

## 環境制御型走査電子顕微鏡 (ESEM) によるアルミニウム合金の高温挙動観察

アルミニウムは密度が鉄の約1/3であり、近年では輸送機（航空機、船舶、車両）、建築や土木などの分野で、軽量化や燃費向上のための採用が活発に行われている。アルミニウム合金は用途に応じて、種々の元素の添加や調質などにより材質制御を行っているが、高温における相変化などをその場観察により確認した報告例は少なく、これら高温挙動を把握することは、今後の材料開発にとって重要と考えられる。

当社では、ESEM機能を有した電界放出型走査電子顕微鏡 (FE-SEM) を導入しており、加熱ステージを用いた金属材料などの高温挙動観察技術を確認した。

本稿では、本装置を用いてアルミニウム合金の高温挙動観察を行った事例を紹介する。



技術本部  
高砂事業所  
技術室

鈴木 茂之

### B-1 装置仕様

第1表、第2表に装置および観察仕様を示し、写真1に装置外観を示す。ESEMでは試料室内にガス（空気または水蒸気）を導入し、そのガスを試料から発生した二次電子の検出媒体として使用している。このESEM機能の大きな利点として、絶縁物試料の観察が前処理なしで可能であること、および二次電子検出器が光を感知しないため、加熱により試料から発生する可視光線の影響を受けないことから、高温加熱による動的観察が可能といった特徴を有している。一方で、超低真空ゆえ

の欠点として、従来は高温加熱による試料の酸化が問題となっていた。当社では、この酸化防止技術を開発し、加熱ステージ（写真2）を用いた金属材料の高温挙動観察技術を確認した。また、ヒーター温度と試料加熱温度との間には温度差があり、第1図に示す要領で、試料直近の温度を確認しながら高温観察を可能とした。

第1表 装置仕様

項目	内容
装置名	Quanta 200FEG (日本FEI社製)
付属分析装置名	INCA Energy <sup>+</sup> , Oxford Inst.社製 (EDS・WDSコンパインシステム)
電子銃	ショットキー方式電解放出型
SEM/分解能	30kV : 2.0nm, 3kV : 3.5nm
EDS/分解能	137eV
WDS/分解能	20eV

写真1 装置外観



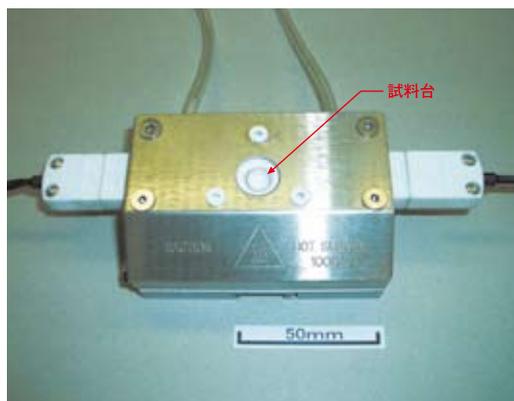
第2表 観察仕様

項目	内容				
観察モード	高真空 (HV) 常温	低真空 (LV) 常温	超低真空 (ESEM) 常温	超低真空 (ESEM) 加熱ステージ (ヒーター温度:30~1000℃) (試料加熱温度:30~約800℃)*	超低真空 (ESEM) 冷却ステージ (室温~-10℃)
観察可能な真空度	高真空のみ	10~200Pa	100~4000Pa	100~600Pa	100~4000Pa
実用観察倍率	×20~×100000	×20~×50000	×200~×20000	×200~×20000	×200~×20000
観察像	二次電子 反射電子	二次電子 反射電子	二次電子	二次電子	二次電子
使用可能な分析装置	EDS WDS	EDS	EDS	使用不可	EDS
最大挿入可能試料寸法	φ80mm×40mm高さ	φ80mm×40mm高さ	φ80mm×40mm高さ	φ5mm×1mm高さ	φ5mm×2mm高さ
観察可能試料範囲	φ50mm	φ50mm	φ50mm	30~400℃ : φ5mm 400~800℃ : φ2mm	φ5mm
その他	—	—	—	昇温速度 : 5~30℃/min 冷却速度 : 制御不可	冷却速度 : 制御不可

\*ヒーター温度と試料加熱温度間の温度差は、試料の状態や試験条件（真空度等）によって変動あり。なお、試料の状態により上記観察条件と異なる場合は、別途ご相談。

写真2 加熱ステージ外観

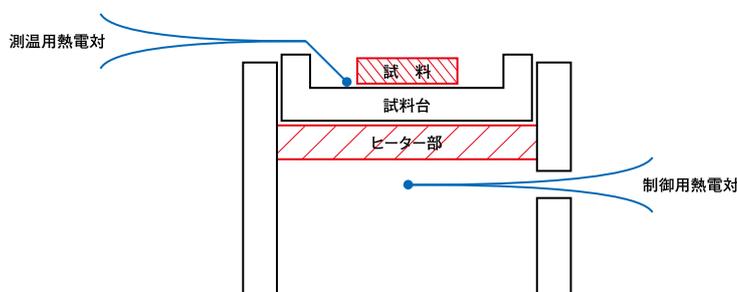
(a) 加熱ステージ本体



(b) 加熱ステージ装着状況



第1図 加熱ステージの構造



## B-2 実施例—切削用アルミニウム合金(2011合金)の高温挙動観察

2011合金は鉛(Pb)やビスマス(Bi)といった低融点金属を添加することにより、切削性を高めたもので、自動車部品や機械部品などに使用されている。この快削性は低融点化合物が切削加工時の発熱により融解し、切粉が脆くなることで、小さな切粉を生成するためと考えられている。そこで、低融点化合物の融解挙動ならびに相変化挙動を確認するため、2011合金の高温挙動観察を行った。

第3表に化学成分を示し、写真3に観察結果を示す。なお、加熱前の段階で析出物のX線マイクロアナライザー(EPMA)分析を行ったところ、第2相粒子としてAl-Cu系化合物(CuAl<sub>2</sub>)、Al-Cu-Fe系化合物およびPb-Bi系化合物が確認され、これらの部位に着目して加熱を開始した。

・加熱開始後、100℃を超えた付近からPb-Bi系化合物の一部が融解し始め、200℃付近で球状化している。Pb-Biの二元系平衡状態図<sup>\*1)</sup>によると、共晶温度が125℃(56.5%Bi)となっていることから、共晶融解し球状化したものと考えられる。

・300℃付近から結晶粒界に化合物が析出し始め、

350℃付近で明瞭に確認される。さらに、この化合物は490℃付近で消失している。これは、300℃付近からAl-Cu系化合物が時効により粒界析出し、その後490℃付近でCuの固溶温度に達して再固溶したものと考えられる。

・510℃付近で結晶粒界状の様相が現れ、その後540℃付近で消失し、Pb-Bi系化合物が溶融粗大化しているのが確認される。これは、510℃付近で結晶粒界から局部融解が始まり、540℃付近ですべてが融解状態に至ったものと考えられる。

上記の結果から、2011合金は100℃以上に加熱されると、Pb-Bi系化合物が共晶融解を起こすことが確認された。これより、この化合物が切削加工時の発熱で融解することにより、本合金の快削性に寄与していることが確認された。

加えて、時効析出や固溶、融解過程をその場観察により確認することができた。実用材料の多くは過飽和固溶体からの時効析出など、準安定状態を活用してその特性がえられており、このような実用材料の相変化挙動に関して新たな知見をえられることが示された。

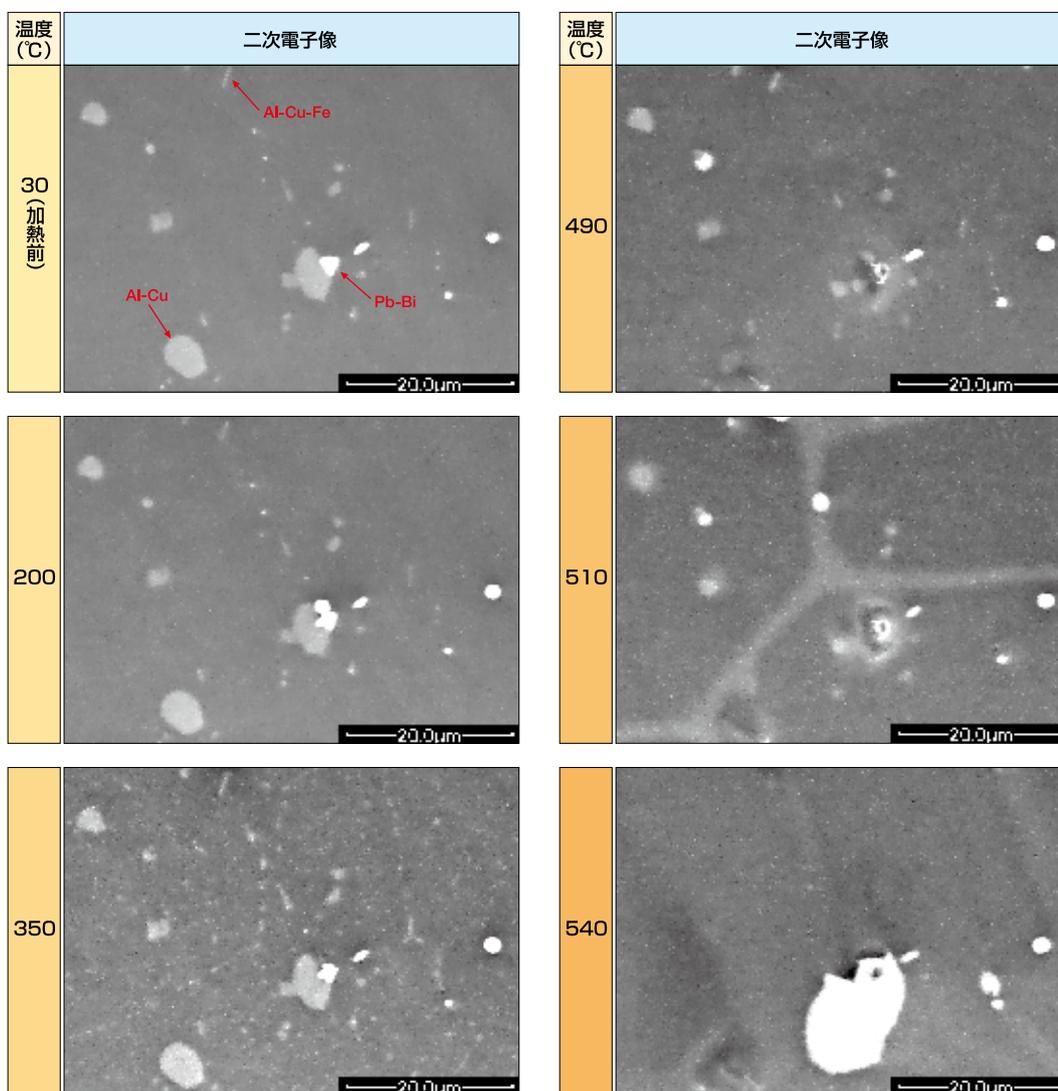
### 参考文献

- \*1)  
日本金属学会編：  
金属データブック，改訂  
2版(1984.1)，P.444，  
丸善

第3表 2011合金の化学成分値 (mass%)

成分	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Pb	Bi	Ti	その他(合計)	Al
ミルシート値	0.16	0.25	5.43	0.01	0.01	0.02	0.59	0.57	0.05	0.07	残

写真3 2011合金の高温挙動観察結果



【観察条件】  
 ・加速電圧：20kV  
 ・真空度：2Torr (266Pa)  
 ・ヒーター昇温速度：10°C/min

本稿では、アルミニウム合金に着目して、高温における低融点化合物の融解挙動や相変化のその場観察事例を紹介した。高温観察中の観察画像については、数秒ごとに撮影しており、動画として編集ができることから、挙動変化をより理解しやすいものとなっている。

本装置を用いることにより、金属材料の析出、固溶および融解といった挙動のその場観察を可能としたことから、はんだなどの他の材料においても、融解挙動など材料開発に積極的にご利用いただければ幸いである。