

銅系金属の試料作製方法

はじめに

銅

元素記号: Cu
 原子番号: 29
 密度: 9.0
 モル質量: 65.3 g.mol⁻¹
 融点: 1085 °C

銅とは?

- 銅は、他の元素と結合した岩石（酸化銅や硫化銅）の形で発見されることが多い金属です
- 多段階の冶金製錬により、純銅を生産します (Fig. 1)
- 低合金銅も存在します。(4~5%の合金添加)
- 銅は延性材料です。銅は電気や熱の伝導性に優れています。

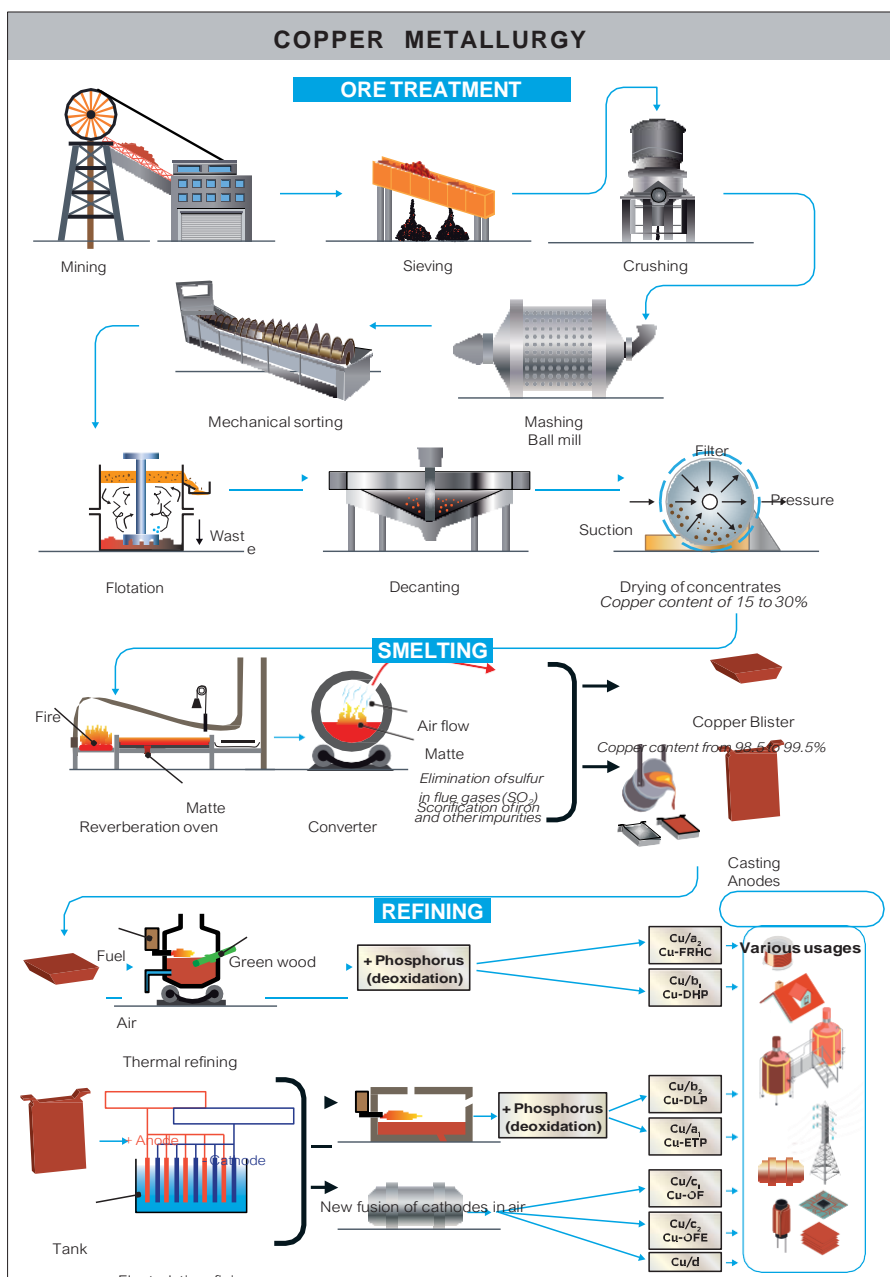
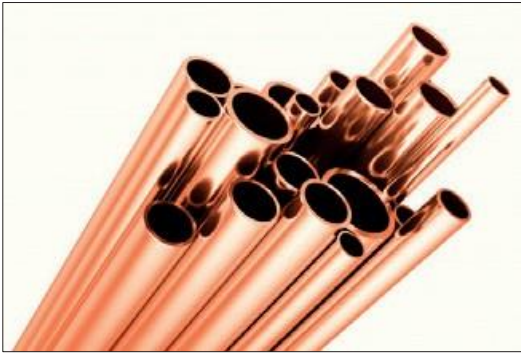


Fig. 1: Obtaining copper

パイプ、電線、プリント回路、電子部品、キッチン用品、熱交換器以外にも、その応用分野は多岐にわたります。



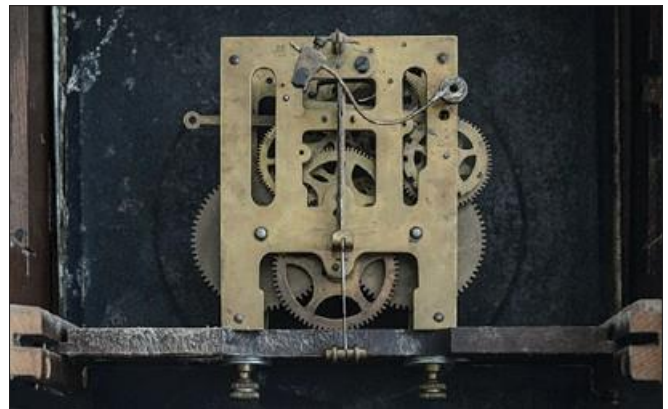
MAIN COPPER ALLOYS

黄銅

黄銅は、銅と亜鉛の合金で、その割合は 5～40% です。亜鉛の添加により、この合金はより強固になり、機械加工が容易になります。この合金は、ねじ切り産業、宝石や時計の部品製造などに使用されます。

青銅

青銅は銅と錫の合金です。錫の含有率は、製造工程によって 20%程度になることもあります。また、切削性を向上させる鉛や機械的特性を向上させるリンなどの添加元素が含まれることもあります。青銅は銅単体よりも抵抗が大きいため、摩擦材として使用することができます。



金相試料作製

検査面を得るためには、一連の作業が必要です。作業はどの作業も重要です。試料作製作業は、以下の順序で行われます。

- 必要に応じて検査する試料を切り出す（「切断」）
- 必要な場合は、採取した試料の形状を標準化する（「埋込」）。
- 試料の表面状態を改善する（「研磨」）。
- 試料の特性評価：必要に応じて「金相エッチング」と呼ばれるエッチング試薬、及び光学顕微鏡観察、電子顕微鏡によって、試料の微細構造を明らかにする。

⇒上記の各ステップを厳格に実行しない限り、次のステップに移ることはできません。

切断

切断の目的は銅の物理化学的特性を変えずに、検査に適した表面を得るために、試料の正確な部分を採取することです。

切断では材料の劣化の原因になるような過熱や変形を避けることが重要です。切断は試料作製と検鏡を進める上で基本的なステップです。

プレシ社は中型から大型の切断機、拙密切断機まで幅広く取り揃えています。切断精度、寸法、切断数などのあらゆるニーズに対応します：



Fig 2: MECATOME T202




Fig 3: MECATOME T330

このシリーズの切断機は、それぞれカスタマイズされた消耗品やアクセサリを備えています。そのためクランプシステムと消耗品の選択は試料作製を成功させるための重要な要素です。
⇒クランプ、つまり試料の保持が不可欠です。試料が適切に保持されていないと、切断砥石、試料、切断機に悪影響を及ぼす可能性があります。

消耗品

すべての切断機は試料に焼きを入れないように切断するために、水と防錆剤の混合液からなる潤滑/冷却液を使用します。又、この潤滑/冷却液は試料と機械を腐食から保護します。

	
	銅、黄銅、 青銅
精密切断	MNF UTW S (Ø180mm)
中型切断	MNF
大容量切断	MNF

⇒ 切断砥石の種類は試料に与えるダメージや切断砥石の過度の摩耗、或いは砥石の破損を避けるために適切なものを選定しなければなりません。試料の材質、硬さ、脆性、延性によって切断砥石の選択が決まります。

Table 1: Choosing the right cut-off wheel type

埋込

試料は、形状が複雑、壊れやすい、小さいなどの理由で、取り扱いが難しい場合があります。埋込みは試料の形状や寸法を標準化することで、取り扱いを容易にします。

⇒埋込みの品質が良いことは、壊れやすい試料を保護するため、又、埋込後の良好な研磨の仕上がりと分析結果を得るために不可欠です。

埋め込む前に試料を粗い番手の研磨紙でバリ取りを行って、切断時に生じたバリを除去する。
又、エタノールによる洗浄（超音波洗浄機で行うとより効果的です）も可能です。これにより、樹脂が試料にできるだけ密着するようになり、収縮（樹脂と試料の間の隙間）の発生も抑えることができます。

収縮は、研磨時に問題の原因になることがあります。砥粒、研磨屑が樹脂と試料との隙間に入り込んでしまうため、研磨面を汚染することがあります。この場合、各工程の間に超音波洗浄機による洗浄を行うことが推奨されます。

埋込み方法は2種類あります：

- 断面検査や硬さ試験の試料を作製するために金相研磨を行う場合は、加熱加圧埋込を推奨します。加熱加圧埋込には、埋込機が必要です。



Fig 4: MECAPRESS 3

加熱加圧埋込に必要な機械は「メカプレス3」です：

自動埋込機

- 操作性：メモリー機能、埋込条件の設定・変更、成形時間など、高精度な埋込機です。

- 試料埋込機にはφ25.4～φ50mmまでの6種類のモールド径があります。

+ ポイント

このプロセスの最大の利点は、完全に平行な面を得ることができることです。

常温硬化埋込が推奨される場合：

- 検査する試料が壊れやすく、圧力で変形する場合。
- ハニカム構造など複雑な形状をしている場合。
- 多数の試料を厳密に整列させて埋め込む場合。

The cold process can be used with:



Fig 5: Pressurized mounting device

+ ポイント

収縮率の抑制、透明性の向上、樹脂含浸の容易化により、埋込品質を大幅に向上させます。



Fig 6: Vacuum mounting device:
POLYVAC

+ ポイント

エポキシ樹脂を多孔質試料に真空含浸させる装置です。

常温硬化樹脂は液体樹脂のメニスカスにより、必ずしも平坦な成形"面"を提供するわけではありません。研磨作業の前に、研磨紙で面取り研磨を行います。面取り研磨によって成型試料の底面と上面が平行になることが重要です。

ユーザーのニーズに応えるため、プレシ社は寸法、形状、材質など多種多様な埋込成型型を提供しています：

常温硬化埋込では、直径 20~50mm の様々な成型型があります。KM2.0、シリコンラバーモールド、テフロンモールド、ポリエチレンモールドなどの最適化された成型型です。又、常温硬化埋込は柔軟性があります。四角い埋込みのニーズに対応した長方形の成型型もあります。

		埋込樹脂
		銅 黄銅 青銅
加熱加圧埋込		フェノリック、アクリック
常温硬化埋込		KM-U

Table 2: Choosing the right mounting resin type

研磨

試料作製プロセスの最後の重要な段階が研磨です。原理は簡単で、各工程で前の工程よりも細かい研磨砥粒を使用します。研磨する目的は顕微鏡観察、硬さ試験、微細構造検査、寸法検査などの金属組織管理検査を行うための条痕と加工歪みの無い平坦な表面を得ることです。

プレシ社は粗研磨から超仕上げ研磨まで、1個から数多くの試料の研磨まで、あらゆるニーズに対応する手動研磨機及び自動研磨機を各種幅広く取り揃え、豊富なアクセサリーを用意しています。



Fig 7:
MINITECH 300 SP1



Fig 8:
MECATECH 300 SPC

手動研磨機ミニテック・シリーズは最先端の技術が結集しています。ユーザーフレンドリーでシンプル、信頼性が高く、頑丈な研磨機ですので、あらゆるニーズに応えることができます。

自動研磨機メカテック・シリーズは手動と自動の両方の研磨が可能です。先進的な技術、750-1500W のモーターパワーなど、プレシ社の経験が凝縮された、非常に充実した研磨機シリーズです。試料数やサイズに関わらず、メカテックは最適な研磨を保証します。

研磨条件と消耗品

以下の研磨条件は全て、自動研磨用です（手動研磨の場合：ヘッドのパラメーターは考慮しないでください）。例示している研磨条件はプレシ社がお客様への情報提供、アドバイスする際に最も多く使用しています。

各条件表の第1ステップはすべて「面出し研磨」と呼ばれ、試料（及び樹脂）の表面を均一で平らにするため素早く研削することです。ご紹介する条件のパラメーターは必要に応じて変更可能です。

加圧力は試料サイズにより異なりますが、一般的には以下のようになります：10mmにつき 1daN (例: Ø40mm = 4 daN) その後、研磨剤サスペンションを使用して各研磨ステップで 0.5 daN ずつ力を減少させます。

銅とその合金の一般的な研磨条件を紹介します：

N°	Support	Suspension / lubricant	Platen speed (RPM)	Head speed (RPM)	Rotation direction platen / head	Time
1	SiC P320	Ø / Water	300	150	⇒	1'
2	TOP	9µm LDM / Reflex Lub	150	135	⇒	4'
3	RAM	3µm LDM / Reflex Lub	150	135	⇒	3'
4	TFR	1µm LDM / Reflex Lub	150	135	⇒	1'
5	SUPRA	SPM / Water	150	100	⇐	1'

注：金相用試料切断機の後には耐水研磨紙 P320 による面出し研磨からスタートして十分です。切断面が荒れている場合は、もっと大きな(粗い)粒径の研磨紙を使用する必要があります。

粗研磨を行う場合、研磨盤と試料ホルダーの回転方向を逆にすると、平坦度に悪影響を及ぼすことがあるため、回転方向は逆回転にしないでください。

しかし、大量の材料を研削する場合は、回転方向を逆にすることは有効です。

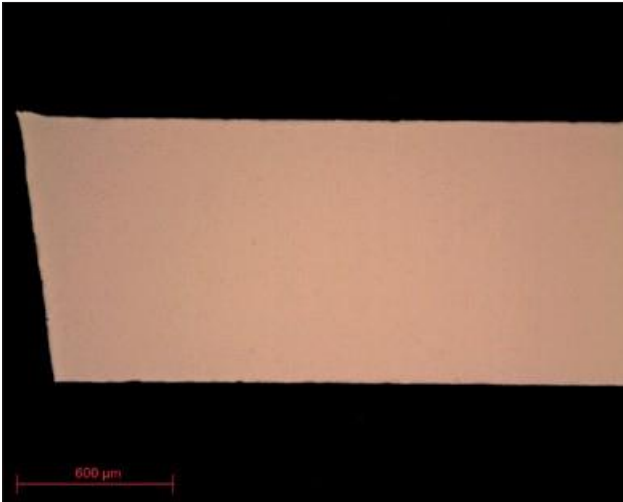


Fig. 9: Copper lens x5



Fig. 10: Copper lens x50

銅の研磨で重要なのは多結晶ダイヤモンドよりも丸みを帯びたダイヤモンド形状の単結晶ダイヤモンドサスペンション (LDM、Gel2+) を使用することで、銅、及び銅合金のような柔らかい材料への砥粒の埋没を抑えることができます。

LDM サスペンションはルーブリカント Lub と一緒に使用することで、研磨クロス生地を十分に湿らせることができます。

しかし、サスペンションや潤滑剤で研磨クロス上を濡らし過ぎると、「アクアプレーン」現象を起こしてしまつて研磨効果が低下してしまうので、過剰供給に注意する必要があります。

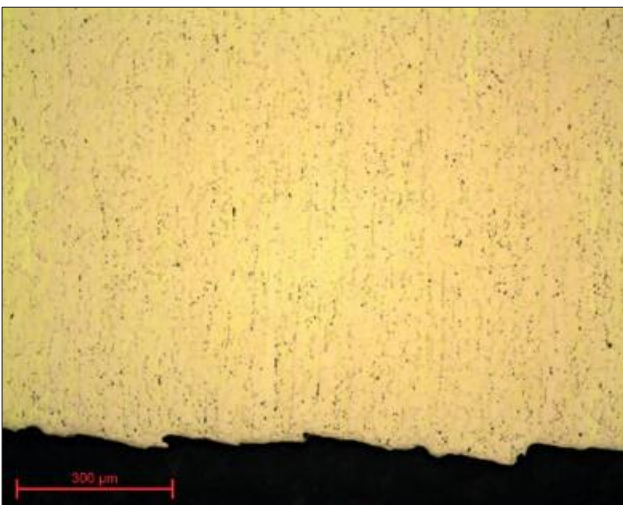


Fig. 11: Brass lens x10

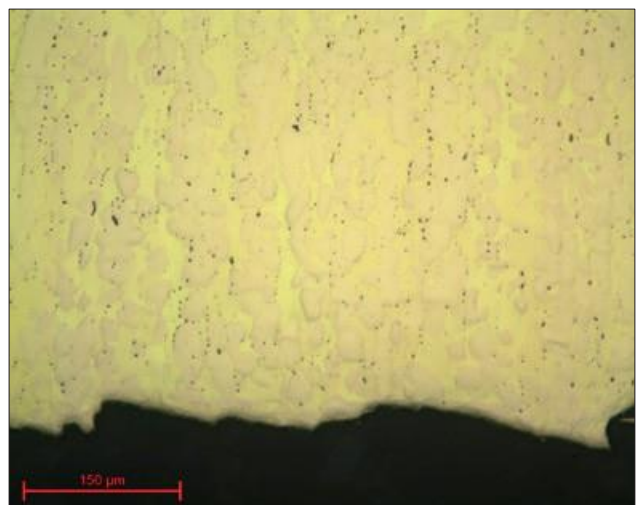


Fig. 12: Brass lens x20

銅を研磨する際に考慮すべき 2 つ目の重要な点は、例えば研磨紙の砥粒が刺さり込まないように、加圧力を調整することです。

(手動、半自動研磨の場合) 研磨紙の砥粒が刺さり込まないように注意が必要です。

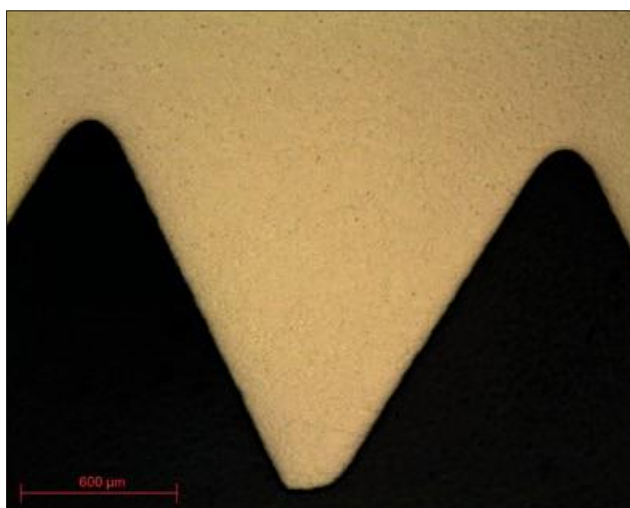


Fig. 13: Brass nut lens x5

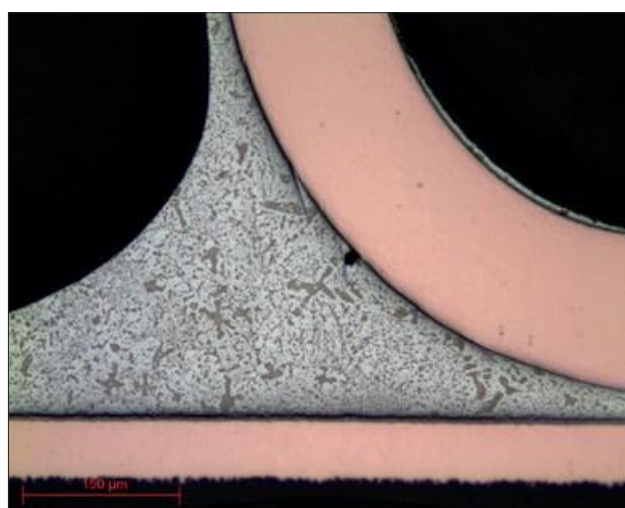


Fig. 14: Braze PCB

最終工程はコロイダルシリカを使って仕上げることをお勧めします。プレシの SPM サスペンションは水で 7 倍まで希釈することができます。

SPM サスペンションを試料(研磨面)にできるだけ長時間、当てるために研磨クロス・研磨盤に対して試料ホルダーの回転方向を逆にします。

仕上り具合によっては、最終工程をプレシのアルミナサスペンション No.2 の使用に置き換えることも可能です。

Fig 9～14 は上記の研磨条件を適用した後の銅と真鍮の結果です。

試料の影響の受け易さに応じて、研磨条件を調整する必要がある場合もあります。以下は鉛でコーティングされた青銅に対する研磨条件例です。

N°	Support	Suspension / lubricant	Platen speed (RPM)	Head speed (RPM)	Rotation direction platen / head	Time
1	SiC P320	∅ / Water	300	150	→ →	1'
2	SiC P1200	∅ / Water	300	150	→ →	1'
3	SiC P4000	∅ / Water	300	150	→ →	1'
4	NT	Alumina n°2	150	100	→ ←	1'
5	NT	Alumina n°1	150	100	→ ←	1'

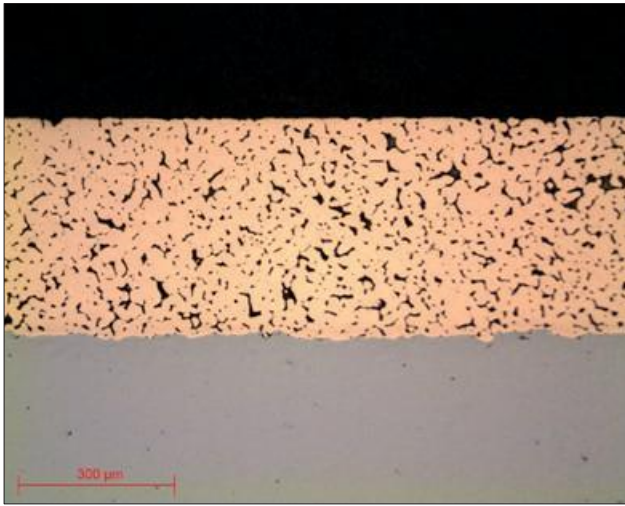


Fig. 15: Bronze with lead lens x10

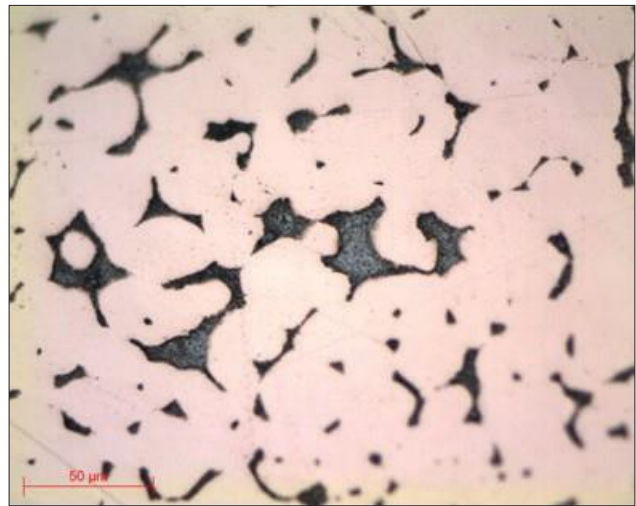


Fig. 16: Bronze with lead lens x50

顕微鏡観察

銅の構造は適切なエッチング液を使用することで簡単に結晶粒界や相などを明らかにすることができます。

主な試薬は以下の通りです：

- 塩化鉄 III 酸のアルコール溶液 (Fig17)
- 重クロム酸カリウム(Fig18)

これらの試薬は PRESI Catalogue(英文)に掲載されています。

紹介した顕微鏡写真は、すべて PRESI VIEW というソフトを使用しています：

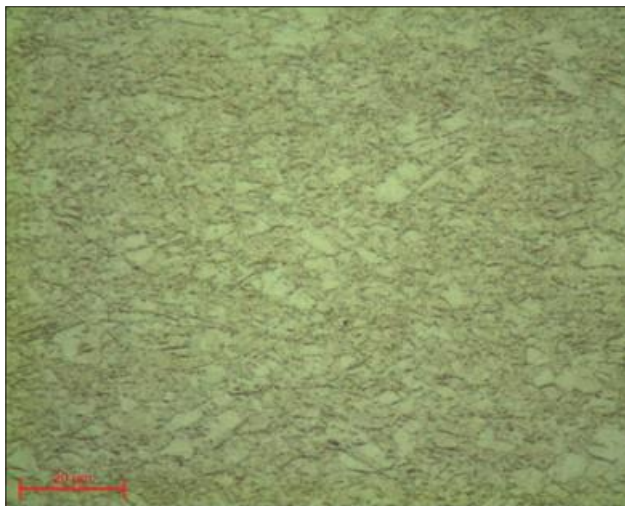


Fig 17: Brass after etching

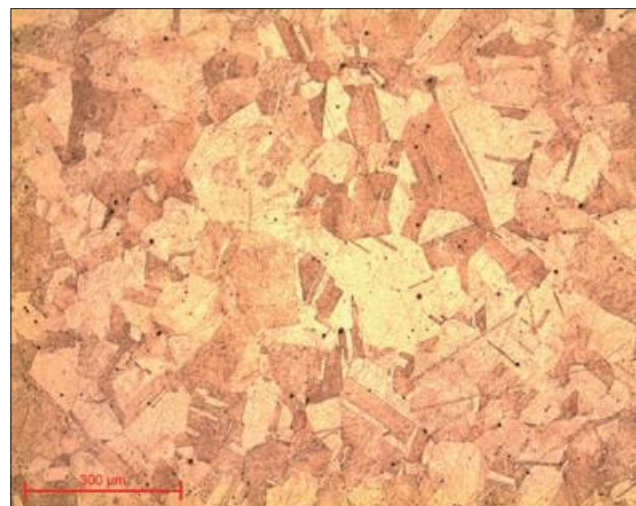


Fig. 18: Copper after etching lens x10

EBSD 解析の試料

上記の研磨条件を使って仕上げた試料は光学顕微鏡によって良好に観察を行えます。さらに走査型電子顕微鏡 (SEM) で EBSD 解析のための試料観察では、振動研磨装置バイブロテック 300 の使用が可能です。バイブロテック 300 は試料の表面硬化、残存する条痕を除去する研磨機です。



バイブロテック 300 は研磨面に平坦性が求められる高度な分析試料の最終仕上げ工程用に開発された信頼性の高い振動研磨機です。振動の周波数や範囲をリアルタイムで調整することができます。

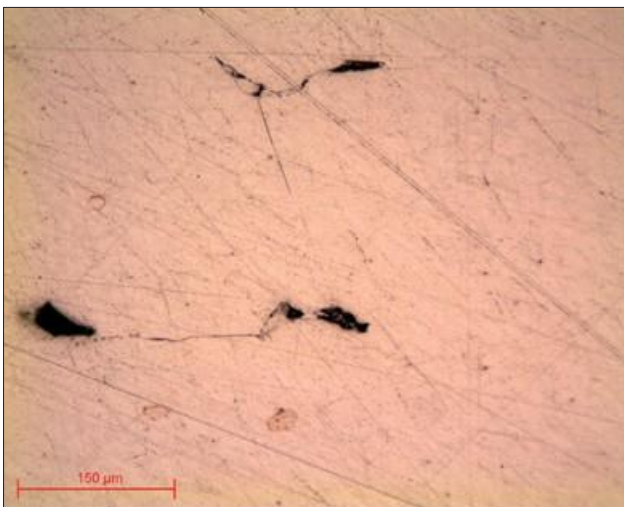


Fig. 20: Finish 1 μ m lens x20

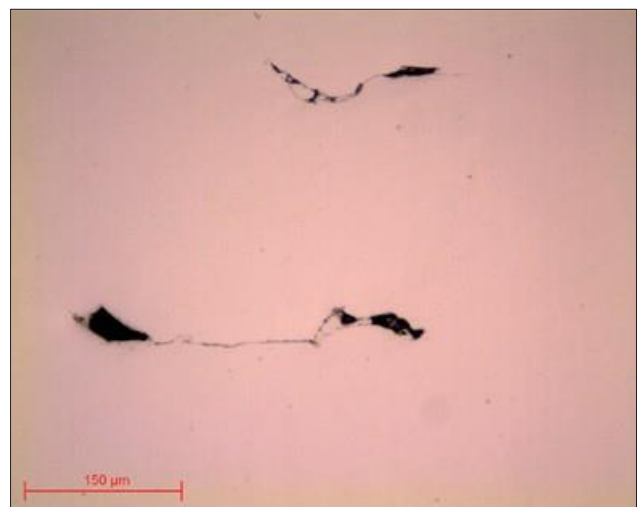


Fig. 21: SPM Finish with Vibrotech lens x20

ダイヤモンド研磨剤 1 μ m 工程後の条痕の状態 (Fig20)。研磨クロス RFI を貼ったバイブロテック 300 で 2 時間、研磨した後の状態。条痕を除去しました (Fig21)

PRESI

www.presi.com

Tel.: +33 (0)4 76 72 00 21 | Email: presi@presi.com

PRESI LAB'Note | Préparation métallurgique cuivre & alliages | www.presi.com

