

# 鋳物に活用される分析・評価技術の基礎

開催日：平成28年2月10日(水)

会 場：福岡県工業技術センター機械電子研究所  
北九州市八幡西区則松 3-6-1

主催 公益社団法人 日本鋳造工学会 九州支部

後援 福岡県工業技術センター 機械電子研究所

## 目 次

### 1. 固体発光分光分析の基礎と応用

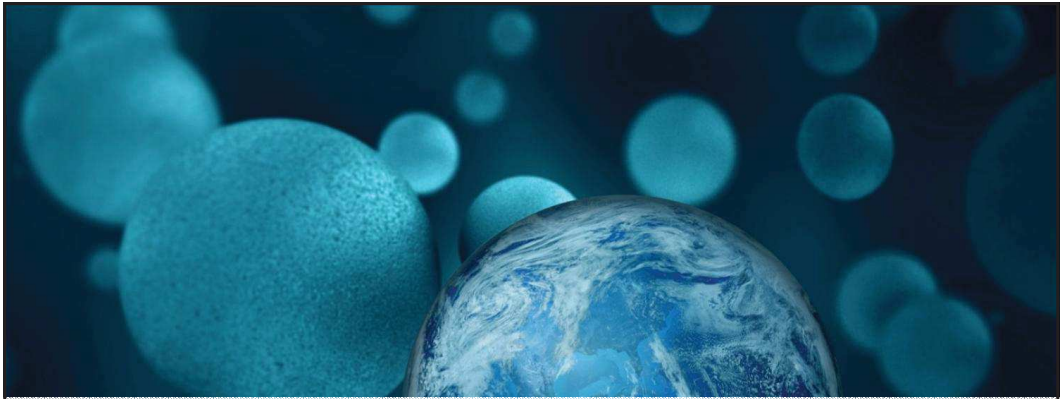
サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社 高橋 郁夫 … 1

### 2. 金属組織観察における光学顕微鏡の基礎と最新の顕微鏡のご紹介

オリンパス株式会社 山本 拓司 … 11

### 3. SEM・EDS／EPMAの基礎技術と応用

元/日立金属株式会社 五十嵐 芳夫 … 29



**ThermoFisher**  
SCIENTIFIC

## 固体発光分光分析の基礎と応用

2016/02/10

ケミカルアナリティカル事業本部

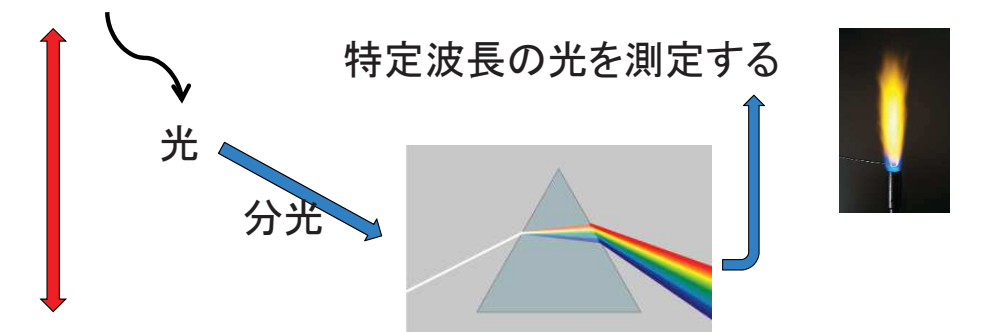
高橋郁夫

Proprietary & Confidential

The world leader in serving science

### 固体発光分光分析とは？

固体(金属) ← エネルギー(スパークやアーク)



ICP-OES

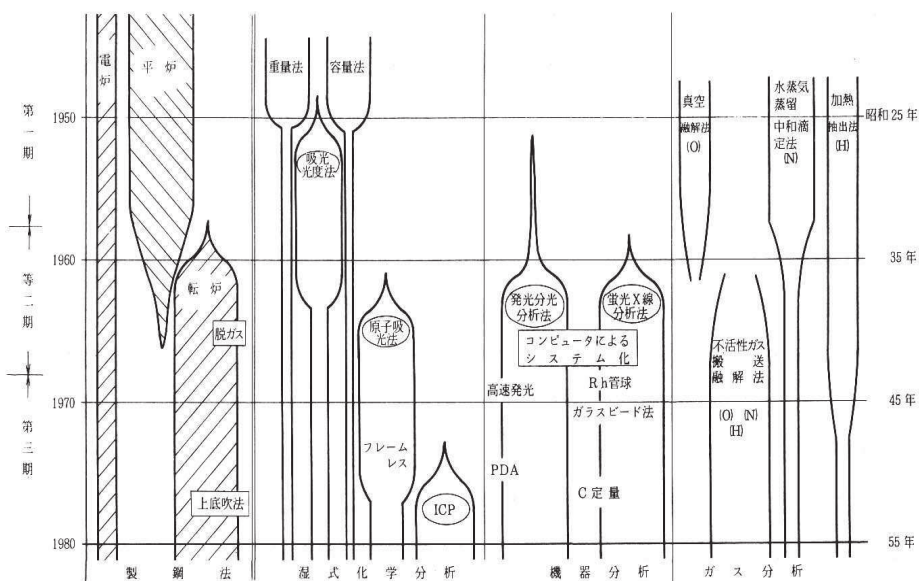
- ・エネルギー源がプラズマ
- ・測定原理は同じ

## 金属製造における分析の目的

- 現場分析 : 操業管理、原材料管理
- 製品分析 : 品質保証、研究開発
- 環境分析 : 環境保全



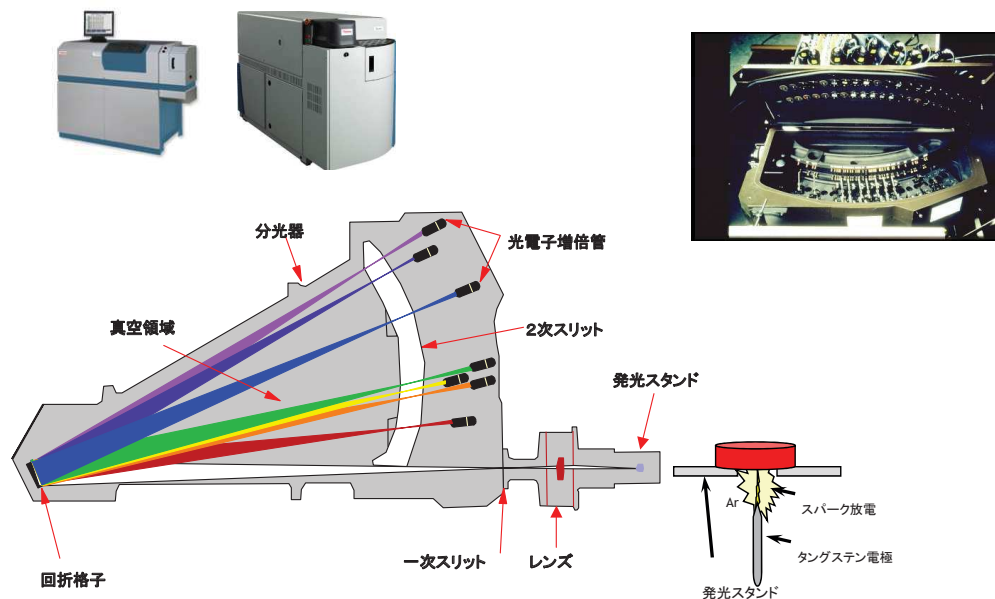
## 分析技術の発展と経緯



## 分析方法と分析所要時間

- ・化学分析(湿式法)  
1回/元素 → 数時間~2日間
- ・燃焼/融解気化分離分析  
1回/元素 → 数分間(C S O N Hのみ)
- ・スパーク放電発光分光分析(カントバック)  
1回/30元素(以上) → 30秒間
- ・高周波誘導結合プラズマ質量分析(ICP-MS)  
1回/30元素(以上) → 1時間(前処理に数時間)
- ・蛍光X線分析  
1回/30元素(以上) → 数分間

## 固体発光分光分析 OES の原理



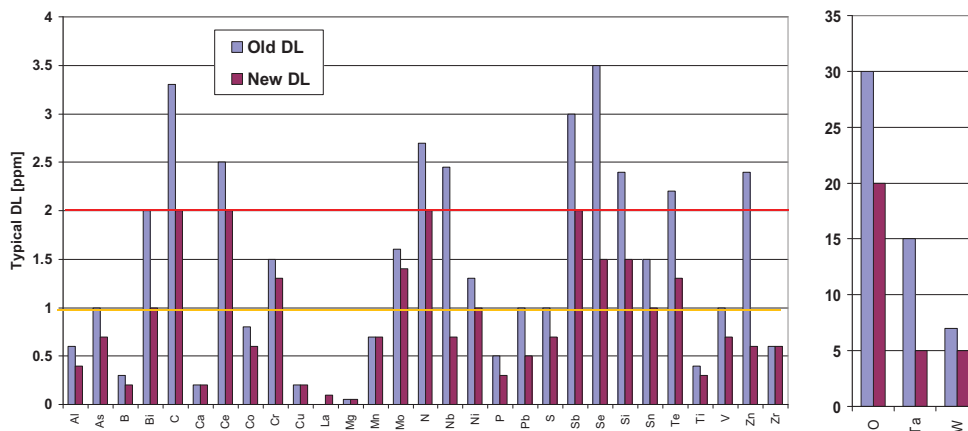
## 固体発光分光分析装置について

- 究極性能を持った固体発光分光分析装置
  - 世界で初めてデジタル化電流制御発光電源を採用
  - 時間分解測光TRS (Time Resolved Spectroscopy)採用
    - 固体発光分光分析で最も高感度で正確度が高い
    - 短時間分析を実現
- 介在物の短時間測定を実現
  - Spark-DAT機能
- 世界中で3000台以上が稼働
  - 主要なマーケットリーダーが採用
    - 製鉄、アルミ2次精錬メーカー



## 鉄鋼中に含まれる微量元素の定量下限値

- > 80% 以上の元素に定量下限値の向上が見られています
  - > 90% elements have DL  $\leq$  2 ppm (exceptions O, Ta, W)
  - > 60% elements have DL  $\leq$  1 ppm



# 金属組織観察における光学顕微鏡の基礎 と最新の顕微鏡のご紹介

2016年2月10日  
オリンパス株式会社  
科学営業企画部アカデミー研修G  
山本 拓司

## 目次

1. 光学顕微鏡の3つの基本機能
2. 覚えておきたい光学顕微鏡の基礎用語
3. 身につけておきたい光学顕微鏡の基本操作
4. 使いこなしたい光学顕微鏡の観察法
5. 金属顕微鏡観察における課題と解決事例
6. 新しい金属顕微鏡のご紹介

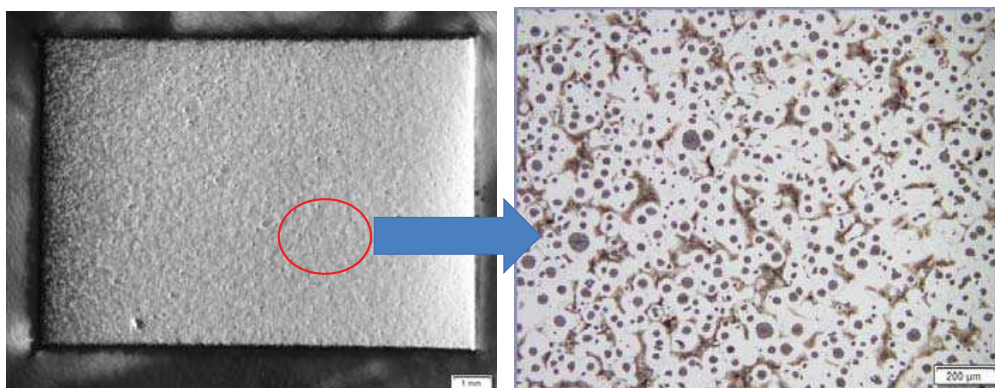
## 1. 光学顕微鏡の3つの基本機能

1. 倍率
2. 分解能
3. コントラスト

### 1-1. 光学顕微鏡の3つの基本機能

#### 1. 倍率

眼の分解能以上に拡大しないと、見ることはできない。



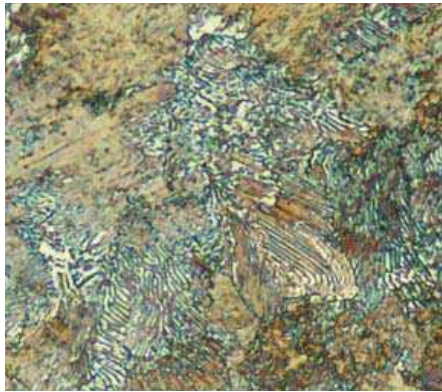
【図1-1】球状黒鉛鑄鉄(FCDエッチング処理後)  
目視で見たイメージ(左)、対物レンズ倍率10X(右)による顕微鏡画像



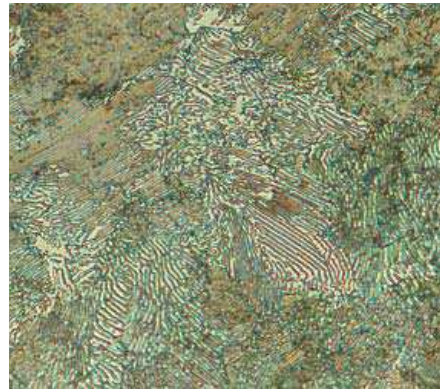
## 1-2. 光学顕微鏡の3つの基本機能

### 2. 分解能

顕微鏡の性能は、試料・サンプルを見やすい大きさに拡大できるだけでなく、標本の細部を正しく見分けることができるかが重要なポイントである。



左: 対物レンズ LMPLFLN50X(開口数0.5)



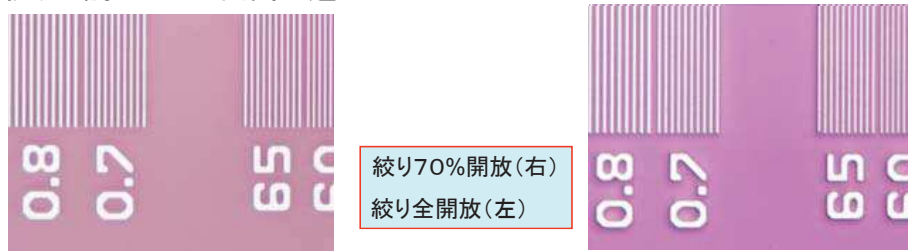
右: 対物レンズ MPLFLN50X(開口数 0.8)

【図1-2】パーライトの顕微鏡画像比較

## 1-3. 光学顕微鏡の3つの基本機能

### 3. コントラスト

絞りの調整による画質の違い



【図1-3】エッチングにより形成したテストパターン 対物レンズ:100X

観察法の違いによる画像の違い



【図1-4】黒心可鍛鑄鉄 対物レンズ:10X

## 2. 覚えておきたい光学顕微鏡の基本用語

### 顕微鏡の主要操作部



【図2-1】倒立型金属顕微鏡GX51の外観

OLYMPUS

## 2-1. 覚えておきたい光学顕微鏡の基本用語

### 1. 対物レンズ

試料(標本)に照明する。  
得られた拡大像を中間像位置に結ぶ。

#### 開口数(NA : Numerical Aperture)

顕微鏡の分解能を決める数値  
開口数が高いほど高分解能

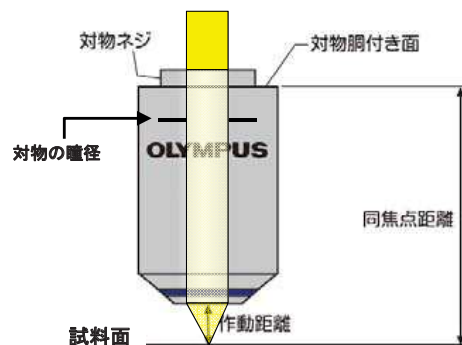
#### 作動距離(WD : Working Distance)

合焦時の試料と対物先端までの距離。  
作動距離が大きいとNAは小さい。

開口数(分解能) と 作動距離(操作性)はトレードオフの関係にある。

#### 瞳(Pupil)

顕微鏡には「瞳」という「すべての光が均一に通過する場所」がある。  
対物レンズを含む主要な光学ユニットには、光の入射する側(光源側)と射出する側(観察側)の2つの瞳がある。



【図2-2】対物レンズに関する基本用語

OLYMPUS

# 「SEM・EDS／EPMAの基礎技術と応用」

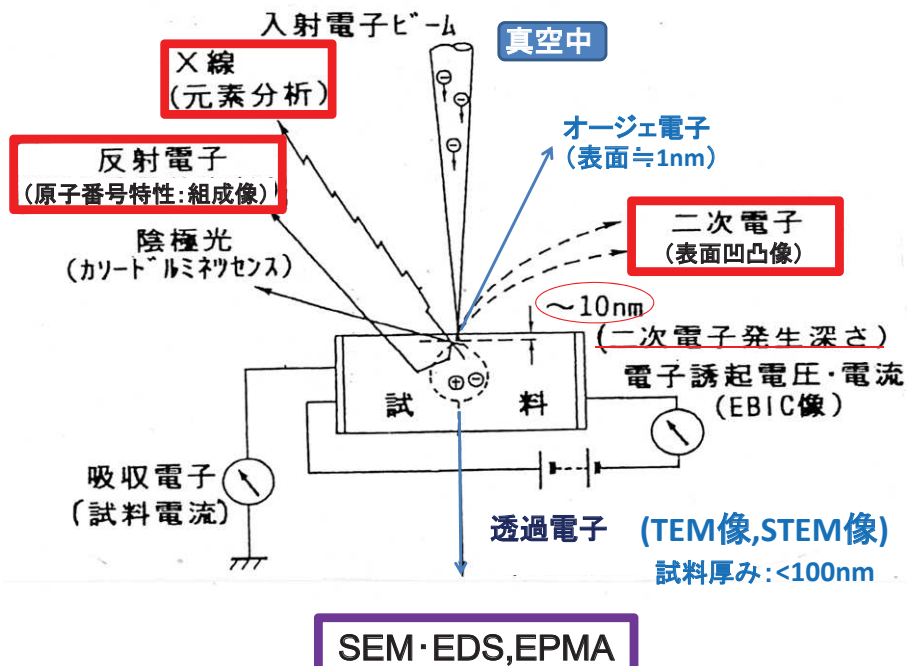
元/日立金属(株) 五十嵐芳夫

## 目次

1. 鑄物の材料解析に使用される分析機器
  - 1.1 測定原理と装置構成
2. 鑄物組織観察・分析するための試料作製技術と活用例
  - 2.1 鏡面研磨法
    - ・アーティファクト(人工産物)
  - 2.2 深腐食法
  - 2.3 断層スライス法
  - 2.4 イオン研磨法
3. 鑄造欠陥等への活用例
4. まとめ

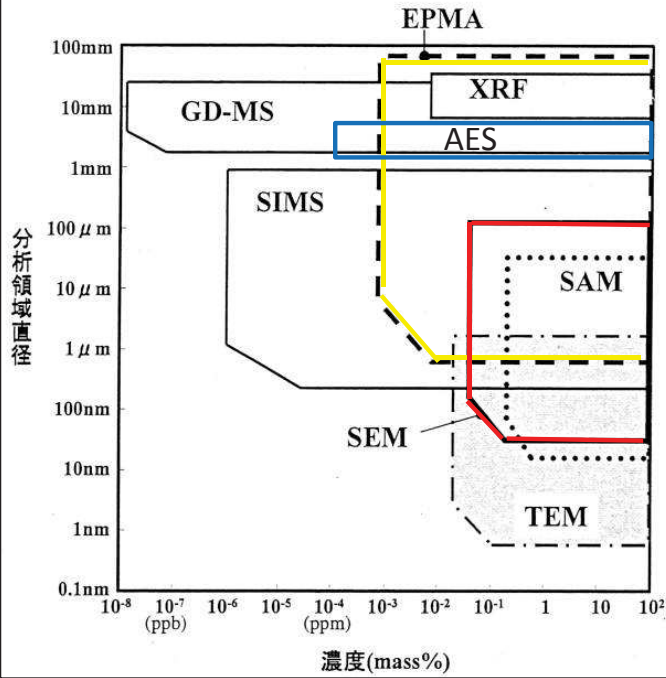
1

## マイクロアナリシス: 入射電子線による試料からの情報



2

# 各種分析機器の分析範囲



SEM : 走査電子顕微鏡

EPMA: 電子線マイクロアナライザ

TEM : 透過型電子顕微鏡

SAM : 走査形オージェ電子分光分析装置

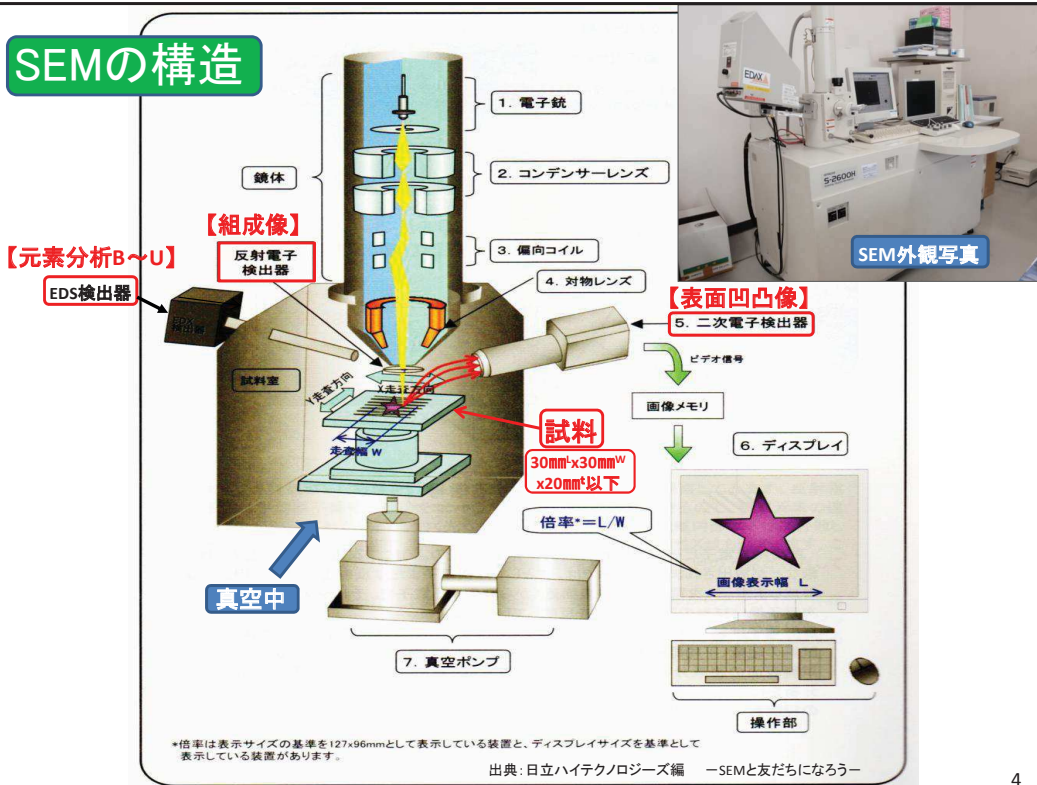
SIMS : 二次イオン質量分析装置

GD-MS: グロー放電質量分析装置

XRF : 蛍光X線分析装置

AES: 固体発光分光分析装置

# SEMの構造



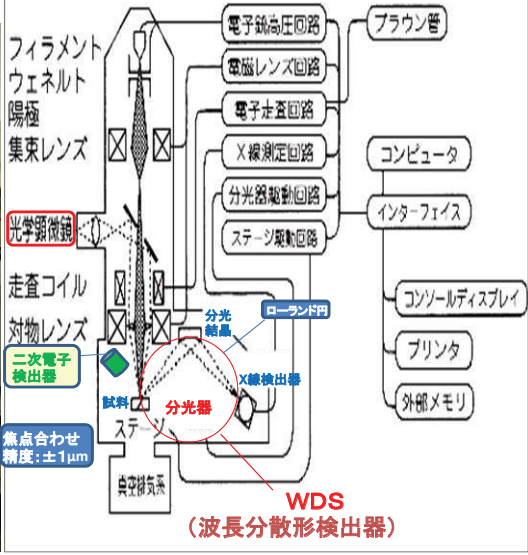
\*倍率は表示サイズの基準を127×96mmとして表示している装置と、ディスプレイサイズを基準として表示している装置があります。

# EPMA(電子線マイクロアナライザー)

装置外観写真



装置構成図



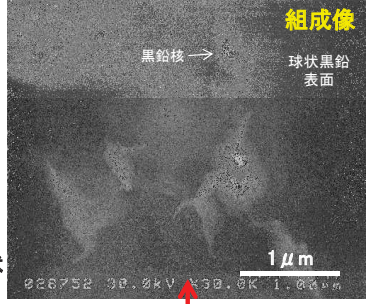
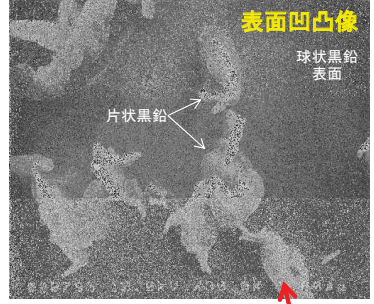
5元素同時分析

WDS:wavelength dispersive X-ray spectrometry 波長分散型X線分光

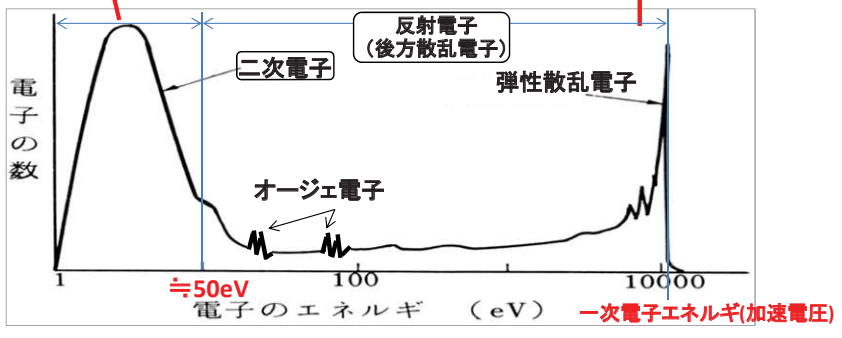
## 選択する電子エネルギーによる像の見え方の違い

<二次電子像:二次電子発生効率>

<反射電子像:原子番号効果>



【同一視野での比較】  
(試料:B含有パーライト地球状黒鉛鑄鉄の黒鉛表面)



試料からの電子とその区分

出典:走査電子顕微鏡  
日本電子顕微鏡学会関東支部編 6

## 試料表面の凹凸(a)と二次電子信号強度(b)との関係およびエッジ効果

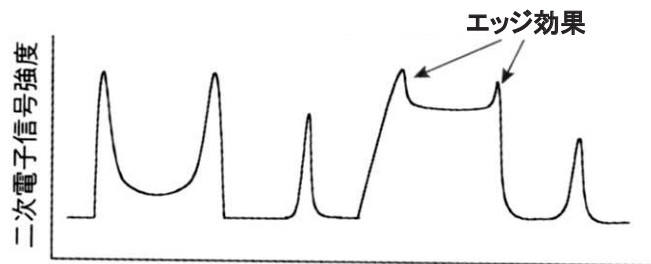
SEM像のコントラスト

試料表面で放出する二次電子(SE)の放出量の違いに起因

(a)

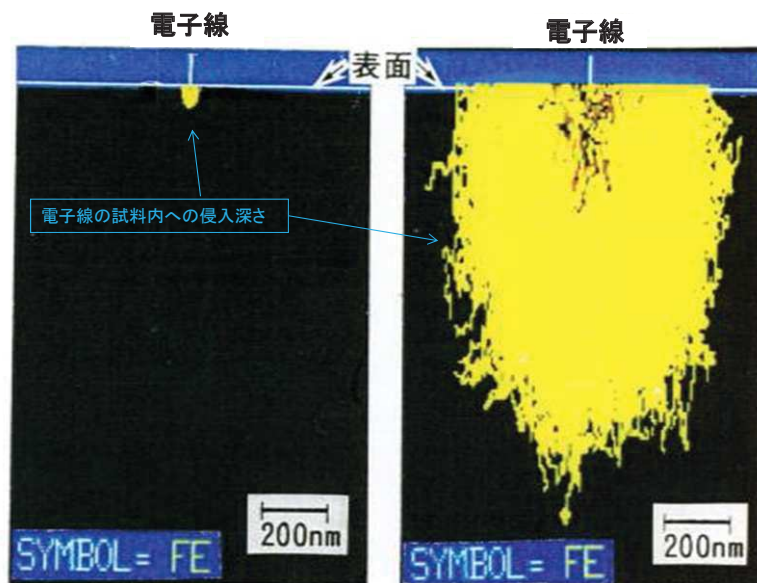


(b)



## 入射電子の試料内部での散乱

—モンテカルロシミュレーション結果 (Fe)—



加速電圧 5kV

加速電圧 20kV