

EPMAを利用して

工学部 機械工学科 塚 崎 重多郎

はじめに、突然の原稿執筆の依頼で戸惑いを感じております。私自身何も書く内容を見つけないのですが、EPMA関係の利用者として、今までの実験研究とEPMAを利用して得られた若干の成果について書き連ねることで、この貴重なページをうめることをお許しいただきたいと思っております。

私が最初にEPMA(X線マイクロアナライザ)の存在を知ったのは、Fe系焼結金属に関する実験を始めてまもなくの頃でした。当時埼玉大学にはEPMAが設置されておらず、与野市の三菱金属工業の中央研究所にある(明石製作所製TRA25型)と聞き、分析試料と手土産のみかん箱一つを抱えて分析をしてもらいに行きました。

当時の機械工学科には、金属顕微鏡と透過型電子顕微鏡(スーパースコープ)しか設置されておらず、金属組織の観察といえば、研磨、エッチングあるいはレプリカ膜の作製と蒸着を行うものと決まっておりました。私の対象としていた試料は焼結金属であるために、経験の浅い私にとってはかなりの難しい技術であり失敗の連続でした。

しかしEPMAを使用するにあたっては、試料に対してほとんど何の処理も施す必要もなく試料がそのままの状態ですべて観察、成分分析が簡単にできることに感動したことを覚えています。

しかし、焼結金属を扱っておりますと、金属粉末同士の焼結の機構、焼結体としての機械的性質あるいは応用面での開発などに関連して、例えば異種金属間での拡散の状態を観察したり、特殊な金属粉末の添加による組織の変化と、摩擦、摩耗をはじめとした各種特性への影響についても解明する必要性から、是非とも身近にこの種の分析機器を置き、自分の目で直接観察することが必要であると痛切に感じておりました。

1973年頃と思っておりますが、応用化学科の三田村先

生をはじめ、工学部および理学部の諸先生方の御努力により、EPMAの導入計画が立案され、若輩ながら私もその委員会に参加させていただきました。予備知識など全く無かった私にとり、電子線を用いた分析法、あるいはX線分析、解析法などに関して非常に勉強になりました。

その後、現在のEPMAが設置され、自分で操作でき、必要な時に、必要なだけ観察、分析できることとなりました。実験研究においても満足できる計画と時間的な余裕が生まれ、試料ができて上がるのを待つようにして、一日中暗い部屋の中でEPMAと対話して過ごすことが楽しみでもありました。

実験、研究の面では、Al系の焼結金属に挑戦するため、その焼結機構を知る必要から、最初は図1に示したようなモデル実験を行い、焼結温度と時間を変化させて得られた試料のEPMAでの観察によって、異種金属間での接触境界面における相互拡散の結果生じたKirkendall効果をも自分の目で明瞭に確認することができました。これらの成果から、今まで困難とされてきたAl粉末をベースとし、Cuあるいはその他金属あるいは非金属成分を添加して得られる焼結金属を製作することが可能となり実用化できることが解りました。また、その後実験、研究は、Al系焼結金属の応用面から、含油軸受(潤滑油を浸し込

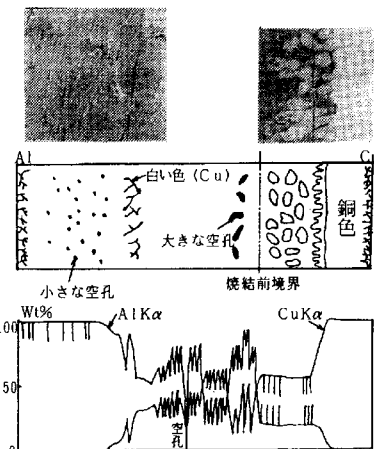


図1 モデル実験(Al-Cu)

せた軸受)あるいは摩擦材としての利用から各種のすべり摩擦の実験を通して、摩擦力、接触抵抗、摩耗量等の測定と、EPMAを用いた摩擦面および摩耗粉の観察と分析とを中心に行いました。

なかでも摩耗粉の観察と分析をすることが難しく、摩擦板に付着している摩耗粉(直径250mmの円板上に大きくてもおよそ数十 μm 程度の大きさのものが数個ほどある)を回収することの難しさと、また加えてEPMAで観察するために導電性接着剤を塗布した試料を試料台に固定する際に何度となく失敗を重ねてしまい、せっかく見つけ出した摩耗粉が全く観察できなくなってしまうことの方が多かったのですが、接着剤の厚さ、接着時間、乗せ方などを工夫してようやく観察することに成功しました。

図2に酸化性雰囲気と不活性雰囲気中における摩擦実験の際に生じた摩耗粉をEPMAで観察した最も典型的な例も示しました。特に酸化性雰囲気中で生じた摩耗粉の組織は、一般に生じる摩耗粉と相違しており、薄い鱗片状の摩耗粉が何層にも積み重なったもので、分析の結果から焼結金属の母材であるAlと摩擦円板の母材であるFe成分とが



図2(a) 摩耗粉(O_2 中)



図2(b) 摩耗粉(Ar中)

層ごとに交互に積層、形成されていることが明らかとなり、焼結金属の特性とも関係して大変興味ある結果が得られました。

また図3に示したEPMAでの焼結試料の表面観察による摩擦面の亀裂は、観察中に連続して何度も試料に電子線を照射した結果得られたもので、摩擦

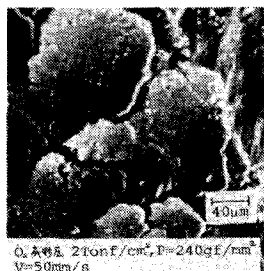


図3 摩擦面の亀裂

面に付着している摩耗粉に徐々に微細な亀裂が発生し、やがて鱗片状に薄く剥離することから、電子線の影響により新たな結果を見いだすことも解りました。



図4 摩擦面の塑性流動

図4は摩擦面内部の状態を観察したもので、表面で生じた摩擦力に起因して材料の表面直下のすべり方向

に塑性流動が生じたものです。また図4で得られた摩擦面直下での材料の塑性流動は、球を用いた直動ころがり軸受の疲労寿命に関する実験を行った際にも同様に観察され、さらにころがり疲労剥離の発生が表面内部から生じることもEPMAで観察することができました。

異質な実験としては、人工爪の開発との関係で人の爪の強度測定と、EPMAによる観察を行いました。皮膚疾患、凍傷等で損失した病的爪を観察するにあたり、試料の表面に若干厚めのAlを真空蒸着することによって、電子線による観察中の試料の損傷を最小限にとどめることによって何とか観察することができました。

図5に炭素繊維を炭素で固めた複合材料(C/Cコンポジット)の摩擦実験において、摩擦力とX線で測定した摩耗量との関係を、荷重とすべり速度をパラメーターとして示しました。これらの測定結果からも今後非常に幅広い分野での応用開発が期待される材料であると考えられます。

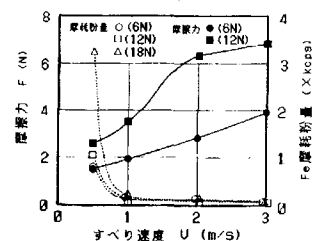


図5 摩擦力、摩耗粉量

現在実験、研究は主として焼結金属をベースとした複合材料の開発と、その特性に関するもの、また金属繊維を摩擦材料として適用した場合の特性について行っています。これからもEPMAには大いに活躍してほしいと思うと同時に、一人でも多くの研究者がこれらの分析機器をお使いになることをお勧めいたします。