

# 偏光による金属顕微鏡組織

西川 精一・片桐 文江

## 1. まえがき

現在用いられている金属顕微鏡の発展の歴史をたどると V. von Lang によって垂直照明としてガラスの薄板

(Cover glass)が導入された 1872 年に遡ることができる。その後いろいろと設計上の改良がなされ 1926 年には大体標準型の金属顕微鏡が工業的に生産されるにいたった。その後約 25 年一見原理的には旧態然たる装置を用いつづけているように見えるが細部を検討してみると一般光学機械の発達はそのまゝ金属顕微鏡の改良進歩となって表われてきている。主にレンズ系、光源及び照明法等に改良のあとをみるが偏光光源を用いての金属組織の観察も其の内の一つに数えることができる。元来偏光は鉱物学の方で透過顕微鏡に用いられていたものであって反射型の金属顕微鏡に利用され始めたのはつい最近のことである。電子顕微鏡は金属の極微構造を研究するには不可欠の武器であるがこれとは全然別な金属の光学的特性を利用した進み方として偏光光源を考える所にこの方法の意義がある。

## 2. 原 理

金属表面はこれを大別すると光学的に等方性 (Isotropic) のものと異方性 (Anisotropic) のものに大別できる。等方性の場合には偏光子を通った平面偏光を金属試料表面に垂直にあてると何等の変化をも受けずに反射される。従って検光子の位置を調節して偏光子に直交させると光は完全に遮断せられ視野は真暗になる。ところが異方性であると試料表面に垂直に入射した平面偏光は或る結晶軸に平行なものと直角なものとの二つの成分に分解せられそれぞれの位相及び強さは異なった変化を受ける。この位相の変化は平面偏光を楕円偏光に変え、二つの成分の強さの相対的な相異は偏光面を廻転させる。以上の総合的な結果として入射光線の偏光面に垂直な成分が生じこれが検光子を通過して来ることになる。しかもこの通過光線の強さは試料表面の結晶軸の方向と入射光線の偏光面との間の角度によって変化する故試料を表面に垂直な軸のまわりに廻転すると異方性のもものでは一廻転の中に四回の明暗が表われ等方性のものと明かに区

最近電子顕微鏡の金属組織への応用には目覚ましい進歩が見られるがそれはそれとして今迄の金属顕微鏡の完全な利用という問題を考えた場合まだまだ残された分野が多いのではなかろうか。特に偏光光源の利用などはその中でもユニークな開拓分野と考えられる。

別できる効果を生じてくる。若し多結晶体ならば各結晶粒の明暗が非常に強調される。

## 3. 普通の金属顕微鏡を簡単に偏光光源に変える方法

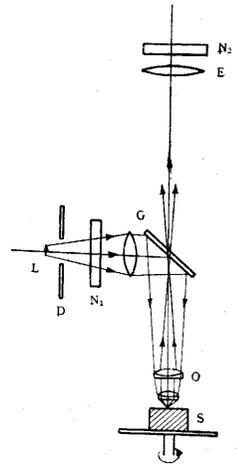
偏光といえばニコルを想像し勝ちだがこれを用いると工作上非常に複雑なことになるので一般には市販の人工偏光板 (Polaroid) を使用するのが便利である。偏光板を使用するときは第 1 図に示したように光源部分

L : 光源ランプ D : 絞  
N<sub>1</sub> : 偏光子 G : 澄明硝子板  
O : 対物レンズ S : 試料  
E : 接眼レンズ N<sub>2</sub> : 検光子

第 1 図  
簡単な偏光金属顕微鏡略図

どこかへ偏光子を挿入すればよいわけであるが工作上フィルターを入れる場所を利用するのが最も便利である。図中 N<sub>1</sub> の位置である。

文献によれば光源ランプと絞りの間に入れたものもあるが普通の金属顕微鏡では L と D が非常に接近しているため特別な工作をしないかぎりは困難である。また光源ランプの熱は相当に大きい故絞りでこの輻射熱を一部遮断して直接偏光子に熱の影響がつかわれぬようにする意味合いからも N<sub>1</sub> の位置が適当であろう。検光子 N<sub>2</sub> は図のように接眼レンズと観察者の眼との間でもまた E と Coverglass G の間ならどこでもよい。たゞ N<sub>1</sub> も N<sub>2</sub> も共に外部より自由に廻転させたり取除いたりできるようにして置いた方が便利であるから N<sub>2</sub> は接眼レンズにキャップの形でかぶせるように工作するとよい。この他に廻転できる試料台が是非必要である。これが一応使用できる形になったわけであるが一般に金属表面による平面偏光の楕円偏光に変化する割合や偏光面の廻転の度合は非常に僅かである。このような場合は試料を廻転させても明暗の変化が少ししか起らない故これをより効果的にするためには偏光子と極光子の間へ鋭敏色板 (Sensitive tint plate) を入れたら光



源部分に絞りを更に一つ付け加えるかする。鋭敏色板を入れると視野に美しい色調が表われる。近時“Color Metallography”などと呼ばれて色のついた組織の撮影が行われるようになったがこの目的などには好適である。絞りは斜光線を除いて全体のコントラストをあげるためである。

4. 使用上の注意及び試料の調製について

偏光を使用する場合の諸注意を次に要約してみよう。

(1) 観察はできるだけ純粋な平面偏光の下で行われねば効果があがらない故斜光線をさける意味から暗室を使用するのが理想的である。

(2) 倍率をあげようとして開口数の大きい対物レンズを使用すると光はますます試料表面に斜めにあたるようになって視野が全体として明るくなりコントラストが低下する。これは現在の顕微鏡を用いた場合不可避の欠点の一つに数えることができる。写真撮影は比較的低倍率でとりこれを引伸ばした方が有利である。

(3) 厳密に言えば平面偏光光源は cover glass によって多少の影響を受け検光子を直交の位置に置いても視野は完全には暗くならない。この影響をさけるには偏光子のみで見た場合最も明るい位置にこれを固定して置いて次に検光子をこれと直交さればよい。

(4) 偏光子と検光子直交のままでは視野は非常に暗くて焦点を合わせるのに困難である。先ず偏光子を所定の位置にしてそのまま焦点を合せ検光子をかぶせて直交させ最も暗い位置で撮影する。

(5) 使用乾板或はフィルムは高感度コントラストが望ましいわけであるが視野が非常に暗い故感度の方を第一条件として露出時間の短縮をはかる。いろいろの条件にもよるがA1乾板では10分~20分、プロセス乾板では1時間以上の露出が必要であろう。印画紙はなるべく硬調のものが便利である。

次に試料の調製に就いて述べるが最近電解研磨技術が進歩したため顕微鏡試料表面の調製も格段容易となった。偏光は金属固有の光学的特性を利用する故表面はできるだけ自然な結晶面できていなければならない。機械加工による表面層の流れ引掻き痕、介在物による凹凸はできるだけ除かねばならない。このような意味からも電気化学的に表面層を溶し去るのが理想的である。表面層の問題は軟質の金属において特にやかましい。電解研磨は条件を少し変えると陽極酸化になり表面に酸化被膜を生じ易い。時にこの被膜が強い異方性を示して偏光作用に影響を及ぼす。考え方によっては非常に邪魔物ではあるが又利用のしかたによっては有利である。腐蝕を行うべきか否かに就いては現在も異論がある。要するに腐蝕によって偏光に対する感じ方は増大するがそれと共に他のまぎらわしいいろいろな効果が随伴してくるから

である。

5. 応用面について

応用面を挙げると、結晶粒構造の検査、加工金属の方向性検査、内部歪や塑性変形の検査、酸化被膜の構造検査、多相金属組織の各相の判別や介在物の識別等であるがこの中には未だ実験報告も少く可能性のみ示されている段階のものもある。

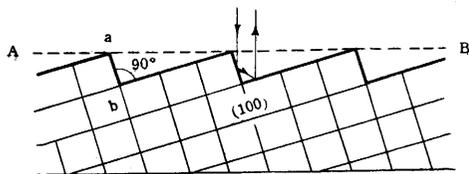
(1) 結晶粒構造検査

a. 異方性金属：原理的には何れも偏光に作用するはずであるがその結果に関しては多少研究者によって異なっている。一概に偏光に作用するといってもZnのように平面偏光を稍円偏光に変え結晶粒毎に色調変化を与えるものもあればSnのように偏光面を廻転させる性質の強いものもある。参考のため偏光に作用する異方性金属及びその酸化物の結晶系を第1表<sup>(1)</sup>に示す。BeやUの第1表 偏光に作用する異方性金属及び酸化物の結晶系

元 素	結晶系(常温)	最も一般的な酸化物	結晶系(常温)
Sb	菱面体晶	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	立方晶
AS	菱面体晶	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	立方晶
Be	稠密六方晶	BeO	六方晶
Bi	菱面体晶	Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	単斜晶
Cd	稠密六方晶	CdO	立方晶
C (グラファイト)	六方晶		
Mg	稠密六方晶	MgO	立方晶
Te	六方晶	TeO <sub>2</sub>	正方晶
Sn	体心正方晶	SnO <sub>2</sub>	正方晶
α-Ti	稠密六方晶	TiO <sub>2</sub>	正方晶
U	斜方晶	UO <sub>2</sub>	立方晶
Zn	稠密六方晶	ZnO	六方晶
Zr	稠密六方晶	ZrO <sub>3</sub>	単斜晶

如く適当な腐蝕剤のないものでは偏光を利用することによってのみ結晶粒を見分け得る。Snの加工層の深さを偏光を用いて研究した Capdecombe<sup>(2)</sup>の報告、或は強磁性材料の磁区が偏光面を廻転する性質を利用したCoの磁区に関する研究など興味深い。

b. 等方性金属(立方体結晶)：原理的には偏光に作用しないがこれを作用せしめる処理方法がある。その一つは強い腐蝕で試料表面に蝕孔(etch pit)を生ぜしめる方法である。立方体金属ではこの方法で表面に(100)面が表われることはよく知られている。Jones<sup>(3)</sup>によれば平面偏光は第2図のような二回の傾いた面での反射によって稍円偏光に変化する。これがまた結晶粒の方向によって変化する故結晶粒に明暗が生じたかも知れない異方性であるかの如く見える。Cu, Ni, Al, 錳, 黄銅, Al青銅, Cu-Ni合金等はこの方法で偏光に作用する。腐蝕液はHNO<sub>3</sub>が最も一般的であるが銅合金ではFeCl<sub>3</sub>溶液を使う場合もある。他の方法は陽極酸化被膜を表面に作って



第 2 図 腐蝕孔面よりの反射

偏光の下で結晶粒を表わすもので Al, Al-Mn, Al-Mg 合金等で最近利用され始めた。陽極酸化処理液は (49% H<sub>2</sub>O, 49% C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH, 2% HF) のような組成である。

(2) 加工金属の方向性, 内部歪, 塑性変形への応用

この方面への利用は未だ充分ではないが興味ある研究も発表されている。試料表面の明るさの不均一性で加工材料の方向性をしらべる。Fe-Si 合金ではその磁氣的性質と板の方向性の問題が非常に重要であるが偏光によりの程度この条件が満されているかを研究した Duns-muir (6) の報告がある。透明等方性材料内の応力分布は光弾性としてよく知られているところであるが、金属内部の様子は偏光で研究できるか否かは未だ未知の段階である。たゞ塑性変形の不均一な所では腐蝕の度合が異りこれが偏光で強張して表わし得るようなことは報告されている。最近 R. D. Moeller と共同研究者等(6)は AgCl の結晶で鋳造, 圧延, 及び機械的性質と一連の研究を行い金属の研究に AgCl を “透明な金属” として利用できることを結論しているのは興味深い。

(3) 合金相及び介在物の識別

一般に金属の顕微鏡組織をしらべるのには化学試薬で表面を腐蝕し各相の腐蝕液に対する挙動の相異によって見分けるわけであるがこの方法で不可能な場合は次の手段として偏光を利用して異方性の有無で識別するより他に方法はない。この方面の研究として鉄鋼中の相について Schafmeister 及び Moll(7) の研究報告がある。黒鉛・セメントタイト, (Fe<sub>3</sub>C), 炭化クロム, (Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>), 炭化タングステン (WC 及び WC<sub>2</sub>), 硅化鉄 (FeSi<sub>2</sub>) 等は総て偏光に作用すると報告している。Fe-Si 合金では偏光を利用して始めて  $\gamma$  相と  $\delta$  相の区別ができるといわれる。(8)

この他非鉄合金では銅合金に関し von Schwarz の研究がある。(9) アルミニウム合金分野では未だ相の識別に利用されるにいたっていないが研究の余地は残されていると考えてよい。

6. 実験結果

第 1 図に示した簡単な装置で主として異方性金属の結晶粒構造に就いて行った研究の一部分を写真によって示す。写真は総て試料の同一場所を普通光源及び偏光で撮影し両者の相異を比較した。普通光源を用いた場合はプロセス乾板を用い露出は 40 秒～60 秒, 偏光の方は A1 乾板で露出は 15 分～20 分, 印画紙は何れも利根 F 4 で

ある。この写真だけでは白黒だけではわからないが実際は結晶粒に色が表われる故非常に美しい。写真 1～12 は異方性金属の普通光源及び偏光光源 (偏光子と検光子直交の状態) でとった場合の比較である。全体的に偏光の方が非常に結晶粒毎のコントラストが高く且つ普通光源では観察できない構造を示している。写真 13～16 は面心立方の等方性金属の場合でも腐蝕方法を考えると偏光に感じさせ得る例である。写真 17～18 は等方性金属を加工した場合の変形のむらを示したものである。参考のため試料の処理方法を第 2 表に示す。

第 2 表 試料の処理条件

試料	結晶系	研磨及び腐蝕
Cd	稠密六方晶	電解研磨後電解腐蝕 電解液: H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> (2) + グリセリン(2) + H <sub>2</sub> O(1)
Bi	菱面体晶	電解研磨後電解腐蝕 電解液: H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> (1) + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (2) + H <sub>2</sub> O(2)
Zn	稠密六方晶	電解研磨 電解液: HNO <sub>3</sub> (1) + メチルアルコール(2)
Cu-Al(12%)	700°C 焼入 稠密六方晶	機械研磨 10% (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> 5 分腐蝕
Cu-Al(7%)	面心立方晶 (焼 鈍)	機械研磨 10% (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> 5 分腐蝕
Cu-Zn(20%)	面心立方晶 (30% 圧縮)	機械研磨 10% (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> 5 分腐蝕

7. 結 び

以上簡単に偏光金属顕微鏡の紹介と実験結果の一部を報告した。一組の Polaroids でいろいろ面白い研究が簡単に出来る故どこでも気軽に試みられるとよいと思う。勿論この程度では定性的な域を脱し得ないがカラーフィルムの利用等で一段と効果のあがることを確信する。最後にいろいろ尽力下さった千代田光学荒氏, 新八洲光学里見氏に謝意を表す。(1954. 3. 1)

文 献

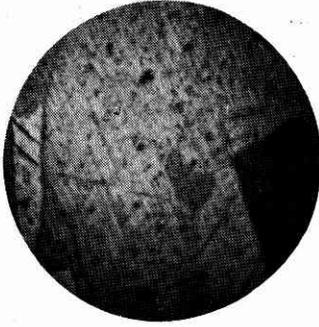
- (1) G. Conn and F. Bradshaw, Polarized Light in Metallography 1957, p. 72
- (2) Capdecemme, L., Metaux Corros-Usure, 16 (1941) 77.
- (3) Jones, O., Phil. Mag., 48 (1924) 207
- (4) " " "
- (5) Duns-muir, Mrs P. G., Proceedings of Conference on the Examination of Metals by Optical Methods, General Discussion, B. I. S. R. A. p. 51
- (6) Moeller, R. D., Schonfeld, R. W., Tipton, G. R., and Waber, J. T., Trans. Amer. Soc. Metals, 43 (1951) 39.

(7) Schafmeister, P. and Moll, G., Arch. Eisenhüttenw., 10 (1936) 155.

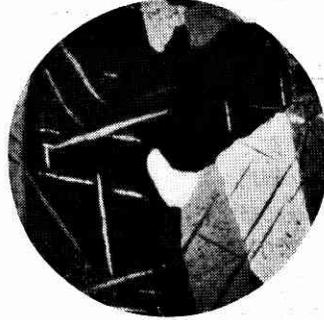
J. Iron and Steel Inst., 152 (1945) 457.

(8) Farquhar, M. G., Lipson, H., and Weill, A. R.,

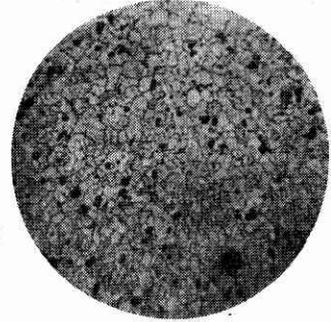
(9) von Schwarz, M., Metallurgia, 4 (1931) 180.



×130



×130

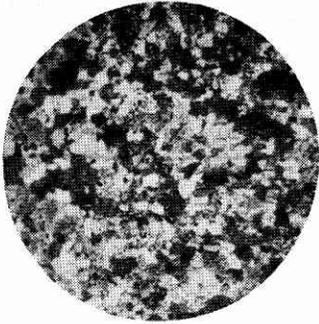


×130

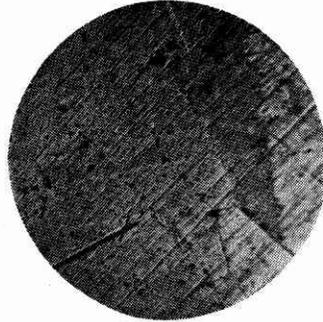
写真 1 Cd 鑄造組織 (普通光源)

写真 2 1に同じ (偏光光源)

写真 3 Cd 加工後再結晶組織 (普通光源)



×130



×130

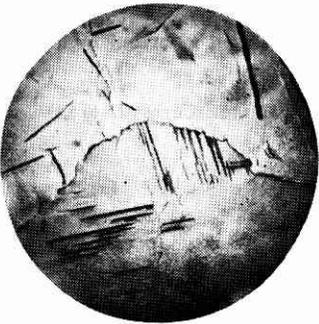


×130

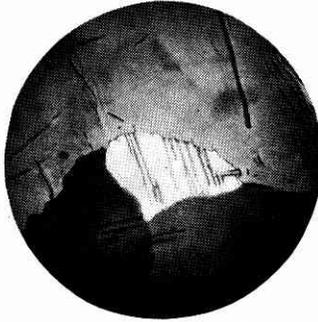
写真 4 3に同じ (偏光光源)

写真 5 Bi 鑄造組織 (普通光源)

写真 6 5に同じ (偏光光源)



×130



×130



×130

写真 7 Zn 圧延板組織 (普通光源)

写真 8 7に同じ (偏光光源) 写真 9 12%Al-Cu合金焼入組織 (普通光源)



×130

写真10 9に同じ(偏光光源)



×130

写真11 12%Al-Cu合金焼入組織(普通光源)



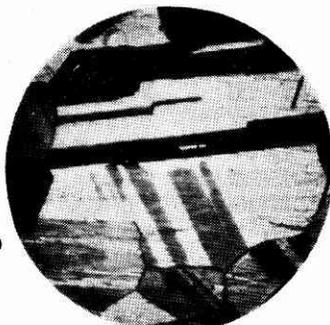
×130

写真12 11に同じ(偏光光源)



×130

写真13 7%Al-Cu合金焼鈍組織(普通光源)



×130

写真14 13に同じ(偏光光源)



×130

写真15 7%Al-Cu合金焼鈍組織(普通光源)



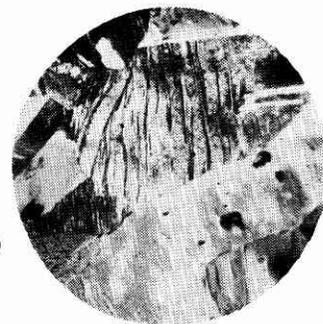
×130

写真16 15に同じ(偏光光源)



×130

写真17 20%Zn-Cu合金加工組織(普通光源)



×130

写真18 17に同じ(偏光光源)

生産技術研究所報告 第3巻第8号 予告

鳥飼安生・藤森聰雄著

「平面板における超音波の透過」

“Transmission of Ultrasonic Waves through a Plane Plate”

固体中の音速測定法の一つに、試料廻転法というのがあるが、これは平面板試料における超音波の透過率を入射角の函数として求め、その変化の模様から音速を求めるのである。この研究ではその方法に対する理論的基礎を与えることをその主要な目的としているがさらに押し

拡げて、主題についての一般的な理論を展開している。

第1章が透過の理論で本報告の主要な部分をなしており、第2章では、すでに得た理論的成果の実験的検討と実験結果の解析における理論の応用という面に主眼をおいている。

理論はまず層状平面板における透過より始まり、次に単一板における場合を詳しく論じた。この章の終りに扱った減衰期の導入は筆者によって始めてなされたものである。理論を導くに当り特に意を用いたのは、単に数式を導いて事足りりとしないうで、できるだけ具体的に理解できるように、数値計算に力を注いだことである。