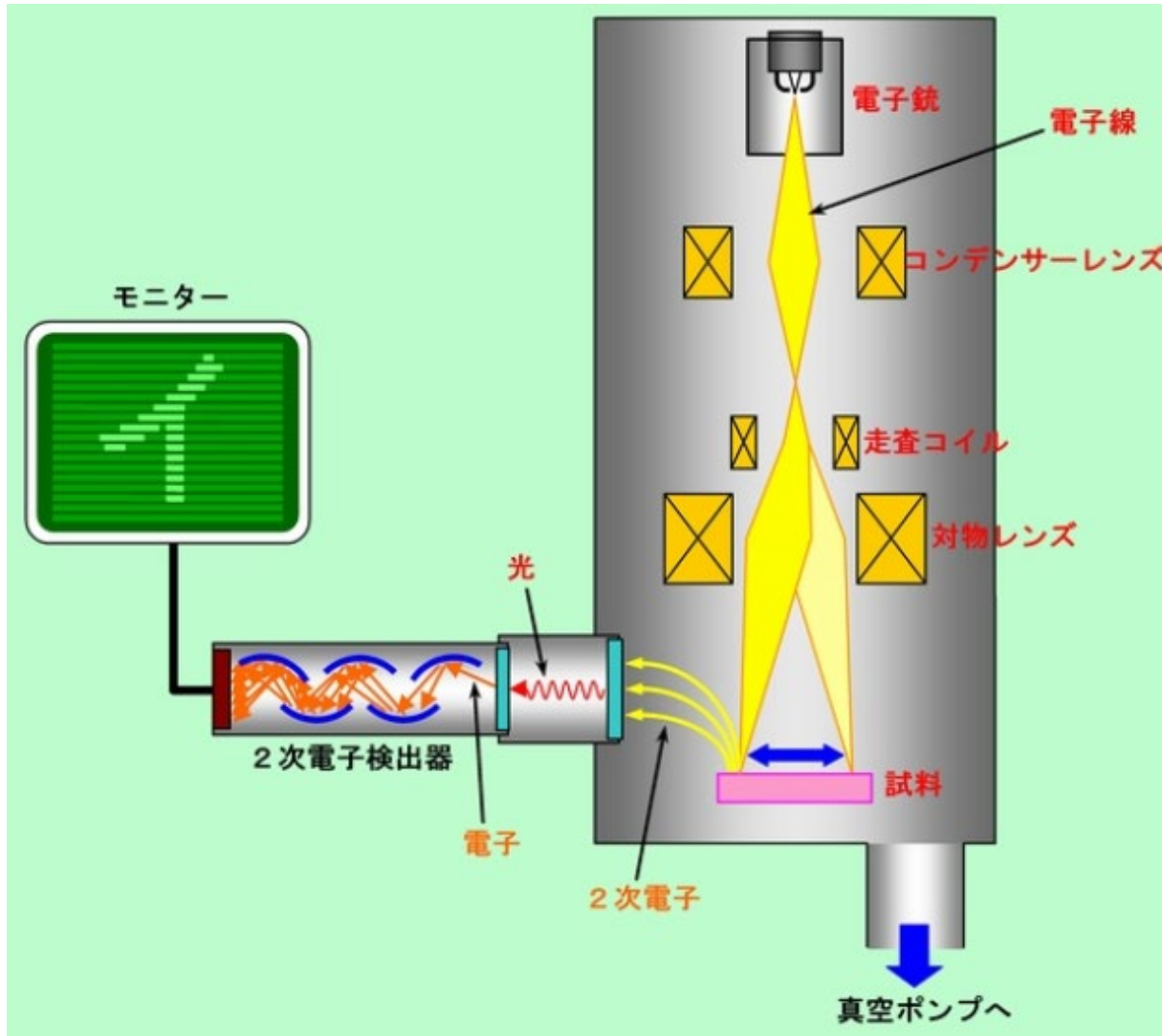


60年運転相当

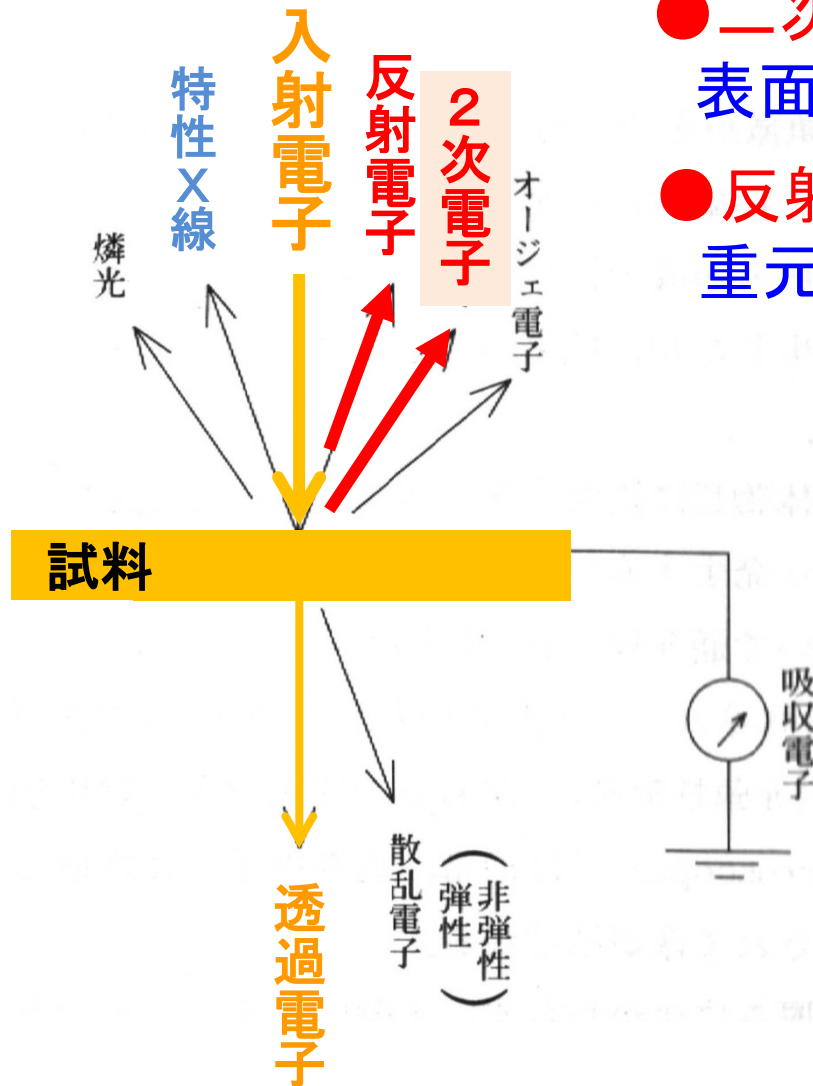
●SEM(走査型電子顕微鏡)

OM, TEMと違う！

電子線を試料にあて、(主に)2次電子を検出
電子線を走査し、検出量から表面形状を画像化。



●SEM・・・二次電子・反射電子像



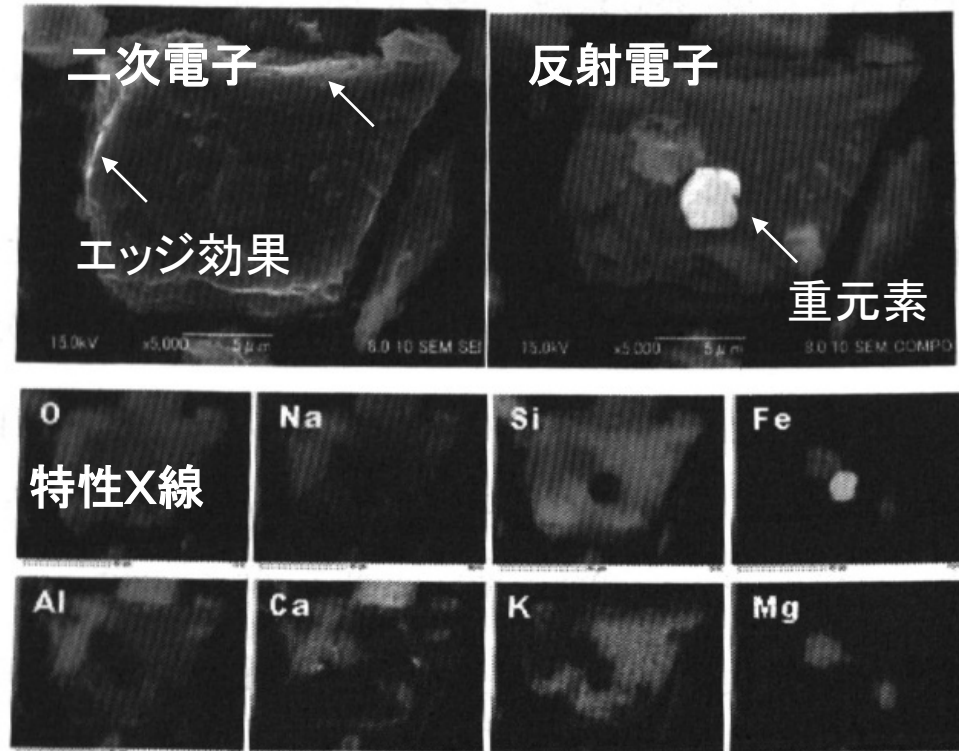
●二次電子：外殻電子のはじき出し
表面近傍。エッジ効果（放出：大）

形状

●反射電子：入射電子の後方への散乱
重元素ほど反射されやすい

元素

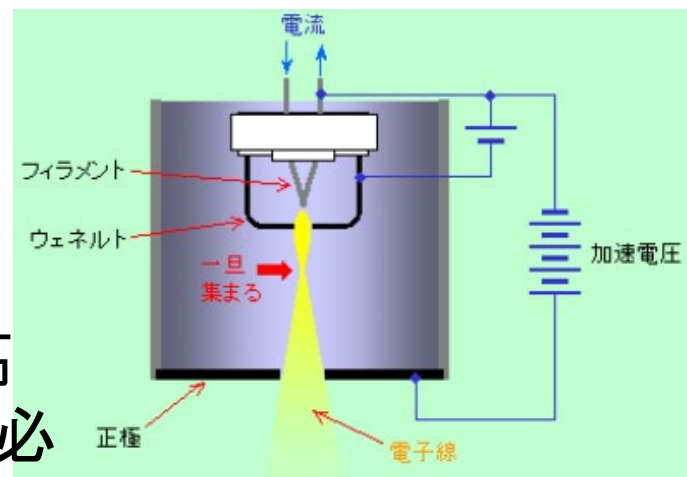
例：火山灰粒子



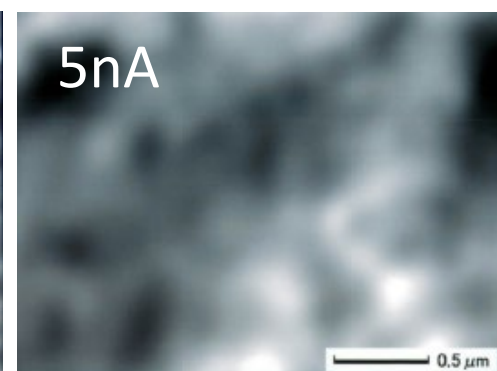
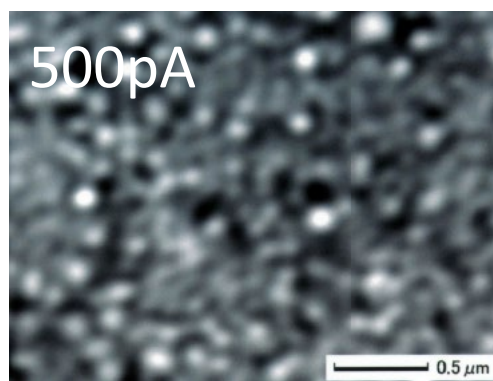
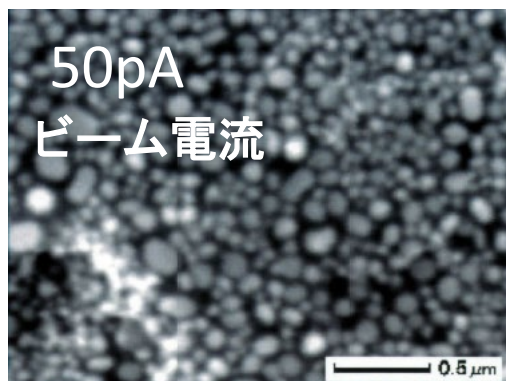
●電子銃の違い

熱電子放出型(TEG) Wフィラメント: 汎用・安
(Thermal Emission Gun) LaB₆チップ

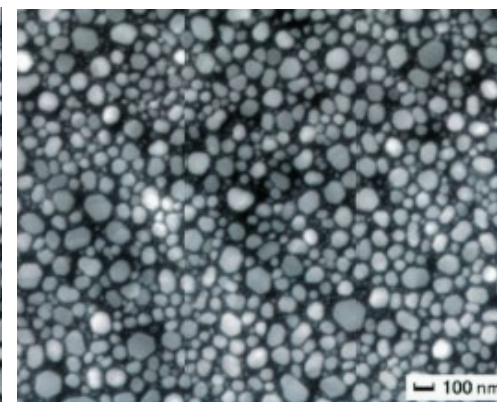
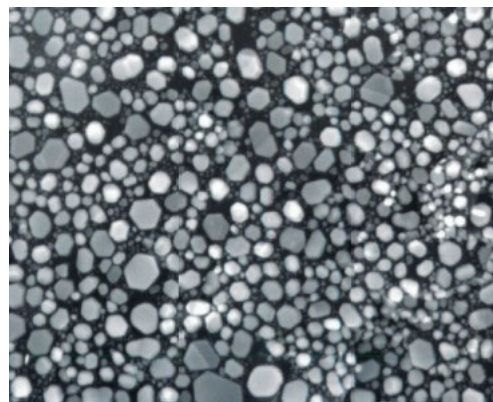
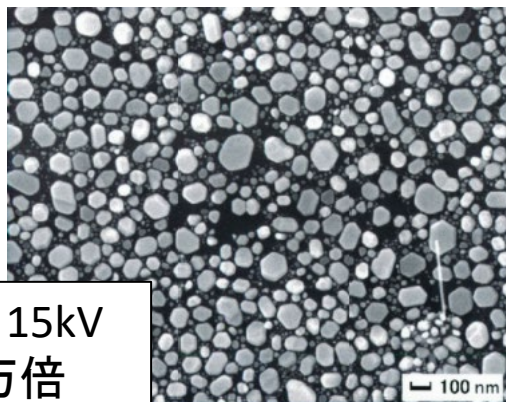
電界放出型(FEG) W単結晶チップ、輝度: 高
(Field Emission Gun) **ビーム径: 小**、超高真空: 必



W-SEM



FE-SEM



加速電圧: 15kV
倍率: 5万倍
Au微粒子

●試料作製(前処理)

OM: **鏡面研磨＋エッチング**・・・腐食速度の違いを利用

例: ナイタール(5%硝酸)によるフェライト-パーライト組織

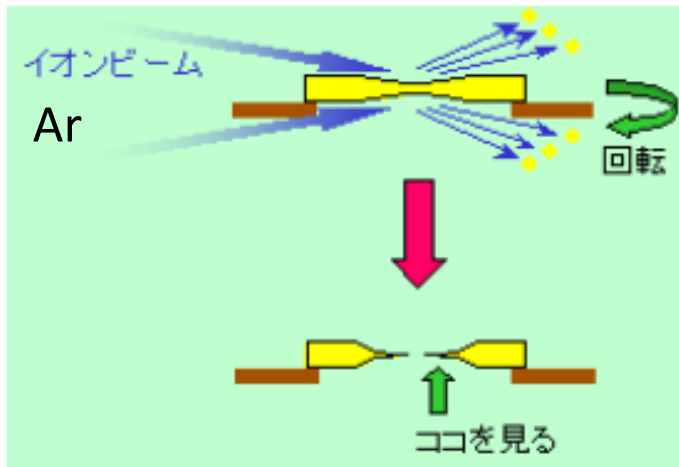
SEM: **コーティング**・・・絶縁性試料で必要(通常のSEM)

例: カーボン蒸着(～10nm)による帯電の防止

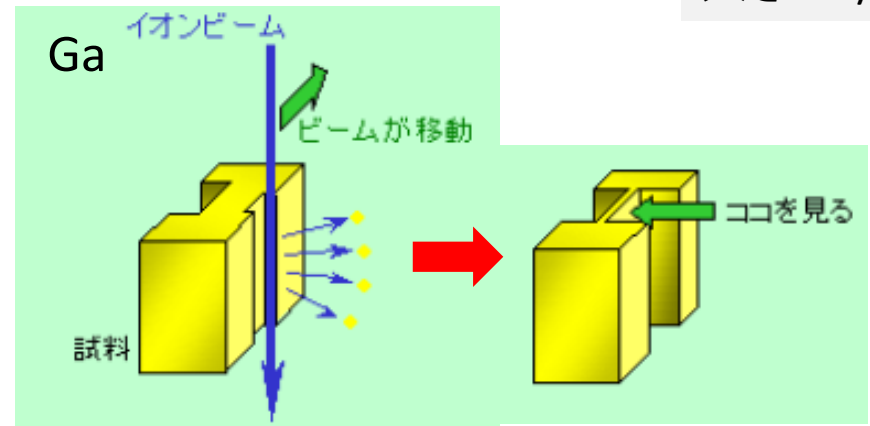
TEM: **薄片化**・・・電子線の透過のため、**薄い試料**が必要(< 100nm)

例: **電解研磨、イオンミリング、集束イオンビーム(FIB)**

髪の毛の
太さの1/100

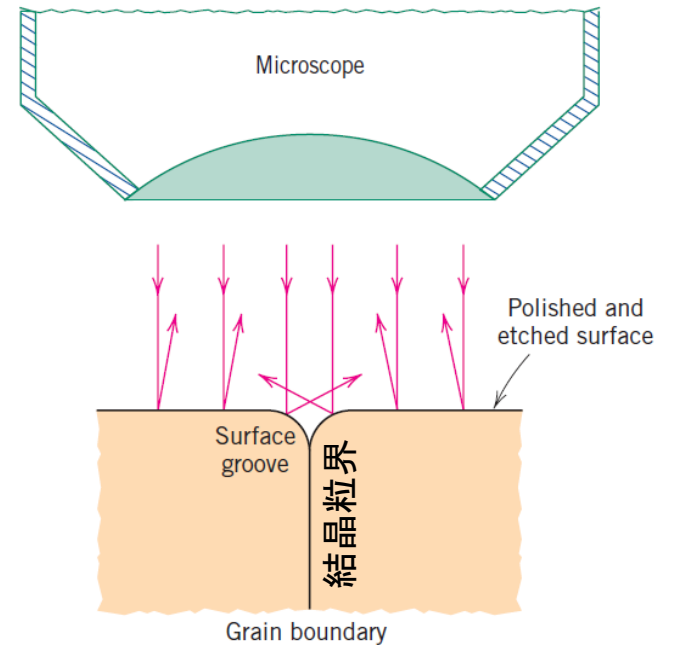
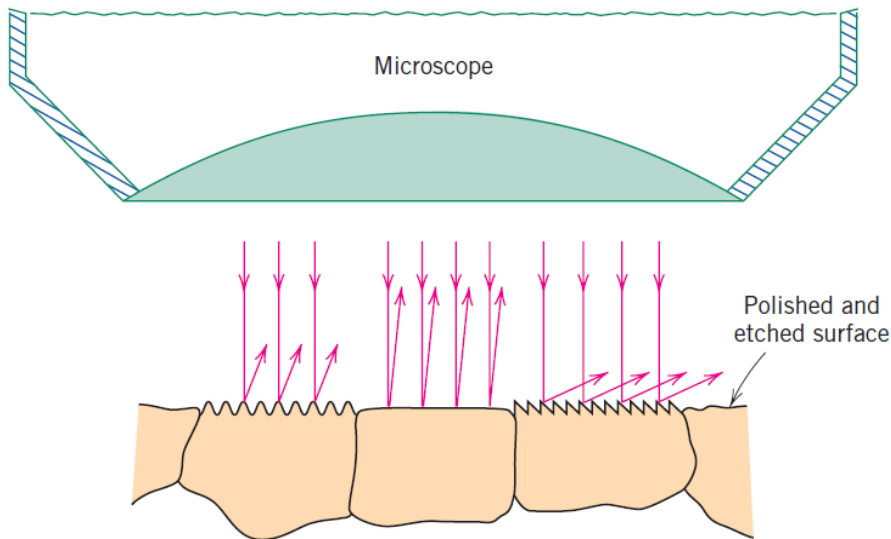


イオンミリング



集束イオンビーム (Focused Ion Beam: FIB)

(例) OM: 鏡面研磨 + エッチング



結晶方位
の違い

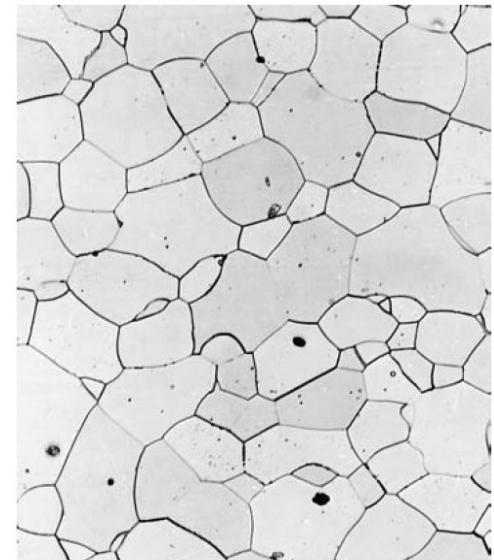
多結晶黄銅



材料の科学と工学1 キャリスター^(c)

結晶粒界

鉄クロム合金

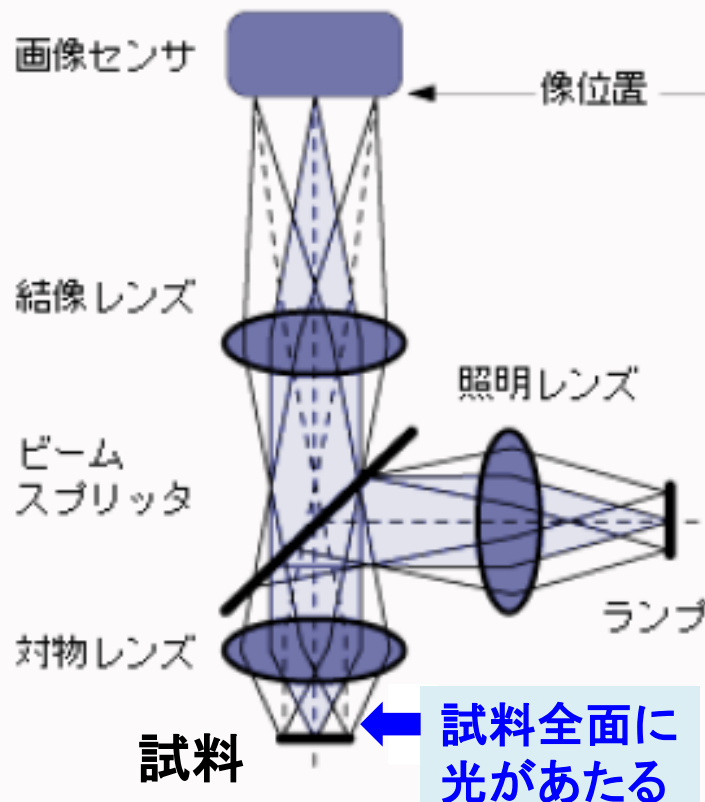


(b)

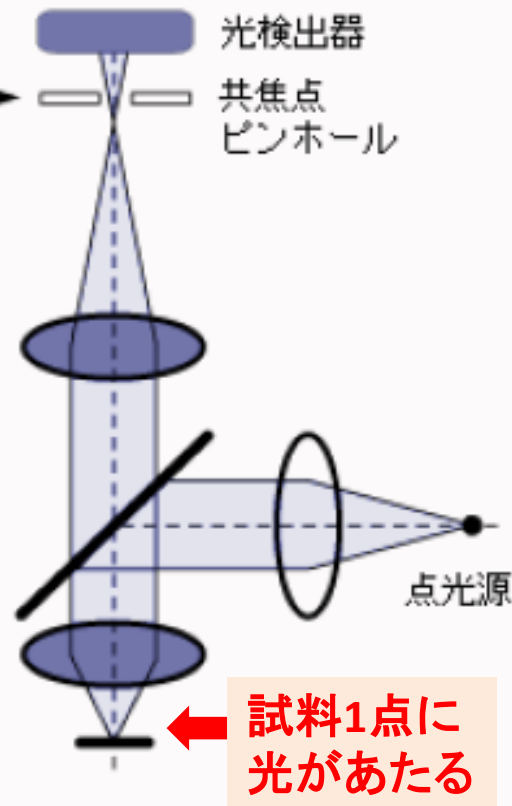
● 共焦点型レーザー顕微鏡

試料の**1点に集光**させ、ピンホールで**焦点位置のみの情報**を得る
周辺からの**不要な散乱光: 無**、コントラスト向上。**二次元走査**で画像化

結像光学系
(通常の光顕)



共焦点光学系
(レーザー顕微鏡)



● 焦点のあったところの画像を取り込むため、**高さ方向の情報**が得られる

→ **形状測定可能**
(3次元計測)

● 高温の組織観察も適