

欠陥性状分析による金属材料評価システムの構築

井上 裕之*¹ 常木 裕己*² 原口 靖史*¹ 地形 祐司*¹
澁谷 康彦*³ 小林 茂*⁴ 大川 薫*³

Construction of Metallic Material Evaluation System by Defect Properties Analysis

INOUE Hiroyuki*¹, TSUNEGI Hiromi*², HARAGUCHI Yasushi*¹, JIGATA Yuji*¹
SHIBUYA Yasuhiko*³, KOBAYASHI Shigeru*⁴, OKAWA Kaoru*³

抄録

センターでは企業から事故・不良物件の原因究明に関する依頼試験を多数受けているが、これらの分析及び解析は経験豊富な個人に依存していることが多い。そのため分析前にその欠陥性状を目視等で観察することにより効率的な分析手法を選択でき、分析後、その事故・不良要因、解決法の絞り込みを行える検索システムを構築した。これにより、迅速かつ信頼性の高い解析が行うことが可能となった。

キーワード：欠陥性状，データベース，検索システム，解析事例

1 はじめに

現在センターに企業から依頼されている試験は、半数以上の案件が破損、腐食などによる事故・不良物件の原因究明に関する試験である。そのため迅速な分析手法の選定が要求され、またその結果から事故要因、解決方法等の見解を求められることが多々ある。しかしながら、これらの分析、解析及び見解などは経験豊富な個人に依存することが多い。

このことから本研究では事故・不良物件などの解析事例をデータベース化し、過去の事例を調べることにより分析前の手法の検討をシステム化し、迅速な分析を行えるようにする。また、分析後の解析においても、高度で信頼性の高い要因解

析、解決法の絞り込みを行えるようにする。これにより、企業への技術支援力を高め、企業の製品開発能力の向上や事故による損失を最小限にとどめることを、目的としている。

ここでは、企業からの依頼の多い機械金属系を主とする欠陥性状により解析事例を検索できるシステムの構築と基準となるデータの収集を行い、金属材料評価システムの検証を行った。

2 システムの設計及び内容

2.1 システムの概要

当センターの解析事例を保存・検索・活用するためのシステムを Microsoft Access を用いて作成した。ただし、解析事例の詳細は汎用性を考え、Microsoft Word (以下『Word』という。)を用いた。さらにセキュリティを考え、Word データ内にはそのデータがどこの企業のものか特定するような法人・個人データは記入しないこととし、また、システムについてもパスワードを知らない人

*¹ 材料技術部

*² 技術支援室(現 材料技術部)

*³ 生産技術部

*⁴ 技術支援室



図1 システムの画面の例

図上は検索画面の例、図下は解析データ画面の例を示す。

間は職員であっても企業名等が分からないような仕組みとした。

システムは主に図1に示すように検索画面と分析データ画面から構成されている。参考にしたい過去の解析事例を検索し、その詳細が記されているWordファイルにリンクさせる方式とした。

2.2 解析データ内容

内容は分析前及び分析後に参考とするための検索項目を検討、設定した。その結果、基本的な項目は図1の下画面のように定めた。

検索項目の中で、分類は過去の相談内容から「腐食」、「破壊」、「鋳物」及び「その他」とした。ここで鋳物は鋳造欠陥を示し、その他は塗装等の表面欠陥や基板等のボンディング不良等を示している。また、腐食及び破壊は分析前の目視観察で事例が調べられるように、腐食は色により、破壊は形状によりさらに分類することとした。腐食の色は鉄などの腐食の色である「赤」及び「黒」、銅・ニッケルなどの「緑」、亜鉛・アルミニウムな

どの「白」とし¹⁾、破壊の形状は「丸棒状」及び「角柱状」とした。

実施試験は分析で使用した機器を選択式で選ぶようにした。機器は不良品分析でよく使用する光学顕微鏡(OM)、電子顕微鏡(SEM)、X線マイクロアナライザ(EPMA)、機械的性質試験(MP)、成分分析試験とし、前述に当てはまらない試験を行った場合に備えてその他を付け加えた。

キーワードはその分析データ結果から導き出されたキーワードを記すもので、例えば破壊解析において破壊原因などを一言(疲労破壊、応力腐食破壊など)で表すこととした。

3 解析事例サンプル

以下に解析事例のサンプルを示す。ただし、本サンプルは当センターでの研究を進めている試験体のため、材質、製造方法等の詳細は割愛することとする。なお、分析には電子顕微鏡(以下「SEM」という。)X線マイクロアナライザ(以下「EPMA」という。)及び光電子分光装置(以下「XPS」という。なお、システムでの分類は「その他」となる。)を用いた。

3.1 分析試料

提供された分析サンプルは、図2に示すようなガラス表面に金属(A, B, C)を積層して作製した薄膜である。ここでは設定した薄膜と比較を行うため作製した薄膜の分析を行った。

分析はSEM及びEPMAにおいては膜の断面方向から、また、XPSにおいては膜の表面方向から行った。

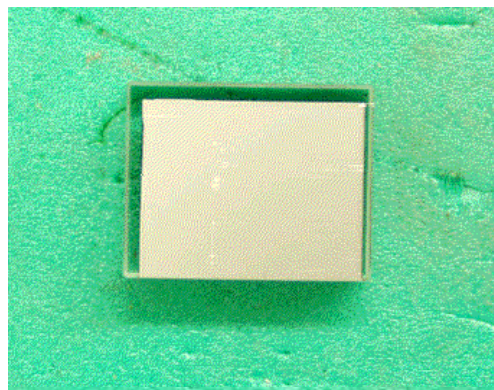


図2 分析サンプル

3.2 SEM観察

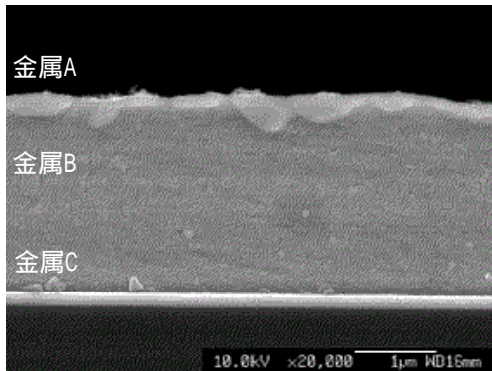


図3 薄膜断面のSEM写真

撮影倍率は20,000倍である。金属 A と思われる最表層は粒状となっている。

薄膜の断面 SEM 写真を図3に示す。観察したところ、各金属層の厚さは計画どおりの膜厚に近かった。しかし、最表層の金属 A は緻密な膜が形成されているというより粒状の大きな結晶が観察され、その間に金属 A と状態の異なる部分が表面に露出していた。

3.3 EPMA分析

次に EPMA で断面部(20,000倍)の各金属成分のマッピングを行った。そのマッピング結果を

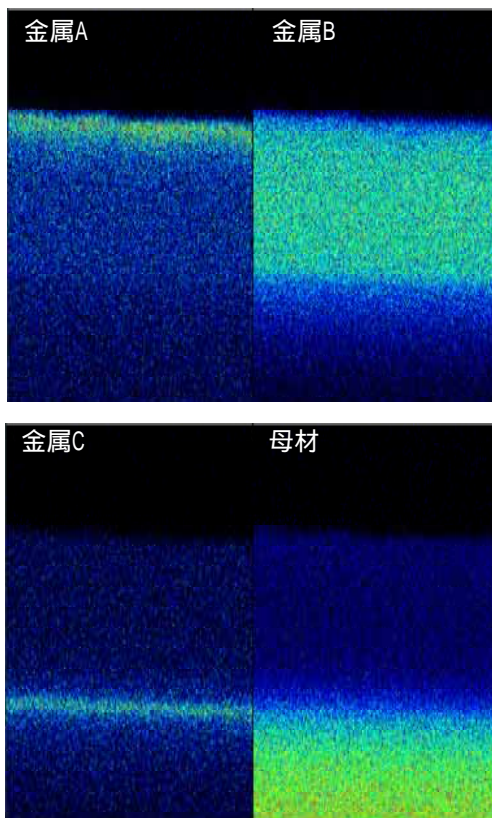


図4 EPMAによる断面マッピング結果

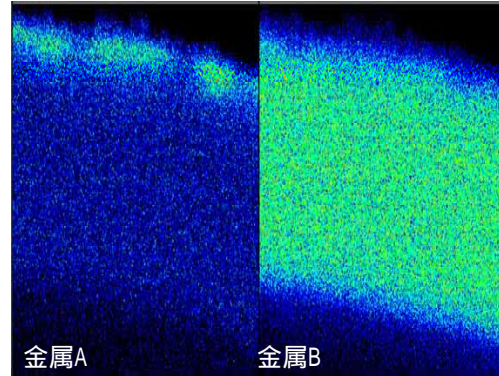


図5 EPMA断面マッピング結果(高倍率)

図4に示す。

各金属はそれぞれ層状に分布しているような結果となった。ここでは SEM で粒状になっていた部分をさらに倍率を上げ、観察することとした。その結果を図5に示す。この結果から、金属 A において低倍率では観察されなかった金属 A の信号が一部抜けているところを確認した。これは SEM 写真で観察された結晶粒の間の部分に相当すると思われる、金属 B もしくは金属 A と金属 B の合金が露出しているのではないかと推定される。しかし、EPMA の分析分解能の限界に近く、これ以上の断面での評価は困難である。そのため表面より XPS を用い、分析を行った。

3.4 XPS分析

図6に金属 A 及び金属 B のナローズペクトルを示す。作製計画では最表層は金属 A のみになっているはずであるが、分析の結果、表面からは金属 A、金属 B 及び酸素が検出された。さらに、金属 B は酸化物とメタルの状態となっていることが確認できた²⁾。従って、前述した SEM 観察及び EPMA 分析の結果から、表面に金属 B の一部が露出していると推定される。また、金属 B は酸化されやすい金属のため、露出した金属 B の酸化物が存在すると思われる。また、表面に存在する金属 A、金属 B 及び金属 B 酸化物のうち、9割を酸化物が占めていた。

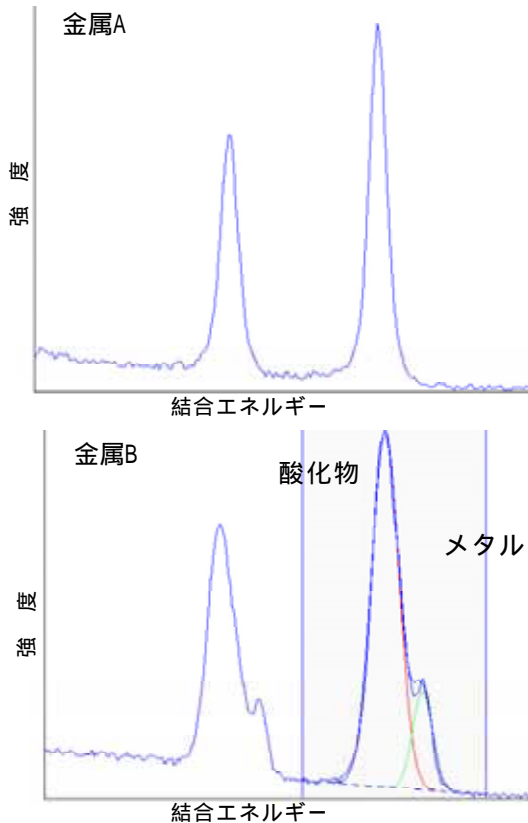


図6 表面のXPS分析結果

さらに、深さ方向分析を行った結果を図7に示す。この結果から、最表面層の金属Bは深さが増しても減少はするものなくなることはない。結果ではあたかも最表面層に金属A及び金属Bが混在しているように見える。しかし、その他の分析結果を考慮すると、金属Aが結晶となっていて、その結晶間に金属Bが存在するために上記のような結果になっていると考えられる。

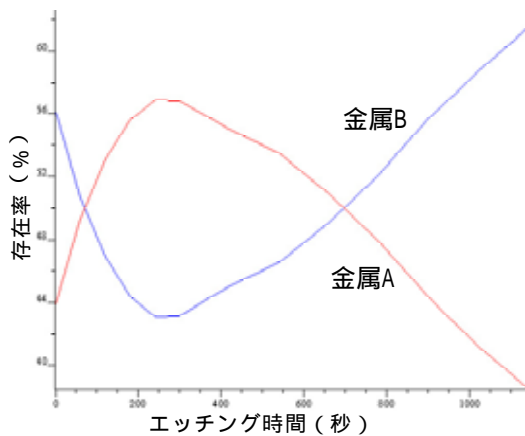


図7 深さ方向のスペクトル変化

横軸エッチング時間は深さ方向を表している。横軸0の位置が表面となり、数値が大きくなればなるほど深さも深くなる。

3.5 解析

以上の分析結果から、次のことが推定される。

- (1) 成膜後の金属B表面が荒れていたために、金属Aが均一にならなかった。
- (2) 成膜中に金属Aが金属Bへ拡散した。
- (3) 金属Aが不均一に成膜された。
- (4) 薄膜作製装置内部が金属Bにより汚染されたため、成膜後、表面に金属Bの酸化物、または金属Aと金属Bの合金を生成した。

よってキーワードとして「拡散膜」、「汚染」、「酸化物」が挙げられる。

4 まとめ

本システムの構築により、簡易な目視観察から過去の事例を検索できるため、迅速かつ効率的な分析手法を速やかに見つけることが可能となった。また得られた分析データからキーワード等を用い検索することにより、その事故・不良要因、解決法の絞り込みを行うことができ、信頼性の高い解析が行うことが可能となった。本年度、データ集積を始めて1年間で約50件のデータを集積した。今後、さらにデータを集積することによって、より正確で、汎用性が高く、さらに解析しやすいシステムとしていき、これによりセンターの企業支援力を高め、県内企業のさらなるサポートに努める予定である。

参考文献

- 1) 増子昇：さびのおはなし，日本規格協会，(1990)45
- 2) X線光電子分析 ESCA スペクトル集，島津製作所応用技術部分析センター