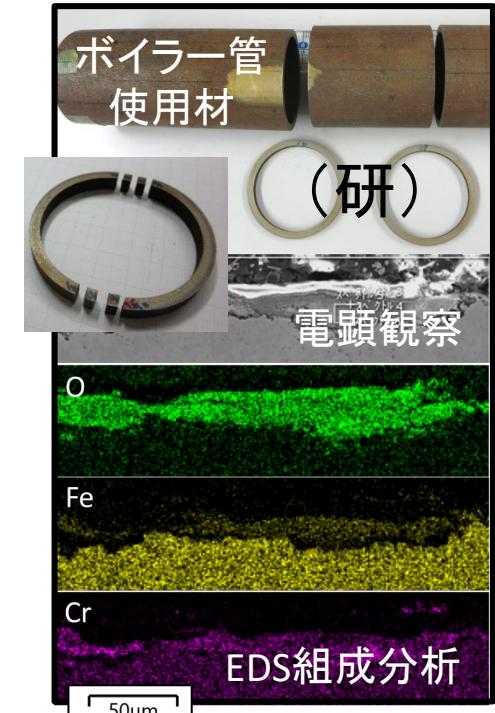


# 材料計測学 担当:マテリアル鎌田

本講義では**色々な材料特性の評価**で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。**



火力発電所



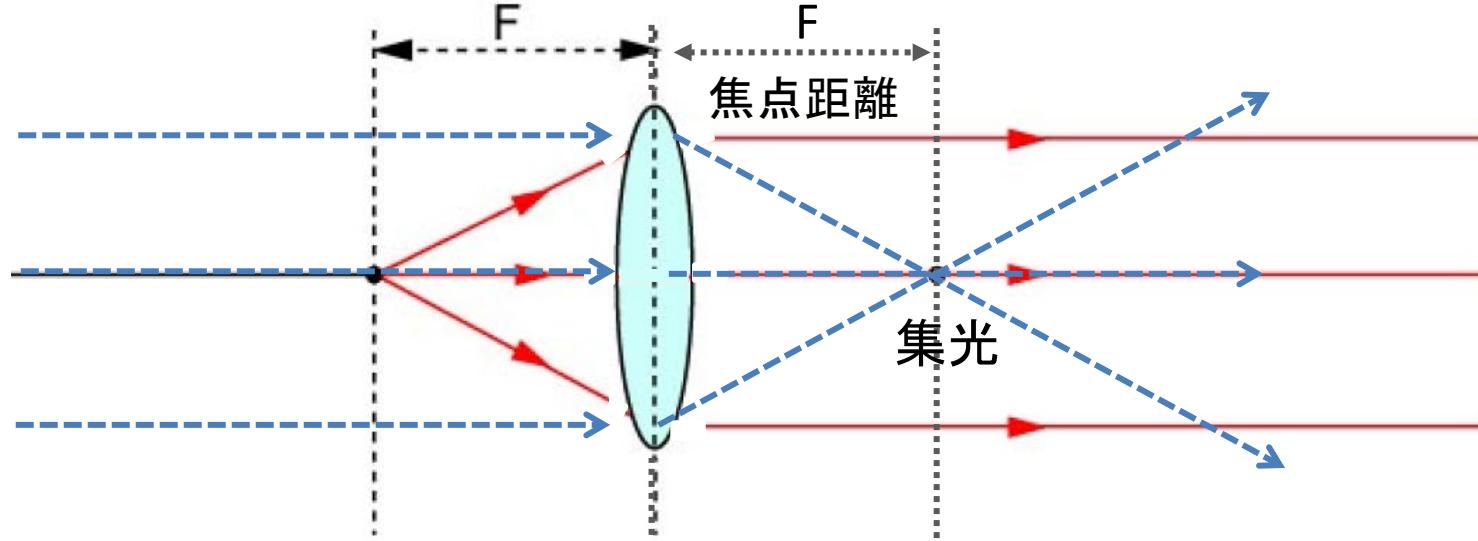
NIMS HP写真



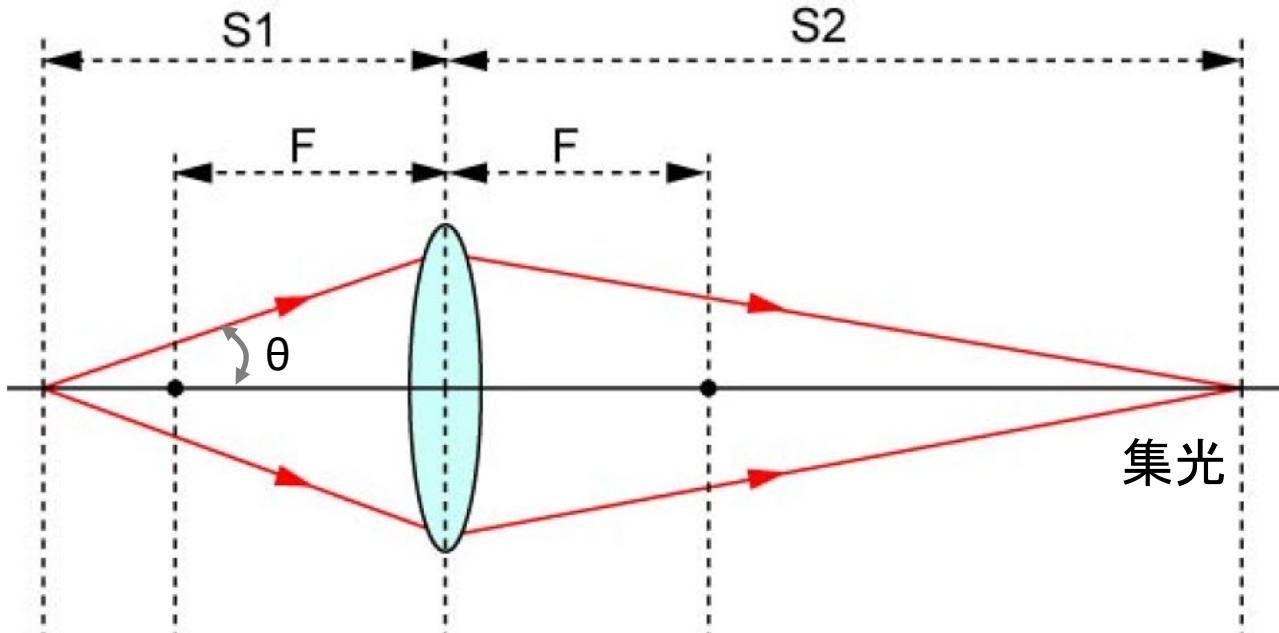
# ●光顕と電顕の特徴

	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



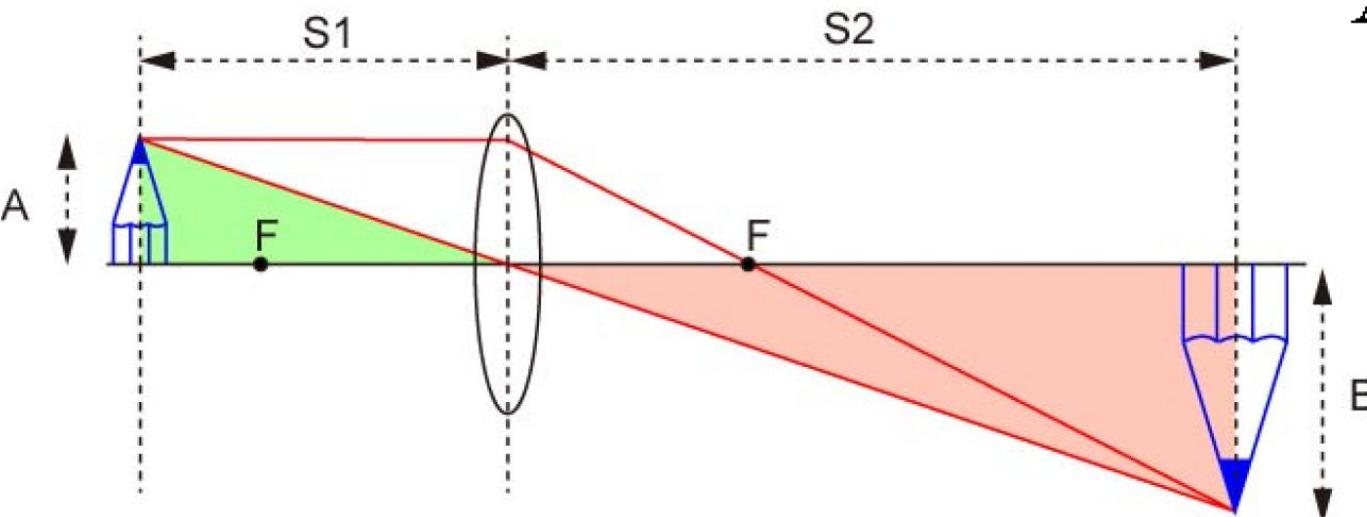
●レンズの公式

$$\frac{1}{S_1} + \frac{1}{S_2} = \frac{1}{F}$$

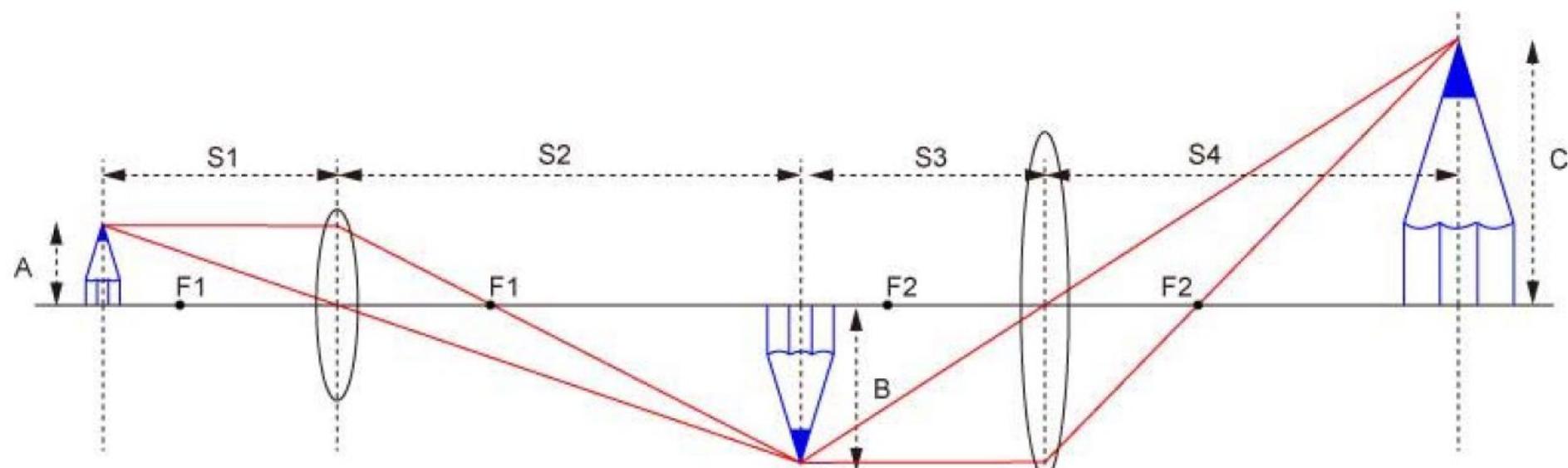
# ● 結像

倍率  $M = \frac{B}{A} = \frac{S_2}{S_1}$

$$\frac{1}{S_1} + \frac{1}{S_2} = \frac{1}{F}$$

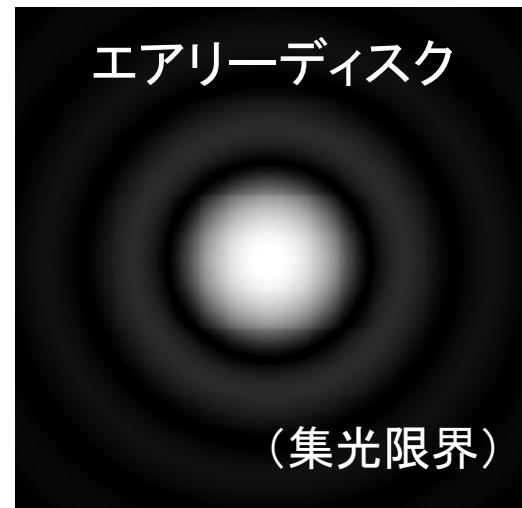
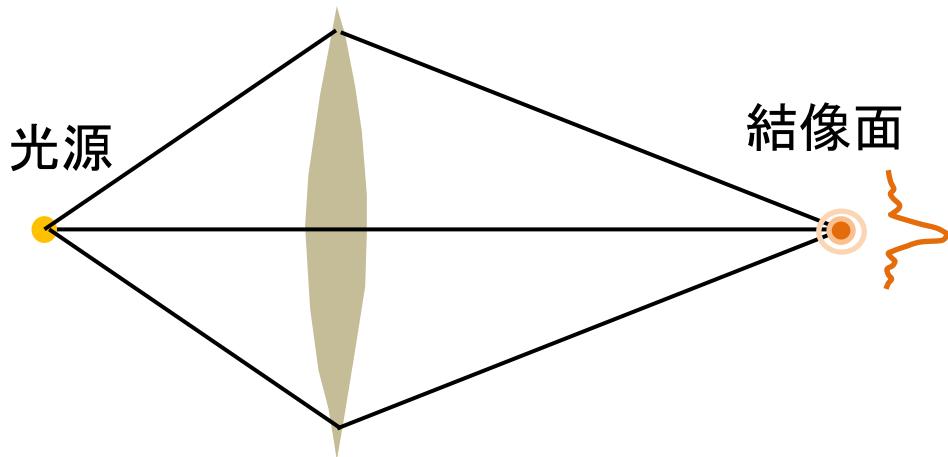


$F$ (mm)	$S_1$ (mm)	$B/A$
110	10	
100	100	
100.1	1000	

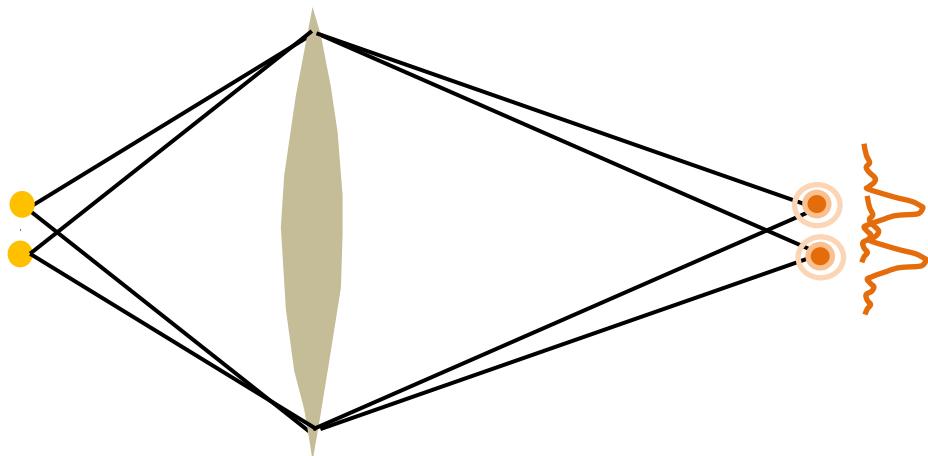


$$M = \frac{C}{A} = \frac{B}{A} \times \frac{C}{B} = \frac{S_2}{S_1} \times \frac{S_4}{S_3}$$

# ●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)

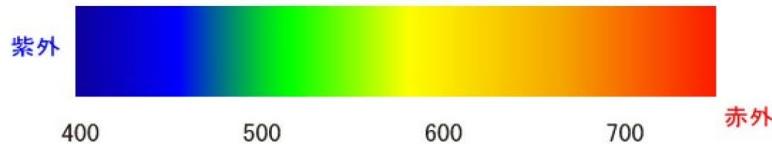


## ●回折、干渉

● 2つの円形像が判別できる距離  
(半径分離れている)

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

可視光:  $\lambda = 400$  (紫)  
 $\sim 700\text{nm}$  (赤)



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

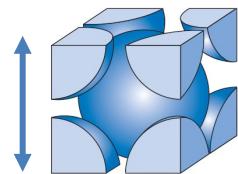
(例) 加速電圧:  $E = 200\text{kV} \rightarrow \lambda = 0.0025\text{ nm}$

Q: 原子の大きさの1/100まで観察可?

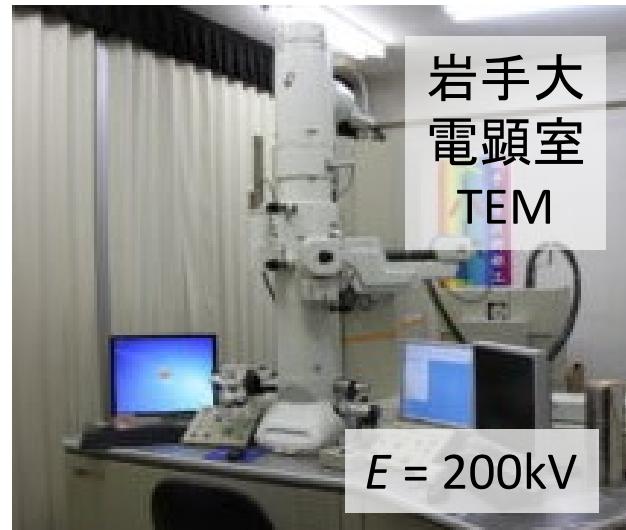
A: ダメ。レンズの収差(1点に集められない)  
球面収差、非点収差、色収差 など

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

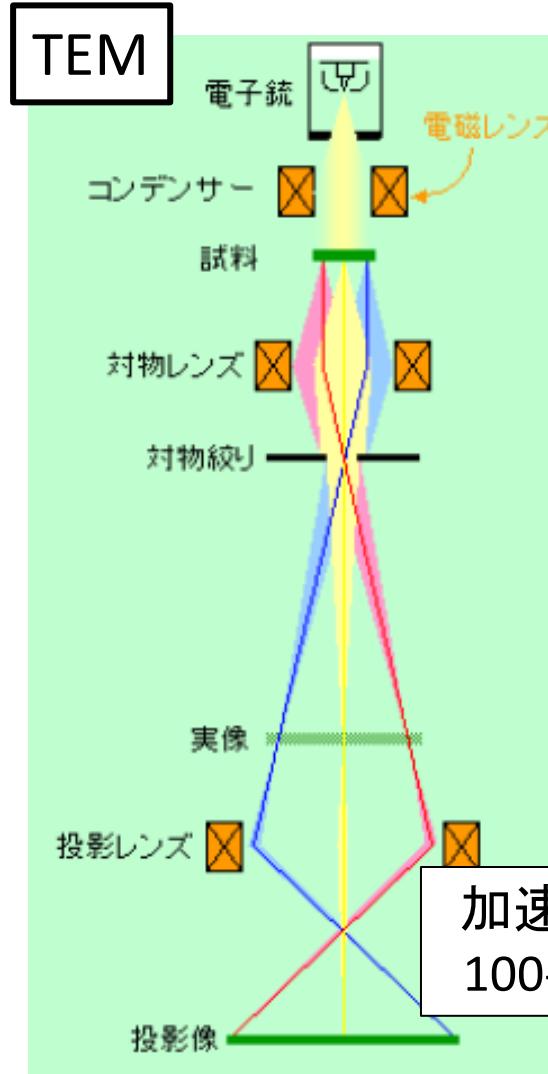
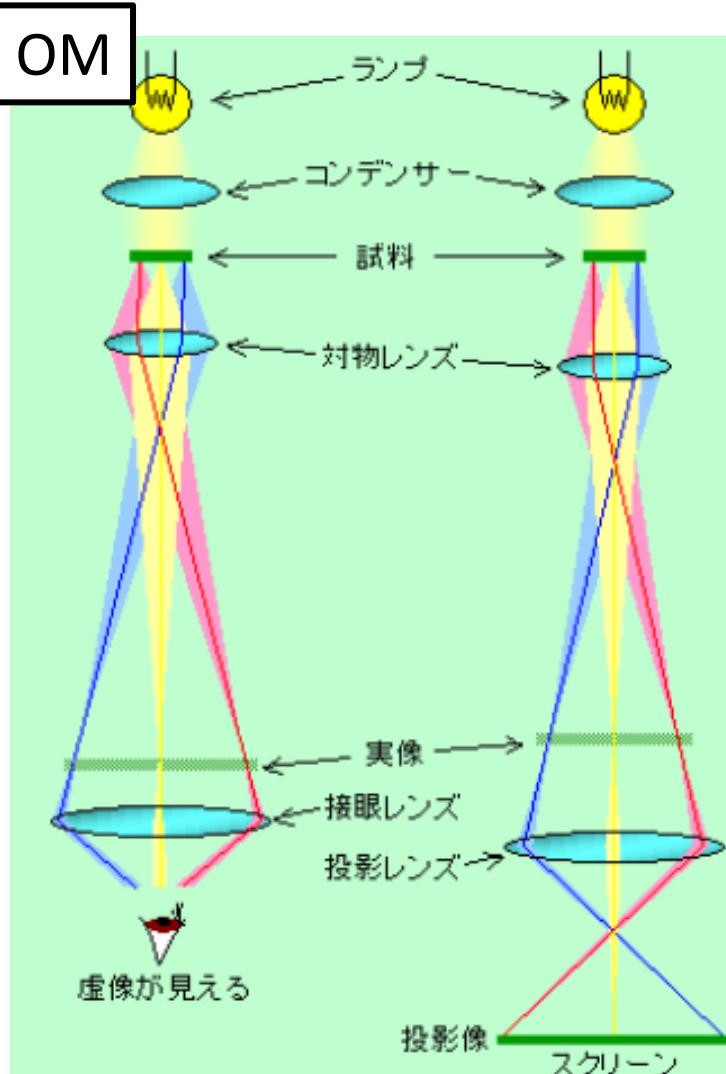
エヌエー値(レンズの明るさや解像度を表す数値)



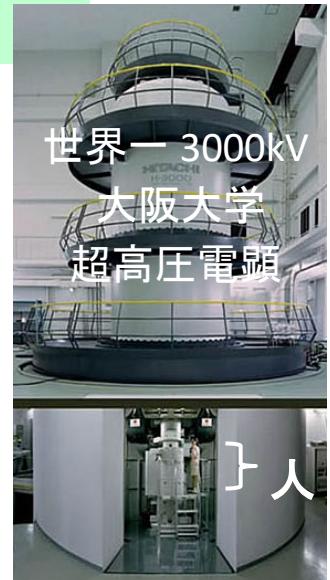
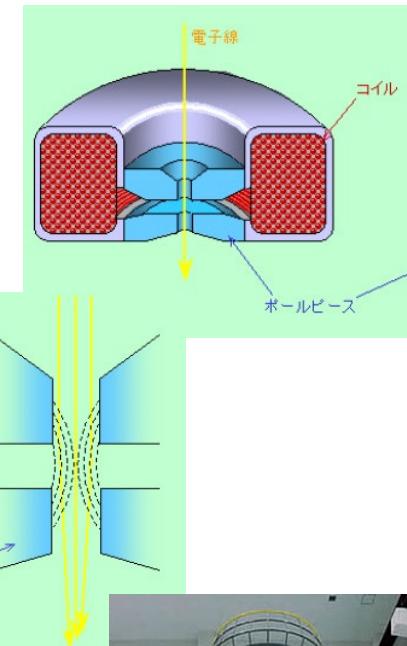
Fe: 0.286nm



# ●OMとTEM



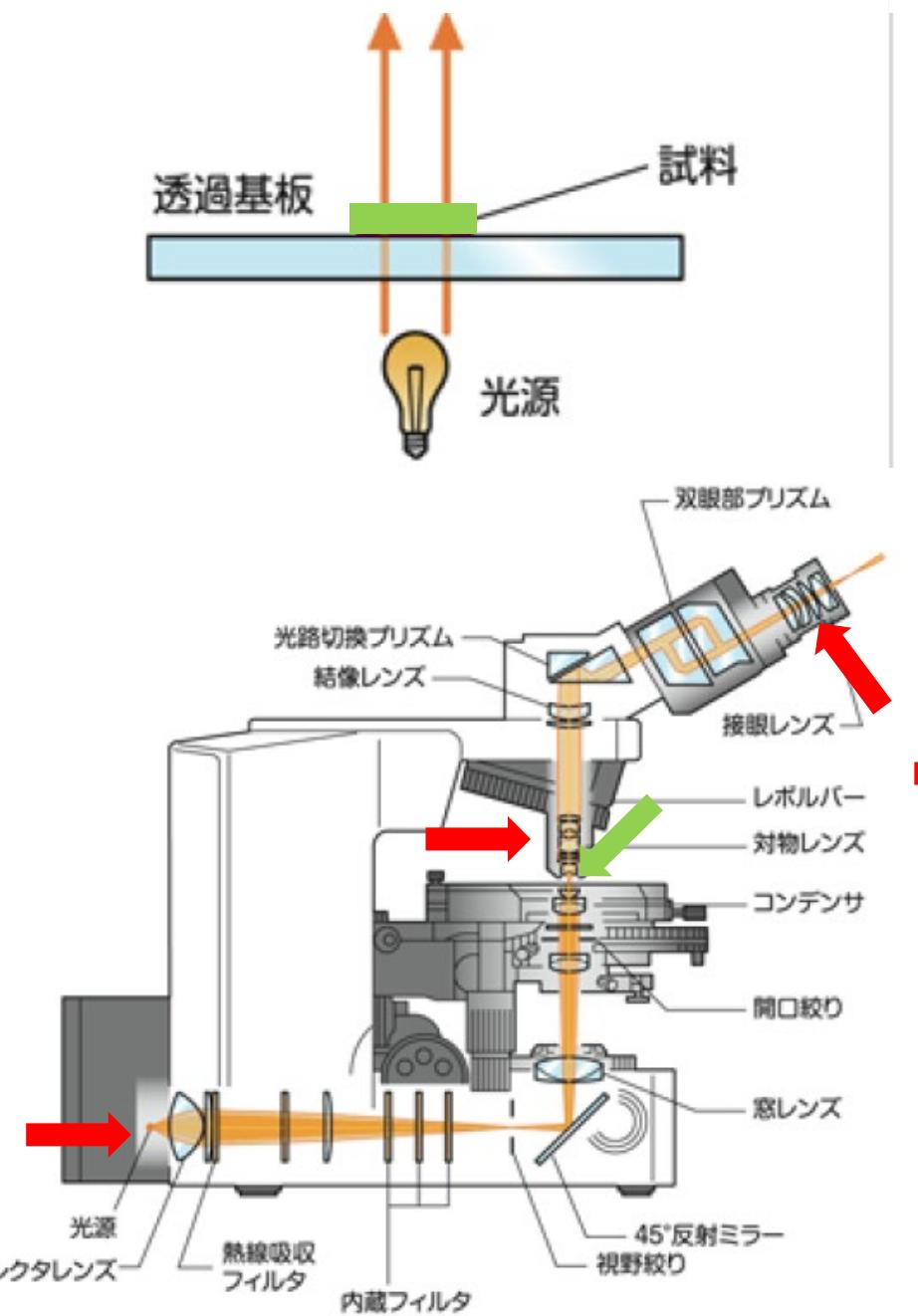
軸対称の静磁場  
…電子の凸レンズ



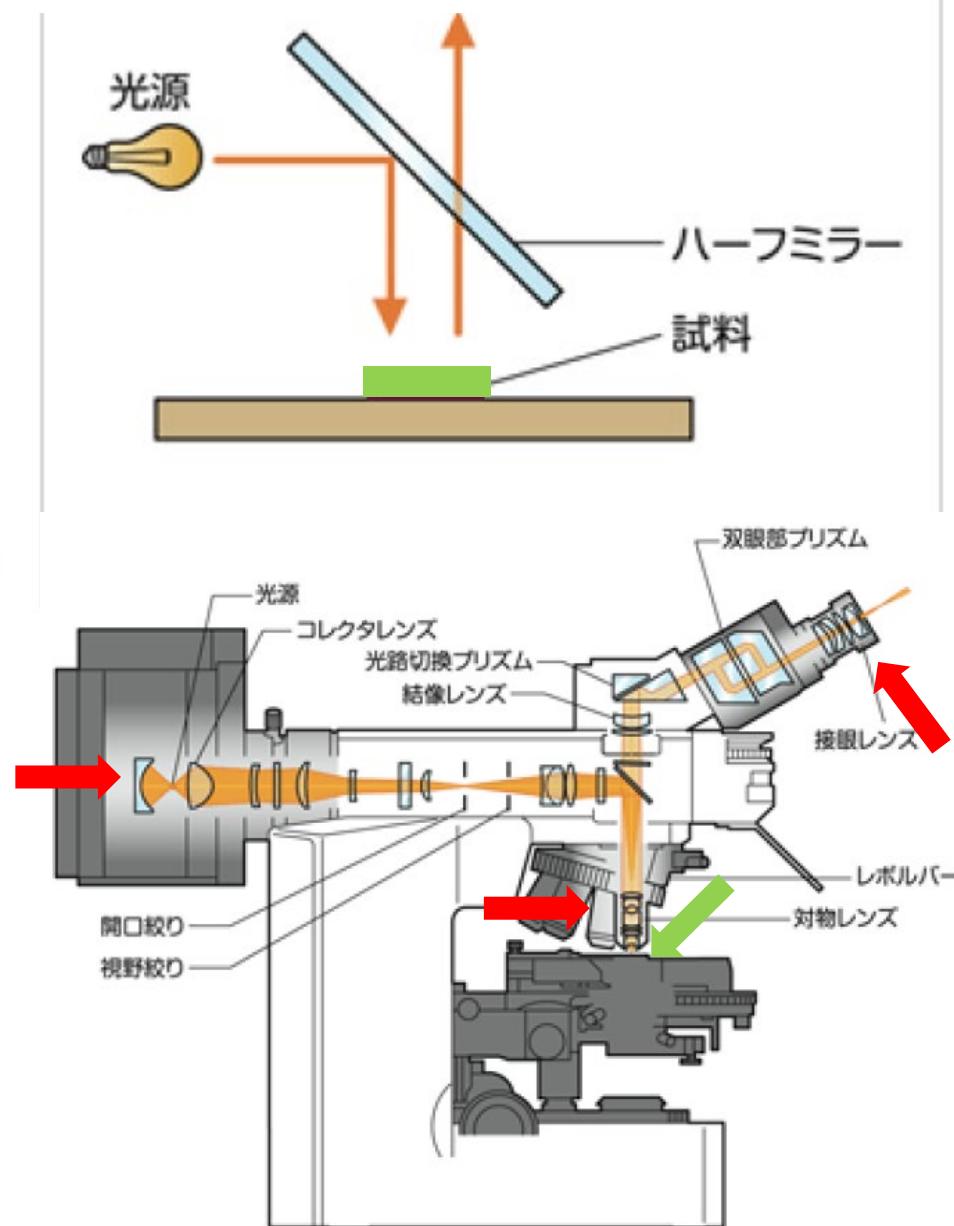
生物顕微鏡: 透過型  
金属顕微鏡: 反射型(落射型)

<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)



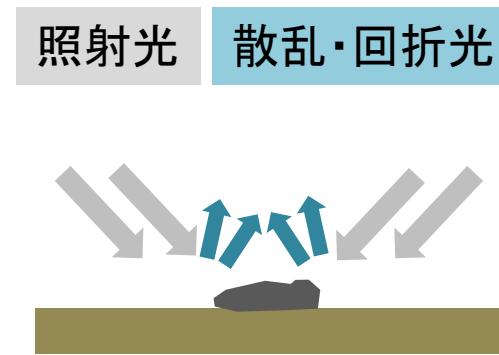
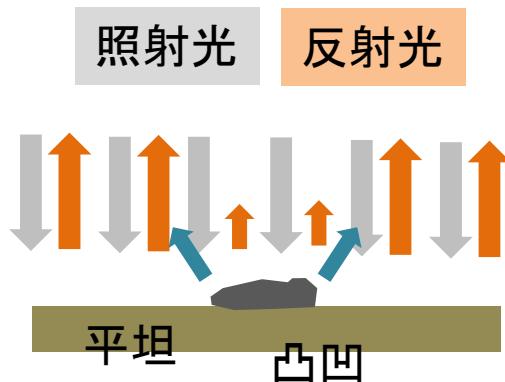
# ●明視野・暗視野観察(OM)

明視野(Bright Field)法:

…反射(または透過)光

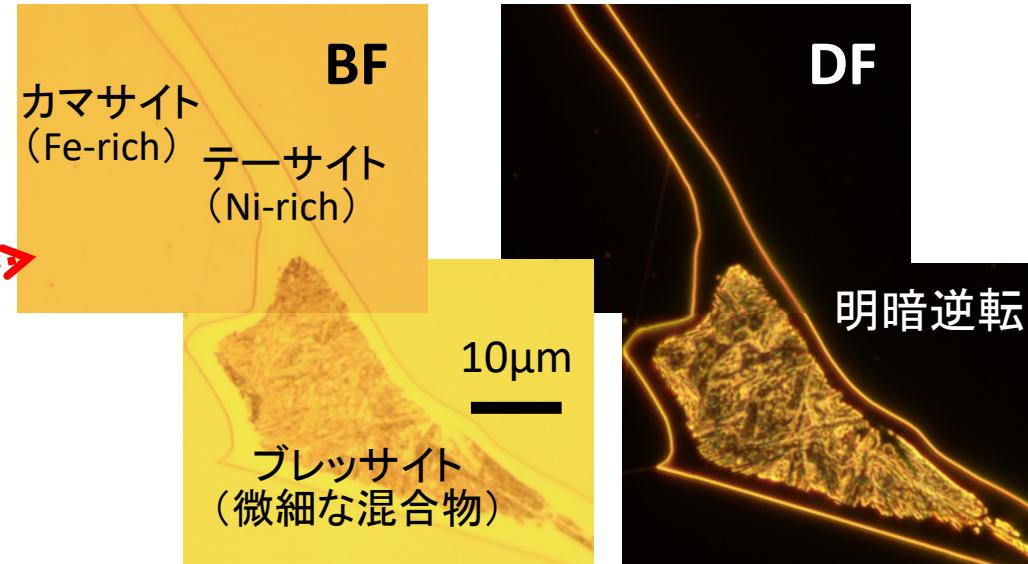
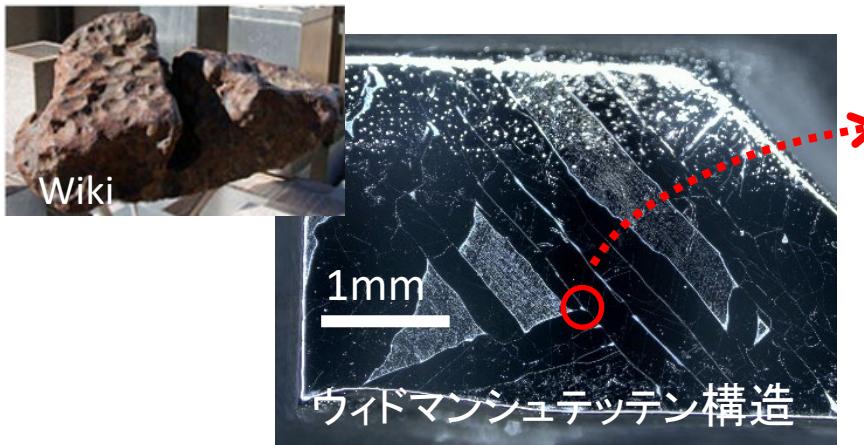
暗視野(Dark Field)法:

…散乱・回折光 傷、欠陥が明瞭

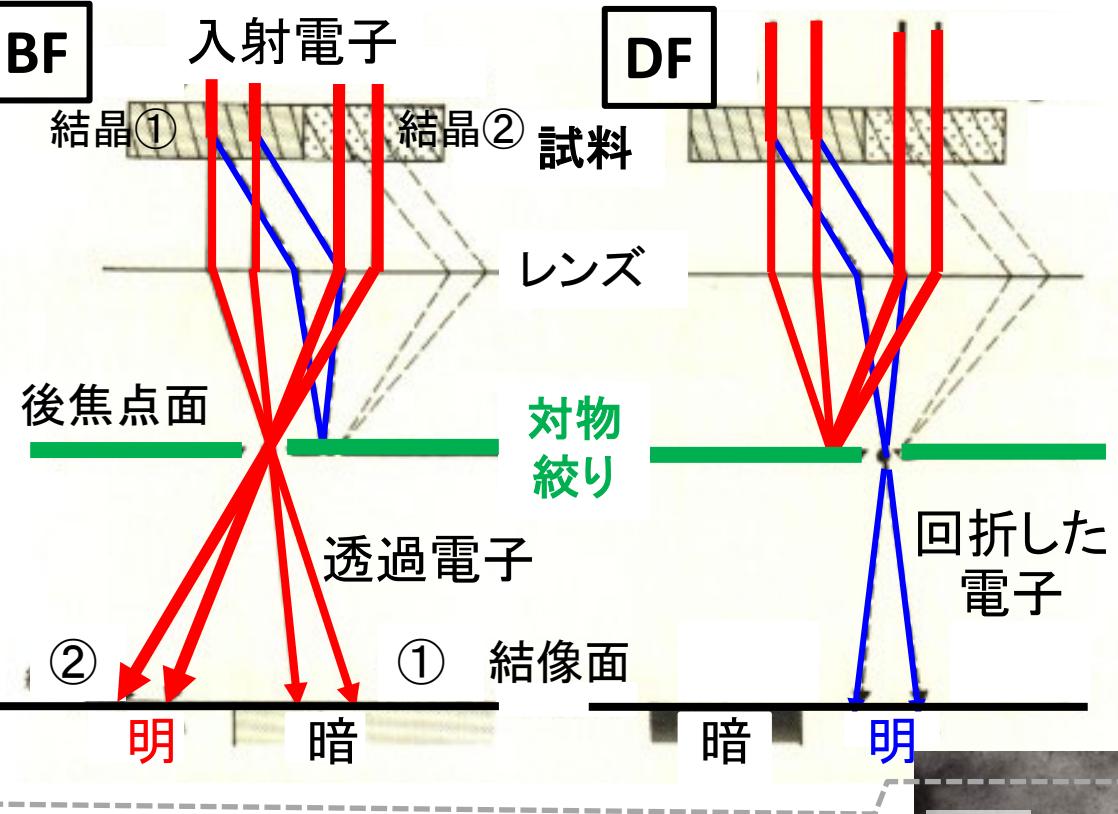


分解能:  $\lambda=550\text{nm}$   
BF: 240nm  
DF: 8nm 1/30に!

(研)ギベオン隕石 (Fe-Ni合金)



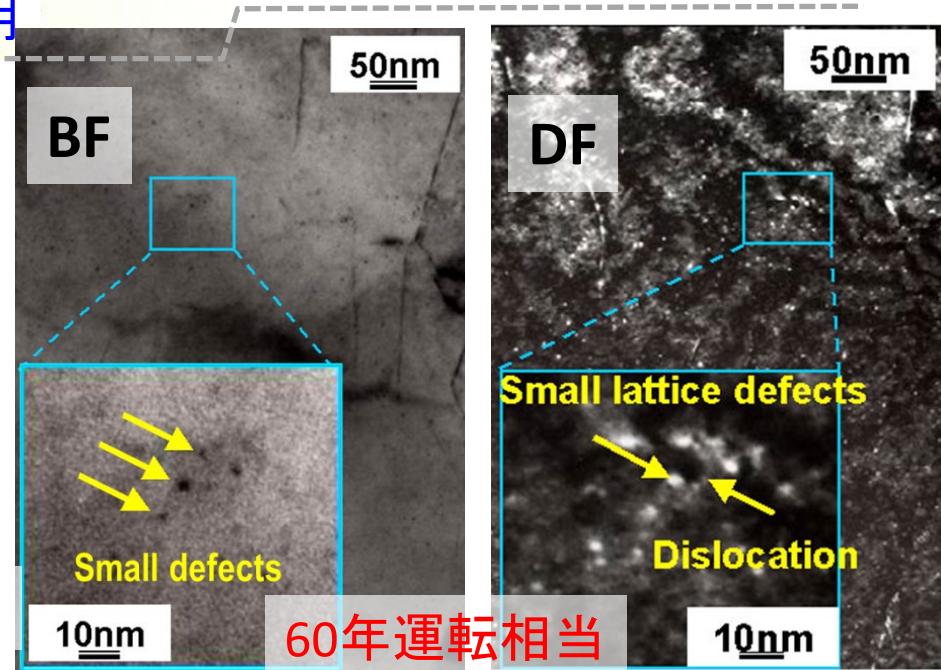
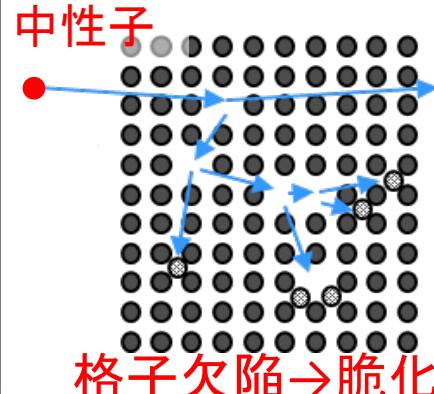
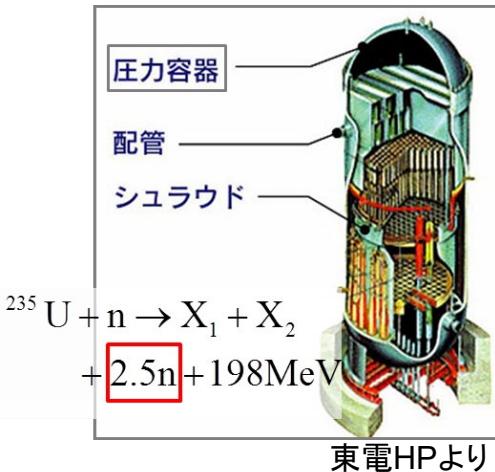
# ● 明視野・暗視野 (TEM)



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

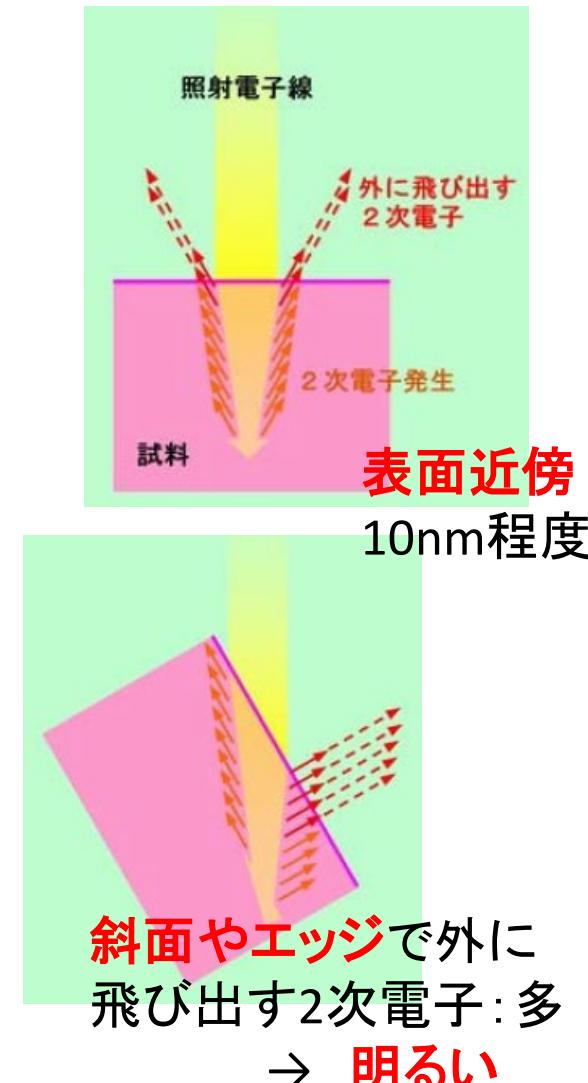
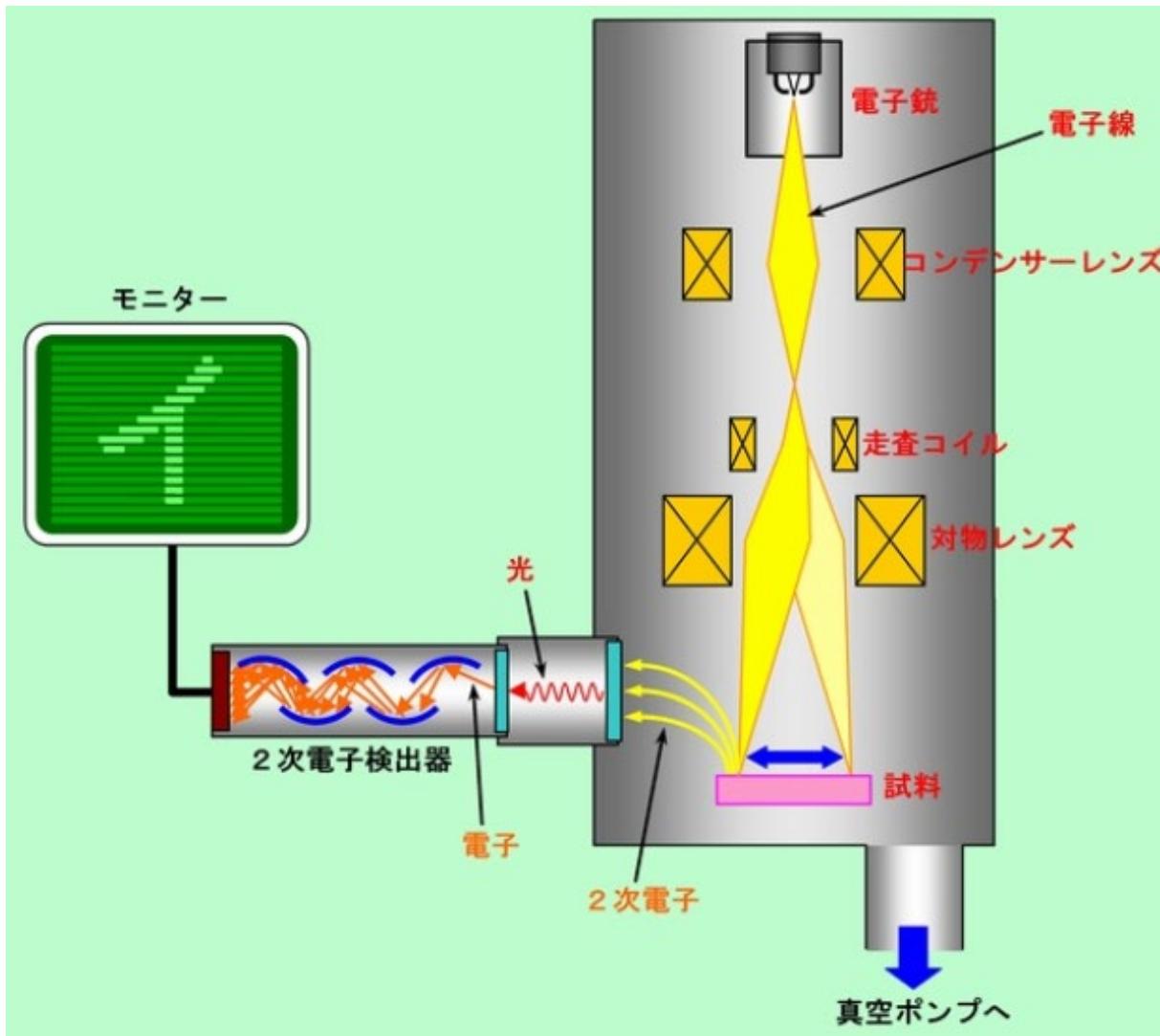
(研)原子炉圧力容器鋼(Fe合金)



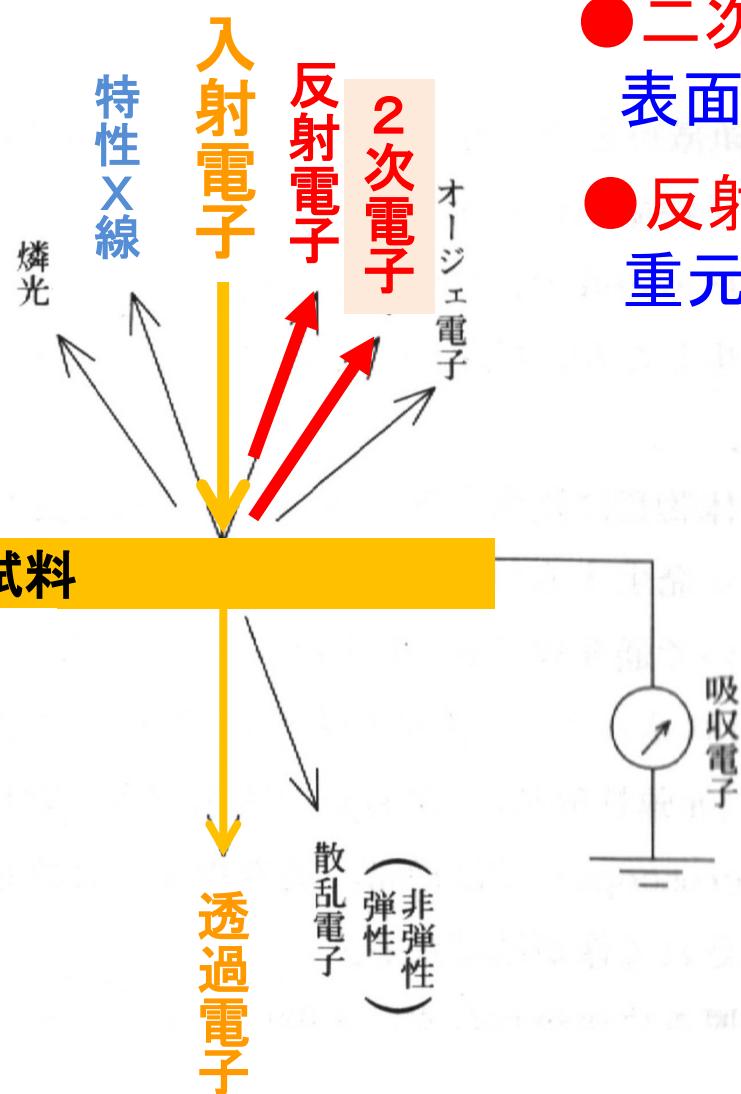
# ●SEM(走査型電子顕微鏡)

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



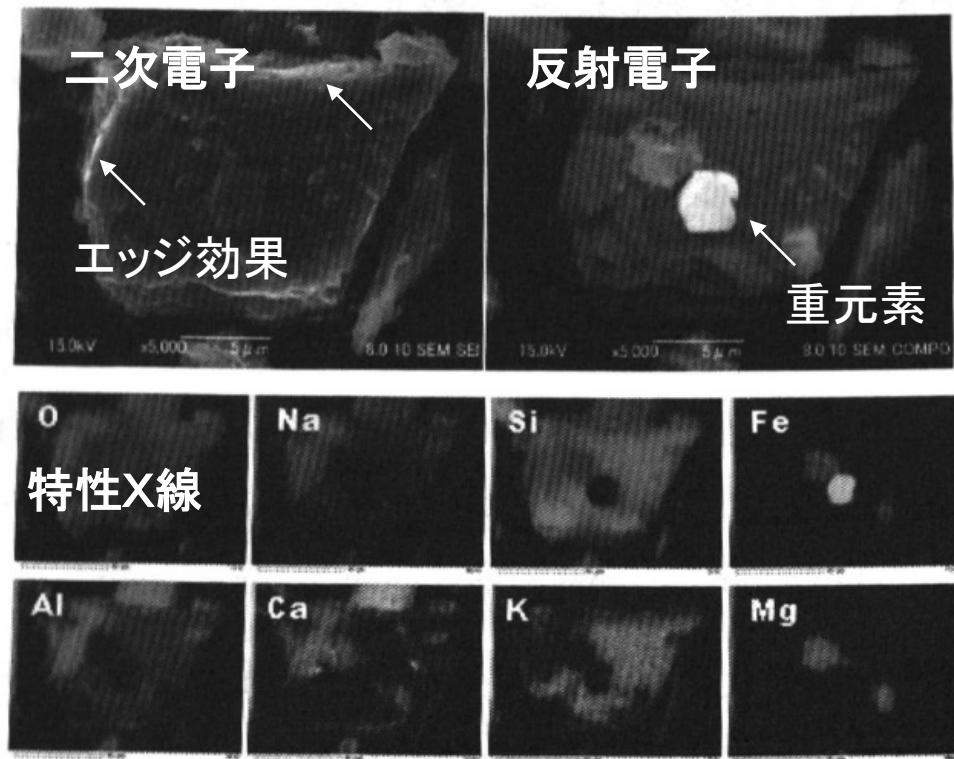
●二次電子: 外殻電子のはじき出し  
表面近傍。エッジ効果(放出:大)

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

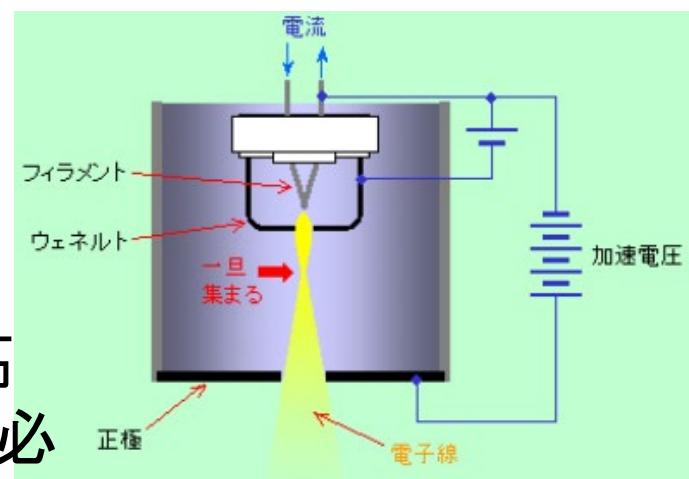
例: 火山灰粒子



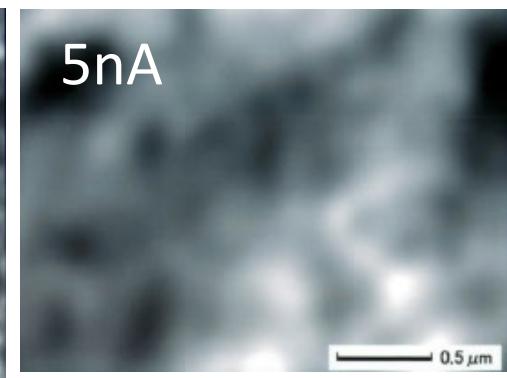
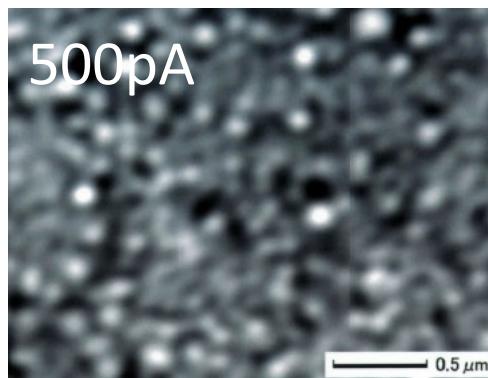
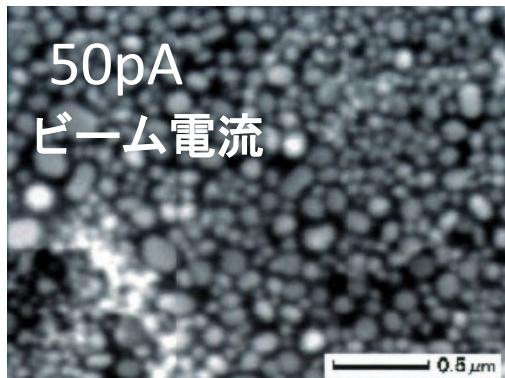
# ●電子銃の違い

熱電子放出型(TEG) Wフィラメント:汎用・安  
(Thermal Emission Gun) LaB<sub>6</sub>チップ

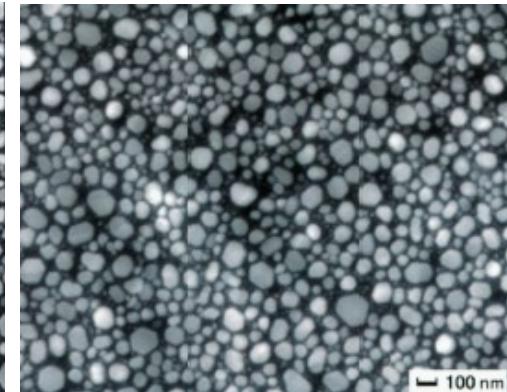
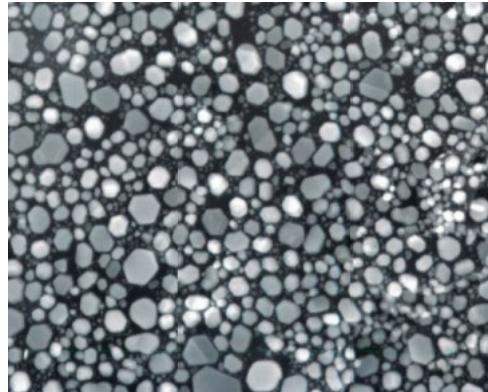
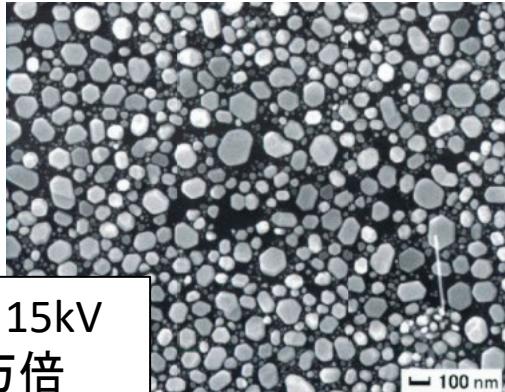
電界放出型(FEG) W単結晶チップ、輝度:高  
(Field Emission Gun) ビーム径:小、超高真空:必



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

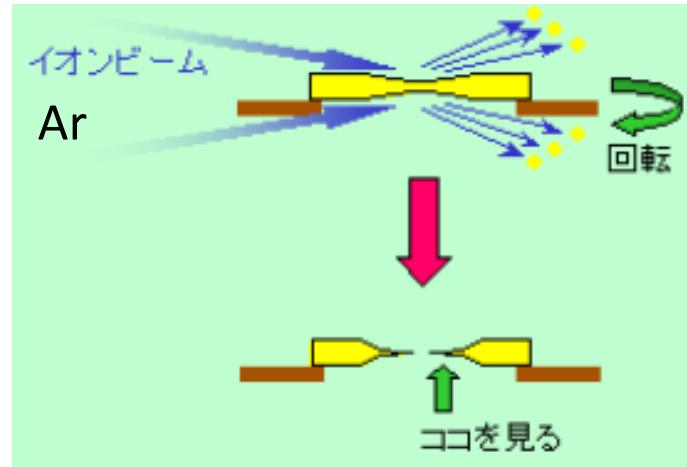
例: ナイタール(5%硝酸)によるフェライト-パーライト組織

SEM: コーティング…絶縁性試料で必要(通常のSEM)

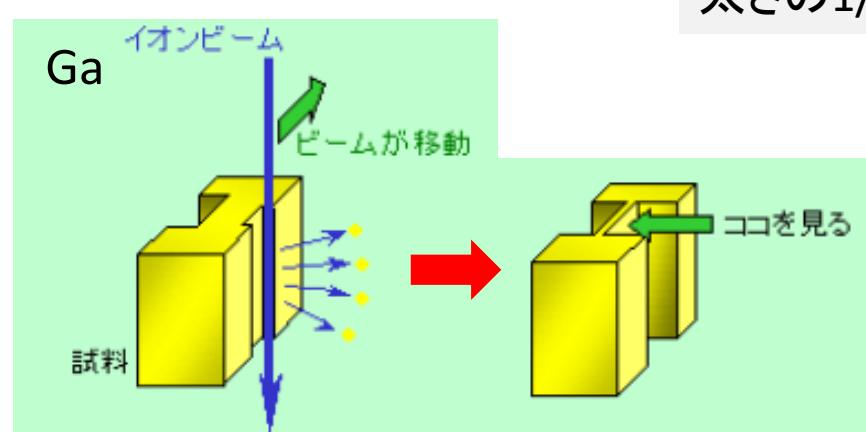
例: カーボン蒸着( $\sim 10\text{nm}$ )による帯電の防止

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)



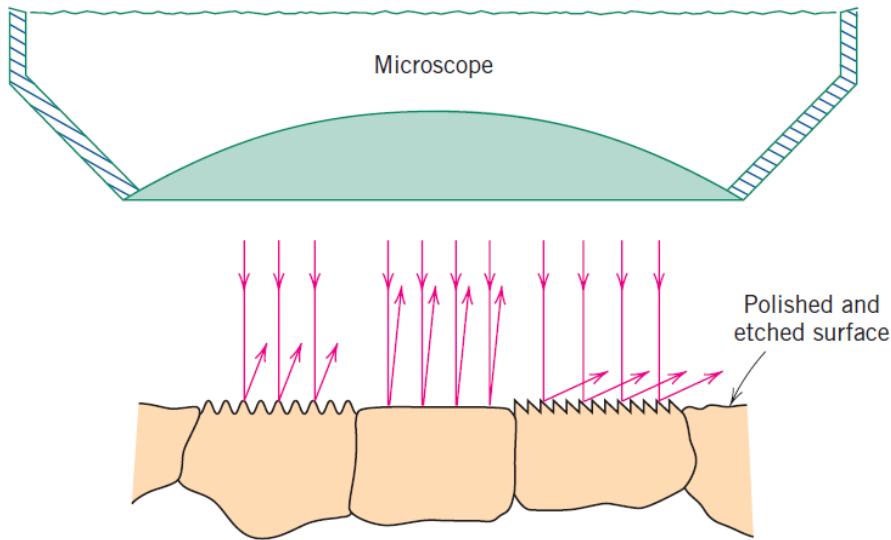
イオンミリング



集束イオンビーム (Focused Ion Beam: FIB)

髪の毛の  
太さの1/100

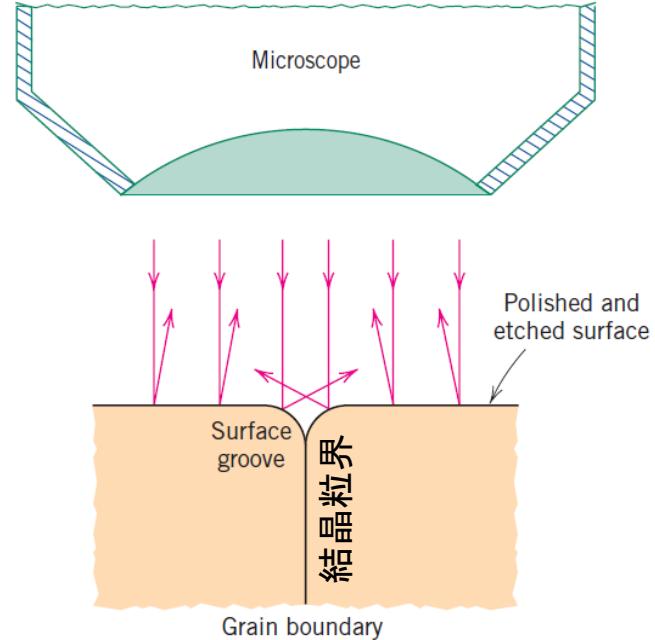
# (例)OM: 鏡面研磨+エッチング



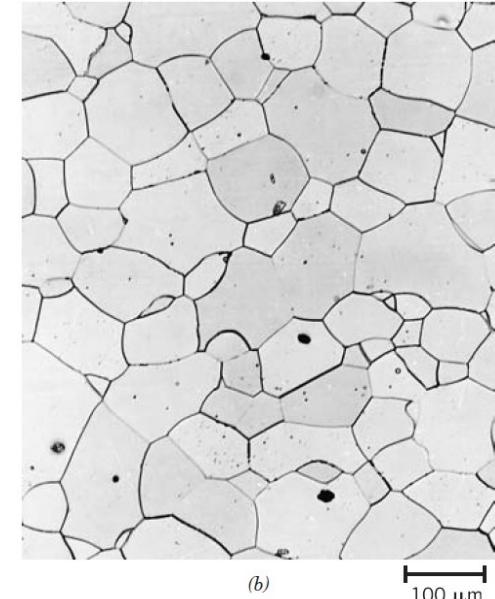
結晶方位  
の違い



多結晶黄銅



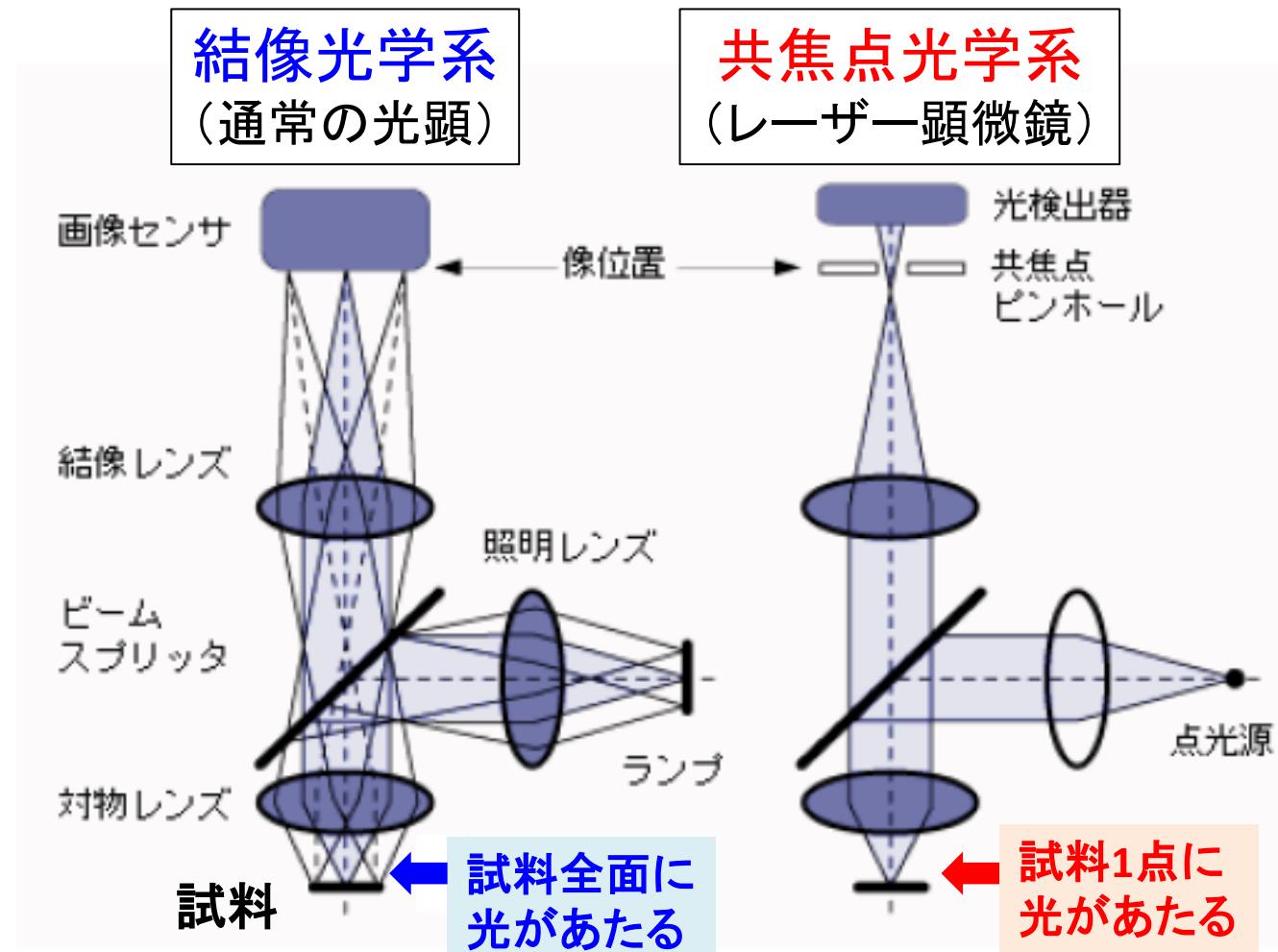
結晶粒界



鉄クロム合金

# ●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



●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