

本資料は *○* 年 *7* 月 *3* 日付で登録区分、
変更する。

[技術情報室]



金属組織観察用試料調製方法マニュアル

1992年3月

動力炉・核燃料開発事業団
大洗工学センター

この資料は、動燃事業団社内における検討を目的とする社内資料です。については複製、転載、引用等を行わないよう、また第三者への開示又は内容漏洩がないよう管理して下さい。また今回の開示目的以外のことには使用しないよう注意して下さい。

本資料についての問合せは下記に願います。

〒311-13 茨城県東茨城郡大洗町成田町4002

動力炉・核燃料開発事業団

大洗工学センター 技術開発部・技術管理室

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村大字村松4番地49

核燃料サイクル開発機構

技術展開部 技術協力課

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:

Technical Cooperation Section,

Technology Management Division,

Japan Nuclear Cycle Development Institute

4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki, 319-1184

Japan

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)



金属組織観察用試料調製方法マニュアル

材料物性解析グループ

上野 文義^{*1}, 小林十思美^{*1}, 伊藤 卓志^{*1},
長谷部慎一^{*1}, 菅谷 全^{*2}, 大久保和行^{*2},
鴨川 浩一^{*2}, 市毛 勝義^{*2}, 富田 正人^{*2}

要旨

本報告書は、金属組織学的解析技術の維持・向上を目的として、材料開発室材料物性解析グループにおいて、これまで蓄積してきた金属組織観察用の試料調製技術をマニュアルとしてまとめたものである。

このマニュアルでは、対象材料として、代表的鋼種であるSUS304鋼, SUS316鋼およびMod. 9Cr-1Mo鋼を選んだ。調製方法としては、光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡(SEM)での観察に用いるための樹脂埋め・研磨・エッチング方法、および透過型電子顕微鏡(TEM)での観察に用いるためのレプリカおよび薄膜試料の調製方法について記載した。また、当グループにて実際に行った試料調製の条件の例や、それによって得られた組織写真の例を記載した。これらの方法は、金属組織学的解析の分野では一般的に用いられているものがほとんどであるが、当グループにおいて新たに考案した調製方法も含まれている。

このマニュアルが、今後の新しい材料や新しい材料評価技術の開発に対応するための基礎となることを望む。

*1: 大洗工学センター 機器構造開発部 材料開発室

*2: 常陽産業(株) 材料開発室



目 次

| | |
|-------------------------------------|----|
| 1. まえがき | 1 |
| 2. 試験片切断および樹脂埋め込み方法 | 2 |
| 2. 1 手動湿式切断機による粗切断 | 2 |
| 2. 2 自動精密切断機による精密切断 | 2 |
| 2. 3 試料埋め込み方法 | 3 |
| 3. 研磨方法 | 5 |
| 3. 1 使用装置 | 5 |
| 3. 2 研磨作業手順 | 6 |
| 3. 3 その他注意事項 | 8 |
| 4. エッティング方法 | 9 |
| 4. 1 エッティング方法の種類 | 9 |
| 4. 2 エッティング液およびエッティング条件 | 9 |
| 4. 3 その他注意事項 | 9 |
| 5. レプリカ試料作製方法 | 10 |
| 5. 1 レプリカ採取のための抽出方法（エッティング方法） | 10 |
| 5. 2 レプリカ試料作製手順 | 11 |
| 5. 3 その他注意事項 | 12 |
| 6. 薄膜試料作製方法 | 13 |
| 6. 1 薄膜試料採取方法 | 13 |
| 6. 2 使用装置および電解研磨液 | 13 |
| 6. 3 薄膜試料作製手順 | 14 |
| 6. 4 その他注意事項 | 14 |
| 7. 試料保存方法 | 15 |
| 8. 参考文献 | 16 |

写真リスト

| | | |
|------|---|----|
| 写真1 | 試験片切断機 | 22 |
| 写真2 | 試料埋め込み装置 | 23 |
| 写真3 | 自動研磨システム及び研磨作業状況 | 24 |
| 写真4 | 手動研磨装置 | 25 |
| 写真5 | 電解研磨装置 | 26 |
| 写真6 | 電解エッティング装置及びエッティング作業状況 | 27 |
| 写真7 | S P E E D 法電解抽出装置および標準電極 | 28 |
| 写真8 | 真空蒸着装置 | 29 |
| 写真9 | レプリカ試料作製用具 | 29 |
| 写真10 | 両面ジェット電解研磨装置 | 30 |
| 写真11 | 薄膜研磨作業状況及び薄膜試料作製用具 | 31 |
| 写真12 | SUS316の王水エッティングによる組織写真（その1） | 32 |
| 写真13 | SUS316の王水エッティングによる組織写真（その2） | 32 |
| 写真14 | SUS316の王水・グリセリン混合液エッティングによる 組織写真（その1） | 33 |
| 写真15 | SUS316の王水・グリセリン混合液エッティングによる 組織写真（その2） | 33 |
| 写真16 | SUS304の王水希釀液エッティングによる組織写真（その1） | 34 |
| 写真17 | SUS304の王水希釀液エッティングによる組織写真（その2） | 34 |
| 写真18 | SUS316溶接金属の王水希釀液エッティングによる組織写真 | 35 |
| 写真19 | SUS316の王水希釀液エッティングによる組織写真 | 35 |
| 写真20 | SUS304のViella試液エッティングによる組織写真 | 36 |
| 写真21 | SUS304のViella試液・過酸化水素水混合液エッティングによる 組織写真（その1） | 36 |
| 写真22 | SUS304のViella試液・過酸化水素水混合液エッティングによる 組織写真（その2） | 37 |

| | |
|---|----|
| 写真23 SUS304のKalling 試液エッティングによる組織写真 | 37 |
| 写真24 SUS304の塩化第二鉄溶液エッティングによる組織写真（その1） | 38 |
| 写真25 SUS304の塩化第二鉄溶液エッティングによる組織写真（その2） | 38 |
| 写真26 SUS316の10%塩酸アルコール溶液電解エッティングによる組織写真 | 39 |
| 写真27 SUS304の5%硫酸水溶液電解エッティングによる組織写真 | 39 |
| 写真28 SUS316の50%硝酸水溶液電解エッティングによる組織写真 | 40 |
| 写真29 SUS304の65%硝酸水溶液電解エッティングによる組織写真 | 40 |
| 写真30 SUS304の王水・グリセリン混合液電解エッティングによる 組織写真（その1） | 41 |
| 写真31 SUS304の王水・グリセリン混合液電解エッティングによる 組織写真（その2） | 41 |
| 写真32 Mod. 9Cr-1Mo の5%塩酸ピクリン酸溶液エッティングによる組織写真 | 42 |
| 写真33 Mod. 9Cr-1Mo の塩化第二鉄ピクリン酸溶液エッティングによる 組織写真（その1） | 43 |
| 写真34 Mod. 9Cr-1Mo の塩化第二鉄ピクリン酸溶液エッティングによる 組織写真（その2） | 43 |
| 写真35 Mod. 9Cr-1Mo の塩化第二鉄溶液エッティングによる組織写真（その1） | 44 |
| 写真36 Mod. 9Cr-1Mo の塩化第二鉄溶液エッティングによる組織写真（その2） | 44 |
| 写真37 Mod. 9Cr-1Mo の王水希釀液エッティングによる組織写真（その1） | 45 |
| 写真38 Mod. 9Cr-1Mo の王水希釀液エッティングによる組織写真（その2） | 45 |
| 写真39 Mod. 9Cr-1Mo のKalling 試液エッティングによる組織写真 | 46 |
| 写真40 Mod. 9Cr-1Mo のフッ化水素酸混合液エッティングによる組織写真 | 46 |
| 写真41 Mod. 9Cr-1Mo の5%硫酸水溶液電解エッティングによる 組織写真（その1） | 47 |
| 写真42 Mod. 9Cr-1Mo の5%硫酸水溶液電解エッティングによる 組織写真（その2） | 47 |
| 写真43 SUS304のS P E E D法によるレプリカ試料のT E M写真 | 48 |
| 写真44 SUS304の王水エッティングによるレプリカ試料のT E M写真 | 48 |

| | |
|---|----|
| 写真45 SUS316のS P E E D法によるレプリカ試料のT E M写真 | 49 |
| 写真46 Mod. 9Cr-1Mo のS P E E D法によるレプリカ試料の T E M写真（その1） | 50 |
| 写真47 Mod. 9Cr-1Mo のS P E E D法によるレプリカ試料の T E M写真（その2） | 50 |
| 写真48 SUS304の薄膜試料のT E M写真（その1） | 51 |
| 写真49 SUS304の薄膜試料のT E M写真（その2） | 51 |
| 写真50 SUS316の薄膜試料のT E M写真（その1） | 52 |
| 写真51 SUS316の薄膜試料のT E M写真（その2） | 52 |
| 写真52 Mod. 9Cr-1Mo の薄膜試料のT E M写真（その1） | 53 |
| 写真53 Mod. 9Cr-1Mo の薄膜試料のT E M写真（その2） | 53 |
| 写真54 SUS304溶接金属の薄膜試料のT E M写真 | 54 |
| 写真55 SUS316溶接金属の薄膜試料のT E M写真 | 54 |
| 写真56 SUS321溶接金属の薄膜試料のT E M写真 | 54 |

表 リ ス ト

| | | |
|-----------------------------------|-------|----|
| 表1 オーステナイト系ステンレス鋼のエッティング方法の例（その1） | | 17 |
| 表2 オーステナイト系ステンレス鋼のエッティング方法の例（その2） | | 18 |
| 表3 オーステナイト系ステンレス鋼のエッティング方法の例（その3） | | 19 |
| 表4 Mo d. 9Cr-1Mo鋼のエッティング方法の例（その1） | | 20 |
| 表5 Mo d. 9Cr-1Mo鋼のエッティング方法の例（その2） | | 21 |

1. まえがき

金属組織の観察用の試料調製方法は、対象となる材料、組織（相、析出物、介在物等）によって、種々様々な方法が考案され、適用されている。しかし、これらの方法は、多大な試行錯誤の結果生み出された非常に繊細な技術であり、試料を調製する作業者個人のノウハウとしてのみ所有されている場合が多い。したがって、このような試料調製方法について記述された文献は、実際に作業する上で貴重な教科書^{1・2)}となっている。一方、自ら工夫し使用している方法をマニュアル化すれば、試料調製技術の維持はもとより、今後新しい材料や新しい材料評価技術の開発に対応するための基礎となると考えられる。

本報告書は、上記のような観点から、これまで材料開発室材料物性解析グループで蓄積してきた試料調製技術をマニュアルとしてまとめたものである。このマニュアルには、以下の内容を記載した。

対象材料：SUS304鋼、SUS316鋼、Mod. 9Cr-1Mo鋼

調製方法：

a. 光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡（SEM）用

樹脂埋め、研磨およびエッティング方法

b. 透過型電子顕微鏡（TEM）用

レプリカ試料および薄膜試料調製方法

観察例：上記によって得られた組織写真の代表例

また、我々が実際に使用した試料調製の条件の例もあわせて記載した。

上記の他の材料や試料調製方法で、既に使用しているものもあるが、それについては、改めてまとめるこことしたい。

2. 試験片切断および樹脂埋め込み方法

2.1 手動湿式切断機による粗切断

(1) 使用装置

FINE CUT-45 (平和工業商事(株)製) (写真1 (a) 参照)

・湿式切断機

(2) 切断砥石

トクウストイシ A100NBなど

(3) 切削油 (潤滑油)

エスオイル (THREAD CUTTING OIL)

(4) 切断条件

a. カットメーターが、白～緑内になるように手動送りをする。

b. 切断砥石の高さは上部後にあるハンドルで調整する。

(5) その他注意事項

a. 切削油 (潤滑油) が試料に当たるようにする。

b. 切断開始時と終了が近いときは、送り速度を遅くして切断負荷を軽くする。

c. 切断後バリが認められる時は、埋め込み前に除去しておく。

d. 切断後アセトンなどの溶剤で、超音波洗浄を充分にする。

2.2 自動精密切断機による精密切断

(1) 使用装置

ISOMET PLUS (BUEHLER社製) (写真1 (b) 参照)

・湿式自動精密切断機

・荷重 : 0～1000g

・回転数 : 200～5000 rpm

(2) 切断砥石

ISO CUT 切断砥石 (BUEHLER社製)

DIAMOND 切断砥石 (セラミックス切断用) (BUEHLER社製)

(3) 切削油 (潤滑油)

I S O C U T F L U I D (BUEHLER社製)

(4) 切断条件

a. 切断荷重 (LOAD) : 200~500 g

b. 切断砥石回転数 (SPEED) : 200~1500 rpm

(5) その他注意事項

a. 切断開始時は、回転数を 200 rpm 位から始め切断砥石が試料にくい込んでから少しずつ回転数を上げる。

b. 切断後バリが認められる時は、埋め込み前に除去しておく。

c. 切断後アセトンなどの溶剤で、超音波洗浄を充分にする。

2.3 試料埋め込み方法

(1) 使用装置

SIMPLIMET 3 (BUEHLER社製) (写真 2 参照)

- 電子制御油圧システム
- ヒーティング・クーリング自動設定可
- 加熱温度：最大 200 °C

(2) 使用樹脂名

- a. EPOMET MOLDING COMPOUND (エポキシ樹脂)
- b. KONDUCTOMET I (SEM用電導性フェノール樹脂)
- c. TRANS OPTIC POWDER (透明樹脂)
- d. PHENOLIC POWDER (フェノール樹脂) (BUEHLER社製)

(3) 圧力成型材料の埋め込み条件

圧力成型材料の埋め込み条件（ $1\frac{1}{4}$ インチモールドの場合）

| 材 料 | 温度(°C) | 圧力(psi) | 時間(min) |
|-------------|---------|-----------------------|---------|
| E P O M E T | 1 5 0 | 3 0 0 0 | 7 |
| フェノール樹脂 | 1 5 0 | 4 2 0 0 | 7 |
| ※透明樹脂 | 1 5 0 | 1 0 0 ↓ 4 2 0 0 | 7 ~ 2 0 |

※PRE-LOADを使用すると、自動で温度及び圧力が変わる。また、変形しやすい試料をE P O M E Tで埋め込む時に使用する。

(4) その他注意事項

- a. 埋め込み試料は長さを20mm以内にする。
- b. 埋め込み装置は使用する前に冷却水を流す。
- c. 試料がアッパーラム又はアンダーラムに付着して取れない時は冷却すれば取れる。

3. 研磨方法

3.1 使用装置

(1) 自動研磨機

EUROMET I & ECOMET IV (BUEHLER社製)

・12インチ卓上型自動研磨機

METADI DIAMOND POWDER LAPING SYSTEM (BUEHLER社製)

(写真3 (a) 参照)

(2) 手動研磨機

LOW SPEED POLISHER (BUEHLER社製)

・8インチ埋め込み型

POLIMET POLISHER (BUEHLER社製)

・8インチ埋め込み型無段变速研磨機

(写真4 参照)

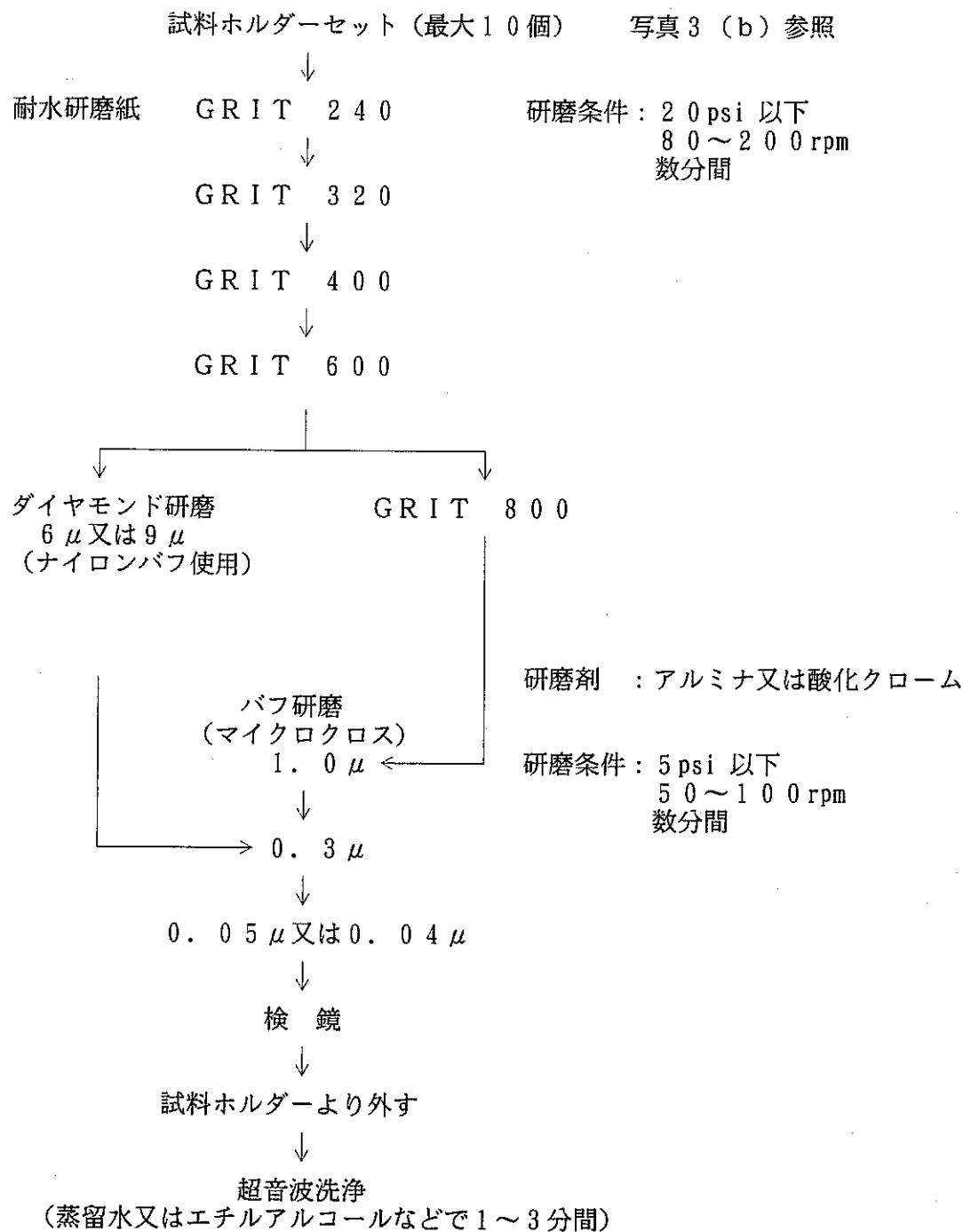
(3) 電解研磨装置

ELECTROMET III (BUEHLER社) (写真5 参照)

(付属品の使用で、電解エッティングも行える)

3.2 研磨作業手順

(1) 自動研磨機による研磨の手順



(2) 手動研磨機による研磨の手順

耐水研磨紙 # 180 (面(平面)が出ていない場合に使用する)

↓

240 (通常面出しあわせてここから行う)

↓

320

↓

400

↓

600

↓

1000

↓

1500 (研磨状態により省くこともある)

↓

G R I T 800 (研磨状態により省くこともある)

↓

バフ研磨 研磨剤: アルミナ
(マイクロクロス)

1. 0 μ

↓

0. 3 μ

↓

0. 05 μ 又は 0. 04 μ

↓

検鏡

↓

超音波洗浄

(蒸留水又はエチルアルコールなどで 1 ~ 3 分間)

(3) 自動研磨機の研磨条件の例

| | ホルダーセット | | 研磨条件 |
|-------------------|---------------|-------------------|-------------------------------------|
| 耐水研磨紙 | G R I T 2 4 0 | (圧力) 1 0 p s i | (回転数) 1 5 0 r p m (時間) 3 分 |
| | ↓ | | |
| | G R I T 3 2 0 | 8 p s i | 1 5 0 r p m 3 分 |
| | ↓ | | |
| | G R I T 4 0 0 | 7 p s i | 1 5 0 r p m 3 分 |
| | ↓ | | |
| | G R I T 6 0 0 | 6 p s i | 1 5 0 r p m 3 分 |
| | ↓ | | |
| ダイヤモンド研磨 (ナイロンバフ) | | | |
| 9 μダイヤモンドスラリー使用 | | 5 p s i | 1 0 0 r p m 3 分 |
| | ↓ | | |
| バフ研磨 (マイクロクロス) | 研磨剤: アルミナ | | |
| 0. 3 μ | | 5 p s i | 5 0 r p m 3 分 |
| | ↓ | | |
| 0. 0 5 μ | | 5 p s i | 5 0 r p m 3 分 |
| | ↓ | | |
| 検 鏡 | | | |
| | ↓ | | |
| ホルダーよりはずす | | | |
| | ↓ | | |
| 超音波洗浄 | | | |
| (エチルアルコールで 1 分間) | | | |

3.3 その他注意事項

- a. # 2 4 0 で面出しがうまく行かない時は、# 1 8 0 より始めることがある。また、面出し研磨後乾燥すると面出し状態が確認できる。
- b. 研磨紙及び研磨剤を替える時は試料を水洗する。
- c. 試料に研磨方向以外の傷が無いか確かめ傷がある時は再度研磨をする。
- d. 自動研磨機で研磨紙を細かい物に交換する時は荷重も下げておく。
- e. 手動研磨で研磨紙やバフを取り替えた後は、試料を半回転させて研磨する。また、バフ研磨の際に、試料をバフの回転方向とは逆に回わしながら研磨する方法もある。

4. エッティング方法

4.1 エッティング方法の種類

(1) 化学エッティング

酸などの溶液を用いて試料を腐食させるエッティング方法である。脱脂綿にエッティング液を染み込ませて研磨面を拭しながら行う方法と、試料をエッティング液の入った容器に直接浸す方法等がある。光学顕微鏡や走査型電子顕微鏡（S E M）での観察に用いる。

(2) 電解エッティング

酸などの溶液を用いて、電流を流して腐食させるエッティング方法である。エッティング液の組成のほか、電圧および電流値に注意してエッティングする必要がある。光学顕微鏡やS E Mでの観察に用いる。

（写真6参照）

4.2 エッティング液およびエッティング条件

エッティング液の組成やエッティング条件（時間、電圧、電流等）は試料の材質、観察したい組織、相、析出物、介在物等によって、適したものを選択する必要がある。以下に、当グループで実際に使用しているエッティング方法の詳細を具体的な条件を含めて述べる。対象とした材料は、オーステナイト系ステンレス鋼のS U S 3 0 4およびF B R構造用S U S 3 1 6鋼、M o d. 9 C r - 1 M o鋼である。

詳細なエッティング液の調製方法、エッティング時間等は、表2～6に示した。また、これらの方によって得られた光顕写真の例を写真12～42に示す。

4.3 その他注意事項

- a. エッティング液を入れるビーカや使用するピンセットは蒸留水で洗浄してから使用する。
- b. エッティングは、オーバーエッティングにならない様にエッティング中の試料表面の変化に注意しながら行う。

5. レプリカ試料作製方法

5.1 レプリカ採取のための抽出方法（エッティング方法）

(1) 抽出レプリカ法

材料中に存在する析出物、析出相および介在物等を抽出し、レプリカ膜に写し取って、これらを透過型電子顕微鏡（TEM）を用いて分析を行うための方法である。前述した光顕およびSEM観察用のエッティング方法と全く同じ方法および条件で析出物等を抽出できる。若干オーバー気味にエッティングすることもある。

(2) SPEED法

Selective Potentiostatic Etching by Electrolytic Dissolutionの略語で、非水溶媒（有機溶媒）系電解液による定電位電解エッティング法である。SPEED法電解抽出装置および標準電極を用いる（写真7参照）。母相（マトリックス）を溶解し、析出相のみを残す方法であり、以下の特徴がある。

- a. 析出相の形状や位置をそのまま現出できる。
- b. 電位変動が極めて小さい標準電極を基準として試料電位を一定に保つので、試料によらず電圧を安定させることができ、再現性がよい。
- c. 母相にエッチピット（孔食）ができるため、光顕観察には適さない。
- d. 電解液は有機溶媒であるため、廃液処理に注意する必要がある。

（電解液：10%アセチルセトナー 1%テトラメチルアンモニウムクロライド 一メタノール）

なお、エッティングの際の電気量（クーロン量）は、以下の通りである。

$$[\text{設定クーロン量 (C)}] = [\text{試料表面積 (cm}^2)] \times [20\sim50 (\text{C}/\text{cm}^2)]$$

(3) キャビティ定量解析の為のレプリカ法

試験片の縦断面を切断し、樹脂埋め込み及び研磨をする。そして、最終研磨のバフ研磨とエッティングを3回繰り返した後にアセチルセルロースを貼り、レプリカを採取する。なお、この時に最終エッティング以外は、組織が薄く見える程度にしておく。なお、この方法は、当グループで考案したものである。

5.2 レプリカ試料作製手順

- (1) アセチルセルロースを試料より一回り大きく切る。
- (2) 試料面上に酢酸メチルをスポット等を用いて全体にムラなく滴下し、気泡の入らないようにして手早くアセチルセルロースを貼り、レプリカフィルムを作製する。
- (3) レプリカフィルムが乾いたらピンセットで丁寧に剥離させ試料面を上にしてスライドガラス等に両面テープで固定する。
- (4) 上記試料を真空蒸着装置を使用してカーボン蒸着をする。（写真8参照）
- (5) カーボン蒸着の済んだレプリカフィルムの蒸着膜を2～3mm角の大きさに数個切り取る。
- (6) 約50℃にセットしたホットプレート上にガラス片を載せ、その上に少量のパラфинを溶かす。溶けたパラфинを載せたガラス片をホットプレートより降ろし、パラфинが固まってきて指で触っても熱くない程度に空冷された後パラфинにレプリカフィルムの蒸着膜側を張り付ける。（写真9参照）
- (7) レプリカフィルムを貼り付けたガラス片を溶剤（酢酸メチル）を入れた容器（秤量ビン等）に浸漬し、レプリカフィルムのアセチルセルロースのみを溶かす。
- (8) 約30分後蒸着膜がパラфинから離れ溶剤中に浮遊する。この浮遊した蒸着膜をメッシュですくい取って新しい溶剤を入れた容器に2回移し替える。
- (9) 約50℃の温水の入ったシャーレに溶剤の入っている容器を入れ5～10分間ほど放置し、残留パラфинを溶かす。
- (10) 上記容器より、別容器に入れた新しい溶剤（アセトン）にメッシュで蒸着膜をすくって入れ、さらにこの蒸着膜を蒸留水等にアセトンを適量に加えた別容器の混合液に入れる。この時、蒸着膜が表面張力により平にのばされる。これをメッシュですくい濾紙上で乾燥する。

上記の方法によって作成したレプリカ試料のTEM写真の例を写真43～47に示す。

5.3 その他注意事項

- (1) キャビティ定量解析の為のレプリカ法において、自動研磨機を使用してバフ研磨とエッチングの繰返し研磨を行う場合に、ホルダーに2～4個のダミー試料を対角になるようにセットしておき、研磨終了後も外さないでおくと、バフ研磨を繰返し行う時に試料の面出しがやりやすい。
- (2) アセチルセルロースは、貼る前にプロアーワー等でゴミを除去してから使用する。
- (3) 孔やクラックのある試料は、溶剤を滴下後に試料全体を振動させて、孔やクラックの気泡を取り除いてからアセチルセルロースを貼る。
- (4) スライドガラス等に固定したレプリカフィルムを、清浄なガラスに挟み込んでおくとカーリングを防ぐことが出来る。
- (5) 蒸着前に、レプリカフィルム上のゴミ等は、プロアーワー等で除去する。
- (6) 蒸着済みレプリカフィルムを切り取るときに、数カ所を切り離さない程度に切込みを入れておくと、後で蒸着膜をすくう時に分離され作業がやり易い。
- (7) 蒸着膜が、パラフィンから離れない時は、約50℃の温水の入ったシャーレに容器ごと入れて置くと浮遊する。
- (8) 蒸着膜が、丸まってしまい混合液に入れても平に広がらない時は、アセトンに入れたら後混合液に入れる作業を繰り返すと広がりやすい。
- (9) Cuメッシュが、混合液で浮いてしまい作業しにくい時は、Cuメッシュをアセトンに浸漬し親水性を良くすると作業しやすくなる。
- (10) Cuメッシュは、艶消し面側に蒸着膜を載せれば破れにくい。
- (11) 濾紙でメッシュを乾かす時に、混合液の除去が不十分のままだとピンセットに吸い付いて蒸着膜が破れることがある。
- (12) ナイロンメッシュを使用すると、EDS分析時にCuピークが低く抑えられる。
- (13) レプリカフィルムを直接SEMで観察する時は、金蒸着を行った後で10KVの加速電圧で観察する。

6. 薄膜試料作製方法

6.1 薄膜試料採取方法

試験片の縦断面又は断面を ISOMET PLUS または FINE CUT で 0.6 ~ 1 mm 程度の厚さに切断する。この際、転位の導入や加工誘起変態を避けるため試料が変形しないように注意する。

6.2 使用装置および電解研磨液

電解研磨装置 : TENUPOL-2 (STRUERS 社製)

電源部 : PORIPOWER (STRUERS 社製)

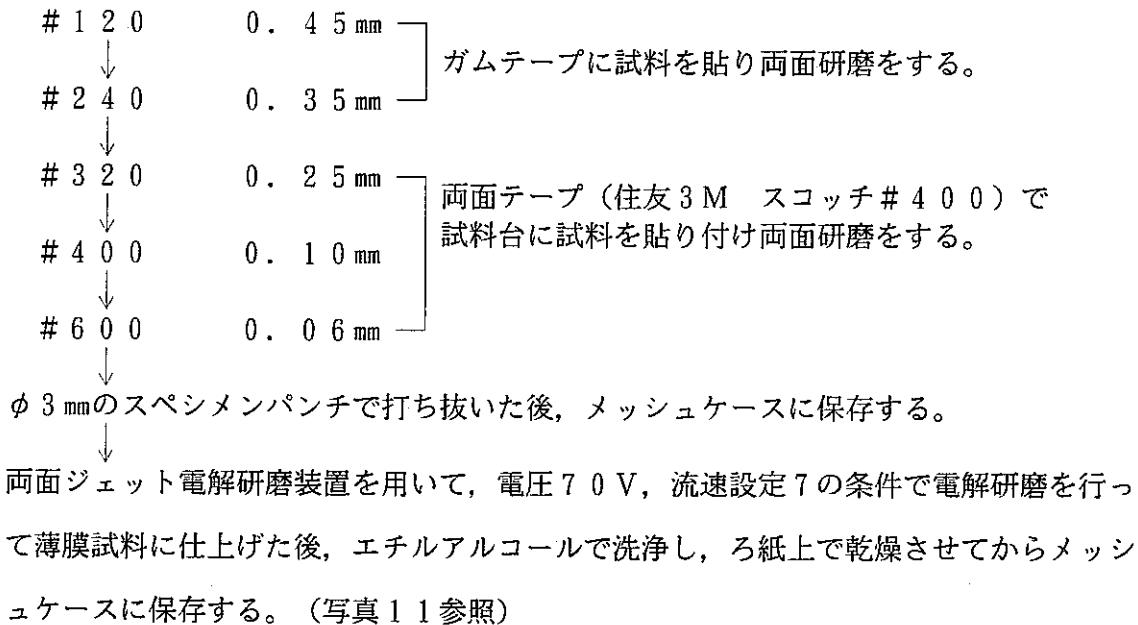
(写真 10 参照)

電解研磨液 : 5% 過塩素酸 - 95% 水酢酸溶液

(鋼・Fe 基合金用 : 丸本工業㈱で A8 液として販売している)

6.3 薄膜試料作製手順

耐水研磨紙 研磨終了時の厚さの目安



上記の方法によって作成した薄膜試料のTEM写真の例を写真48～56に示す。

6.4 その他注意事項

- (1) 試料の厚みが違う時は、厚い部分にやや指の力を入れる様にして均一な厚みになるように研磨する。
- (2) 両面テープから試料を剥す時に、針の細い注射器でアセトンを試料全体に流し広げ更に四方向の端部より少しずつ両面テープとの間に注入すると試料を剥し易い。また、試料幅のせまい物や薄くて注射器を使用しにくい時は、アセトンで超音波洗浄すると剥し易い。
- (3) 打抜きをする前に試料をエチルアルコール等で洗浄しておく。
- (4) 打抜きの際は、試料の歪が入っていると思われる部分（端部や変形している部分）は避ける。

7. 試料保存方法

- (1) 試料の保存は、プラスチックケース等に入れ真空デシケータ内に保存する。このとき、エッティングした面が傷つかないように注意する。なお、ケース内等に作業件名等のメモを入れておくと、後日使用する時に探しやすい。
- (2) レプリカ試料および薄膜試料は、専用のメッシュケースに入れ、真空デシケータに保存する。なお、これらの試料は小さく（直径 3 mm程度）で、破損・変形しやすいので、取扱いには細心の注意が必要である。
- (3) き裂の入った試料などでは、保存中にき裂内に入っていたエッティング液が染み出すことがあるので、観察や保存の前には充分な洗浄・乾燥が必要である。

8. 参考文献

- (1) 日本金属学会, 「講座・現代の金属学 実験技術集 7 材料検査法」, P. 210 ~221
- (2) 佐藤知雄, 「鉄鋼の顕微鏡写真と解説」(丸善)

表1 オーステナイト系ステンレス鋼のエッチング方法の例（その1）

| No | 名称・エッチング方法・組成 | 時間 | 特記事項 | 写真No. |
|----|--|---------|---|-------|
| 1 | 王水 (化学エッチング) 硝酸 : 1 塩酸 : 3 | 数秒～ | ①同一試料でも研磨してからの経過時間によってエッチング時間が異なる。 ②調製後液色が茶色になると反応が速やかになりエッチングむらになり易い。 | 12～13 |
| 2 | 王水・グリセリン混合液 (化学エッチング) 硝酸 : 1 塩酸 : 3 グリセリン : 4 | 数20秒 | ①エッティング液は、調製後約1時間以内の使用が良く液の色が黄色から茶色になると反応が速やかになる。 | 14～15 |
| 3 | 王水希釈液 (化学エッチング) 硝酸 : 1 塩酸 : 3 蒸留水 : 2 | 20～180秒 | ①エッティングの時間は対象となる試験片の条件等によって違ってくるので注意する。 ②むらを防ぐため蒸留水等で良く洗浄する。 ③1回の研磨で、何度もエッティングを繰り返すと傷が浮き出やすくなる為出来るだけ1回のエッティングで終了させる。 ④エッティング後は蒸留水で充分に超音波洗浄を行い、その後観察面をエチルアルコールに浸し弱い温風で乾かすなどの処置をしないと、試料と埋め込み樹脂の間や試料の粒界などから液の染み出し等があり、最良な観察面が得られない。 | 16～19 |
| 4 | 王水希釈液 (化学エッチング) 硝酸 : 1 塩酸 : 3 蒸留水 : 4 | 20～240秒 | ①調製後、1時間以内に使用すること。 ②エッティング後の試験片の洗浄は充分に水洗いした後エチルアルコールをかけて熱風でよく乾かすこと。 | |
| 5 | Vieillia試液 (化学エッティング) 硝酸 : 1 塩酸 : 2～3 グリセリン : 2～3 | 数10秒 | ①エッティング液は調製後すぐに使用すること。 ②文献によりVieillia液と表記しているものもある。 | 20 |

表2 オーステナイト系ステンレス鋼のエッチング方法の例（その2）

| No | 名称・エッチング方法・組成 | 時間 | 特記事項 | 写真No. |
|----|---|------|---|---------|
| 6 | Vie 11a試液・過酸化水素水混合液 (化学エッティング) 硝酸 : 1 塩酸 : 2 グリセリン : 2 過酸化水素水 : 0.2 ~ 1 (30%) | 数10秒 | ①オーステナイト結晶粒度の観察に用いる。 (バフ研磨とエッティングの繰返しを数回行う) ②調製直後に使用するのが良く、30分位放置すると反応が鈍くなる。 ③過酸化水素水の量が多いと、速やかにエッティングされる。 | 21 ~ 22 |
| 7 | Kalling試液 (化学エッティング) 塩化第二銅 : 1 g 塩酸 : 20cc エチルアルコール : 20cc 蒸留水 : 20cc | 数10秒 | | 23 |
| 8 | 塩化第二鉄溶液 (化学エッティング) 塩化第二鉄 : 1 g 硝酸 : 0 ~ 5cc 塩酸 : 10cc 蒸留水 : 20cc | 数10秒 | | |
| 9 | 10%塩酸アルコール溶液 (電解エッティング) 塩酸 : 1 エチルアルコール : 9 | 数秒~ | ①電圧は3V程度にする。 ②エッティング液に水が入らない様にする。 | 24 ~ 26 |
| 10 | 10%クロム酸水溶液 (電解エッティング) 無水クロム酸 : 1 g 蒸留水 : 9cc | 数10秒 | ①電圧は3V程度にする。 ②10%シュウ酸電解エッティングよりエッティングのされ方がゆるやかである。 ③オーステナイト結晶粒度試験に用いられる。 (JIS G 0551参照) ※使用済み液を廃棄する時は、専用の廃液タンクに入れること。 | |

表3 オーステナイト系ステンレス鋼のエッチング方法の例（その3）

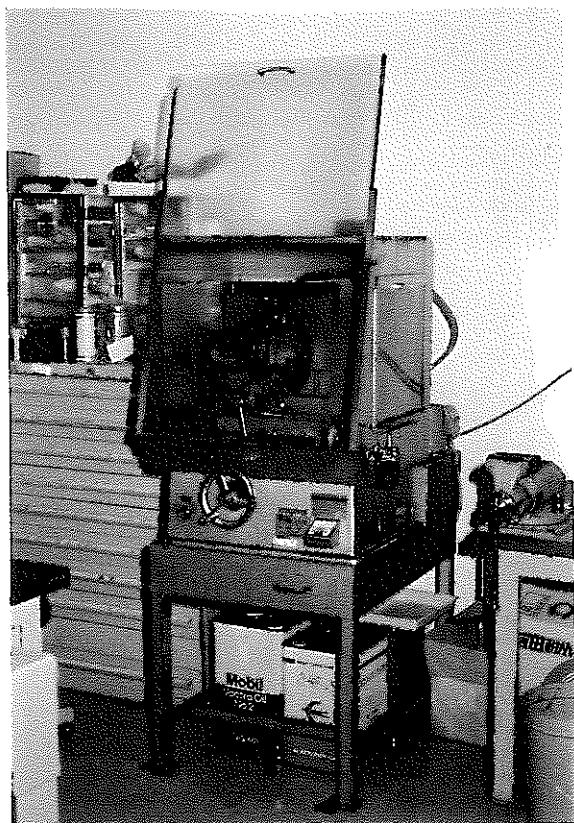
| No | 名称・エッチング方法・組成 | 時間 | 特記事項 | 写真No. |
|-----|---|------|--|-------------|
| 1 1 | 10% シュウ酸水溶液 (電解エッチング) シュウ酸 : 1 g 蒸留水 : 9 cc | 数秒～ | ①電圧は0.5～5V程度で試料の表面積によって異なる。 ②簡便で均一にエッチングされるが、微細組織を潰してしまう欠点がある。 ③オーステナイト結晶粒度試験に用いられる。 (J I S G 0 5 5 1 参照) | |
| 1 2 | 5% 硫酸水溶液 (電解エッチング) 硫酸 : 1 蒸留水 : 9 | 数10秒 | ①電圧は3V程度にする。 (エッチング後バフ研磨を行うこともある) | 2 7 |
| 1 3 | 50% 硝酸水溶液 (電解エッチング) 硝酸 : 1 蒸留水 : 1 | 数秒～ | ①電圧は1.5V程度にする。 ②試料上の液色が変わったら検鏡してみる。 ③オーステナイト結晶粒度の観察に用いられる | 2 8 |
| 1 4 | 65% 硝酸水溶液 (電解エッチング) 硝酸 : 65 蒸留水 : 35 | 数秒～ | ①電圧は1.5V～3V程度にする。 ②試料上の液色が変わったら検鏡してみる。 ③オーステナイト結晶粒度試験に用いられる。 (J I S G 0 5 5 1 参照) | 2 9 |
| 1 5 | 王水・グリセリン混合液 (電解エッチング) 硝酸 : 1 塩酸 : 3 グリセリン : 1 | 数秒～ | ①電圧は3V程度にする。 ②陰極にはステンレス鋼を使用する。 | 3 0～ 3 1 |

表4 Mod. 9Cr-1Mo鋼のエッティング方法の例（その1）

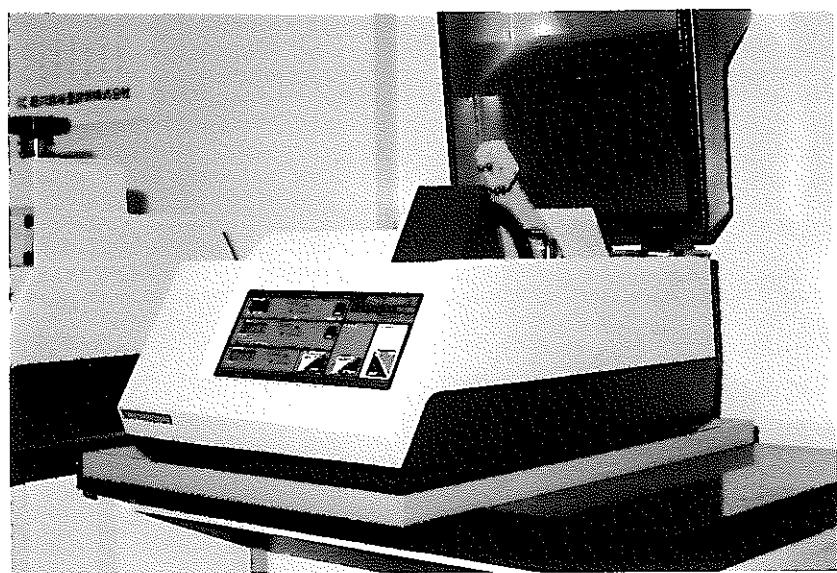
| No | 名称・エッティング方法・組成 | 時間 | 特記事項 | 写真No. |
|----|---|-------------|--|-----------|
| 1 | ピクリン酸アルコール溶液 (別名:ピクラール) (化学エッティング) ピクリン酸 : 1 g エチルアルコール : 25 cc | 数10秒 | ①用途に応じてピクリン酸を増量する。 | |
| 2 | 5%塩酸ピクリン酸溶液 (化学エッティング) 塩酸 : 5 cc ピクリン酸 : 1 g エチルアルコール 又は蒸留水 : 100 cc | 30～ 50秒 | ①エッティングは1回で仕上げた方がムラにはなり難いが、短時間のエッティングと光顕観察を繰返しながら最良のエッティング状態を得る方法もある。 ②エッティング後は、蒸留水又はエタノール等による超音波洗浄と乾燥を充分行い試料と埋め込み樹脂の間、あるいは粒界等からの染みだしを防ぐ。 ③蒸留水による超音波洗浄については、長時間行うと埋め込み樹脂の間等から吹き出しががあるので短時間（1分以内）で終了すること。 | 32 |
| 3 | 塩酸ピクリン酸アルコール溶液 (化学エッティング) 塩酸 : 1 cc ピクリン酸 : 1 g エチルアルコール : 100 cc | 20～ 105秒 | | |
| 4 | 塩化第二鉄ピクリン酸溶液 (化学エッティング) 塩化第二鉄飽和水溶液 : 1 ピクリン酸飽和水溶液 : 10 界面活性剤(ライボンF) : 2 塩酸 : 0.1 | 数10秒 | ①結晶粒度の観察に用いる。 (エッティング後バフ研磨を行うこともある) | 33～ 34 |
| 5 | 塩化第二鉄溶液 (化学エッティング) 塩化第二鉄飽和水溶液 : 1 界面活性剤(ドライエル) : 2 塩酸 : 0.1 蒸留水 : 10 | 20～ 60秒 | | 35～ 36 |

表5 M o d. 9 C r - 1 M o 鋼のエッティング方法の例（その2）

| No | 名称・エッティング方法・組成 | 時間 | 特記事項 | 写真No. |
|----|---|-------------|--|-----------|
| 6 | 王水希釈液 (化学エッティング) 硝酸 : 1 塩酸 : 3 蒸留水 : 2 | 30～ 180秒 | ①他のエッティングと同様に、しみ出しに注意する。又、オーバーエッティングにならない様に、エッティング中の試料表面の変化に注意しながら行う。 ②エッティング時間は、対象となる試験片の条件等によって違ってくるので注意する。 | 37～ 38 |
| 7 | Kallining試液 (化学エッティング) 塩化第二銅 : 1 g 塩酸 : 20 cc エチルアルコール : 20 cc 蒸留水 : 20 cc | 数10秒 | | 39 |
| 8 | フッ化水素酸混合液 (化学エッティング) フッ化水素酸(46%) : 2 硝酸 : 1 グリセリン : 4 | 数10秒 | ①エッティング時にガラス容器は使用しない。 ※使用済み液を廃棄する時は、専用の廃液タンクに入れること。 | 40 |
| 9 | 10%塩酸アルコール溶液 (電解エッティング) 塩酸 : 1 エチルアルコール : 9 | 数10秒 ～数分 | ①電圧は1～3V程度にする。 ②エッティング液に水が入らない様にする。 | |
| 10 | 5%硫酸水溶液 (電解エッティング) 硫酸 : 1 蒸留水 : 19 | 数10秒 ～数分 | ①電圧は3V程度にする。 ②結晶粒度の観察に用いる。 (エッティング後バフ研磨を行うこともある) | 41～ 42 |



(a) 濕式切斷機 (F I N E C U T - 4 5)

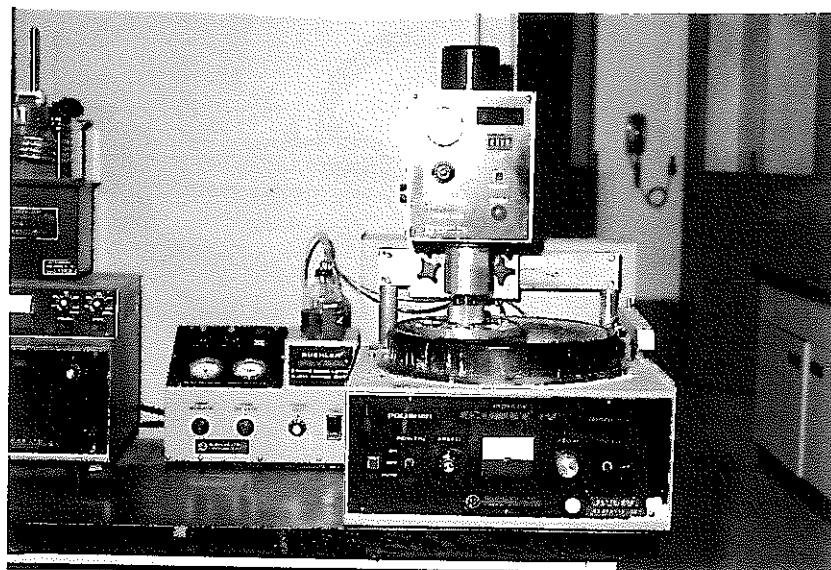


(b) 濕式自動精密切斷機 (I S O M E T P L U S)

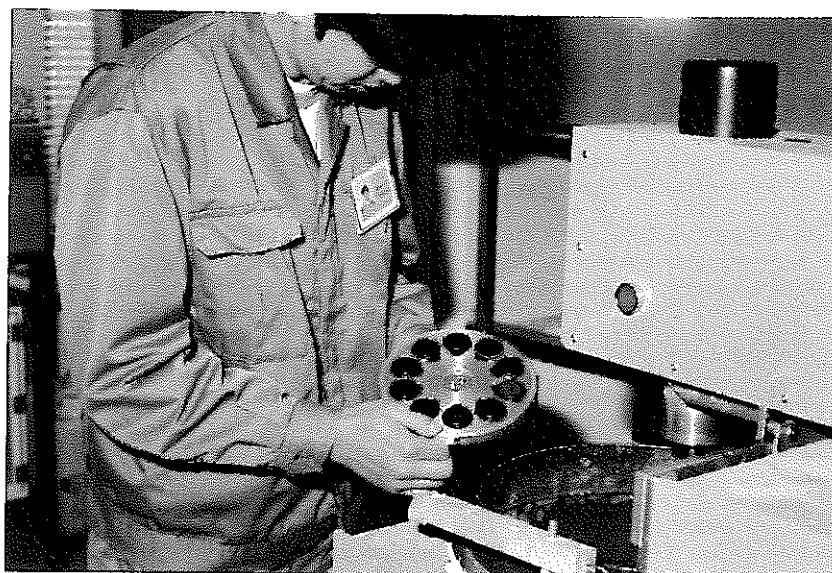
写真 1 試験片切斷機



写真 2 試料埋め込み装置 (SIMPLIMET 3)



(a) 自動研磨システム
(EUROMET I, ECOMET IV,
METADI DIAMOND POWDER LAPPING SYSTEM)



(b) 試料研磨作業状況

写真 3 自動研磨システム及び研磨作業状況



(a) 手動研磨機 (LOW SPEED POLISHER)



(b) 手動研磨機 (POLIMET POLISHER)

写真 4 手動研磨装置

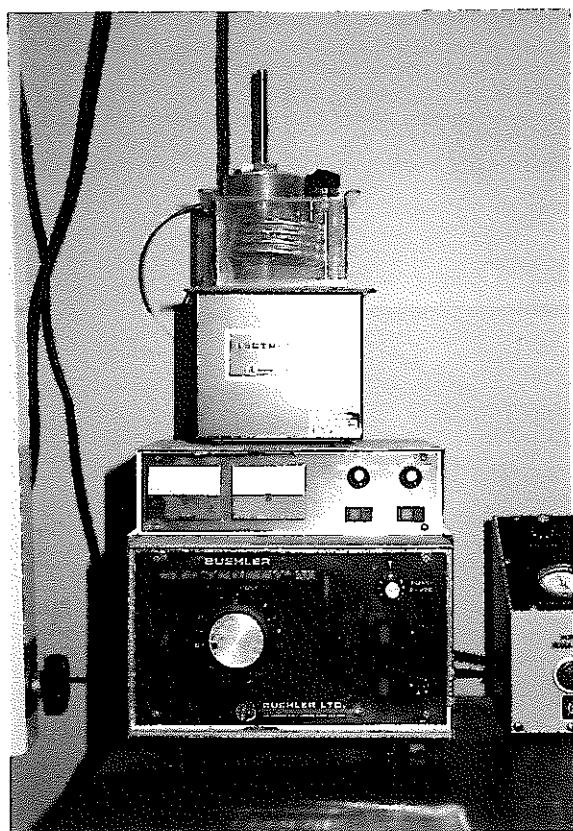
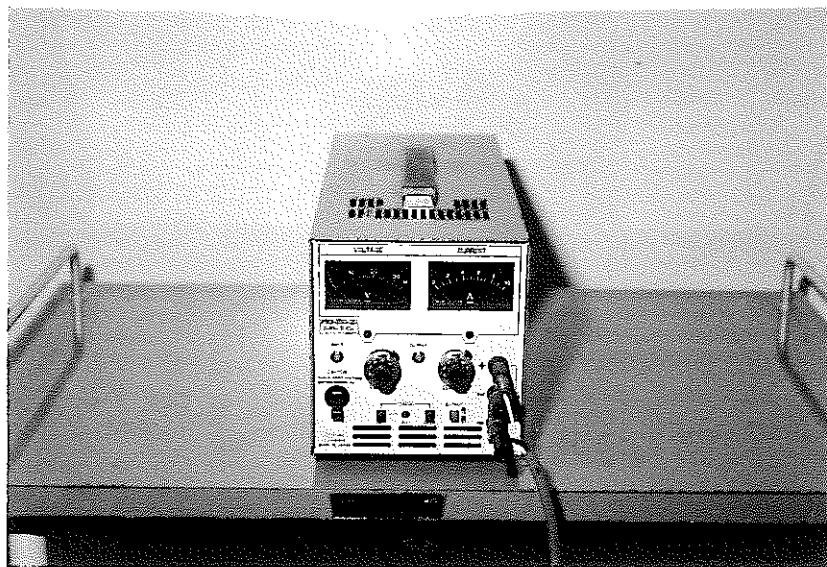


写真 5 電解研磨装置 (ELECTROMET III)



(a) 電解エッチング装置 (PWS-350-35)



(b) エッチング作業状況

写真 6 電解エッチング装置及びエッチング作業状況

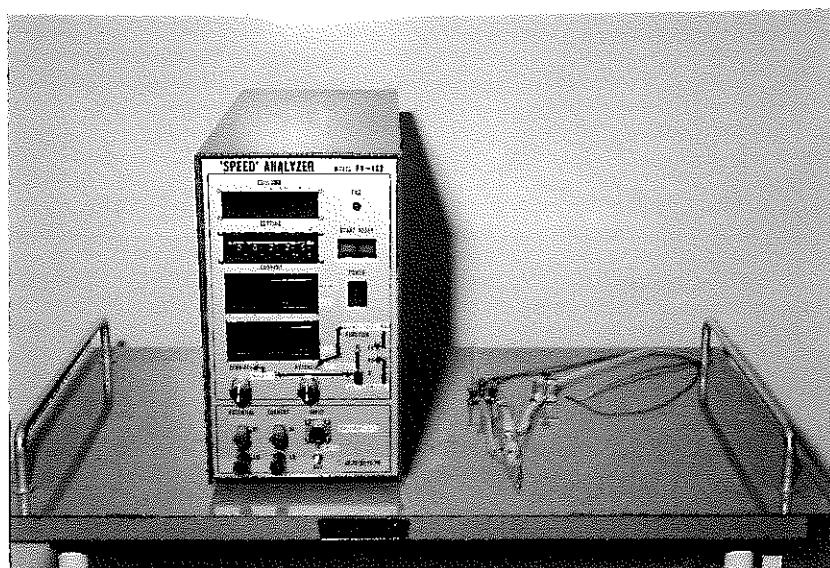


写真 7 SPEED法電解抽出装置および標準電極
(SPEED ANALYZER FV-102 (藤原製作所製))

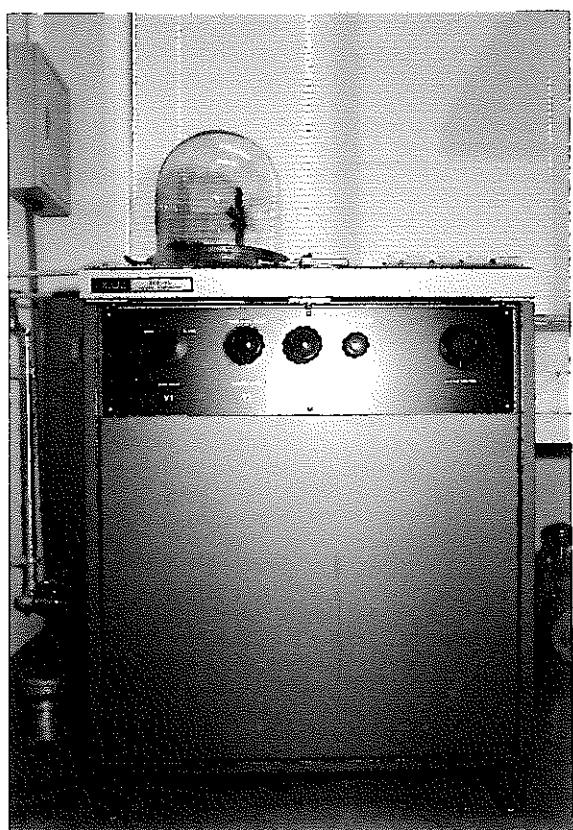


写真 8 真空蒸着装置 (J E E - 4 X型 (日本電子(株)製))

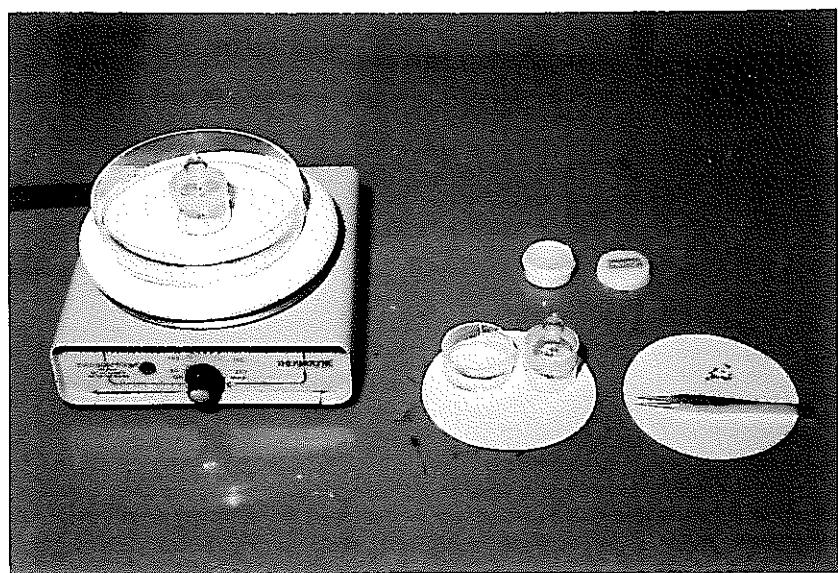


写真 9 レプリカ試料作製用具
(ホットプレート、シャーレ、秤量瓶、ガラス小片、
パラフィン、ピンセット、メッシュ、ろ紙)

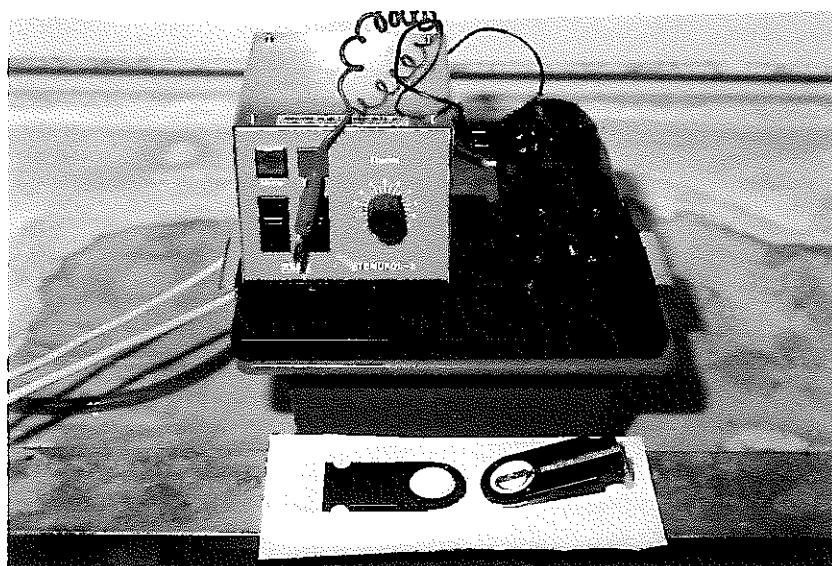
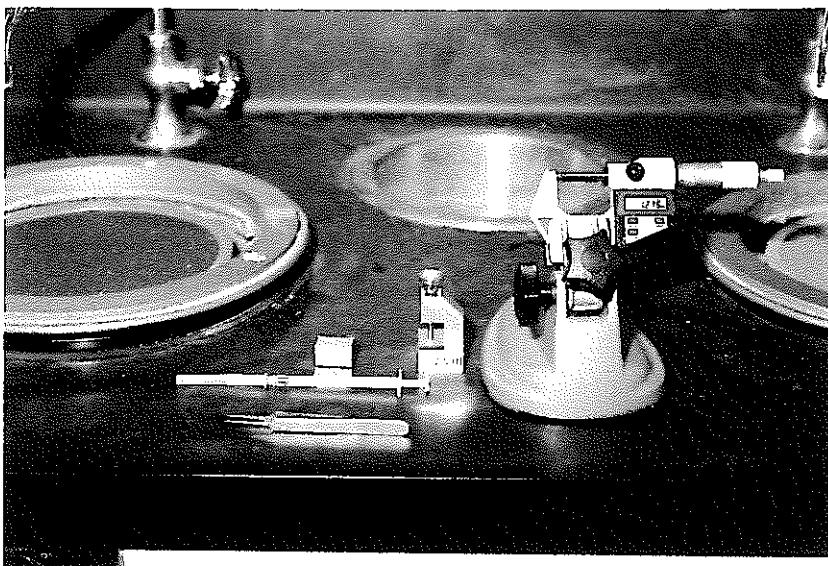


写真10 両面ジェット電解研磨装置 (TENUPOL-2, PORI POWER)

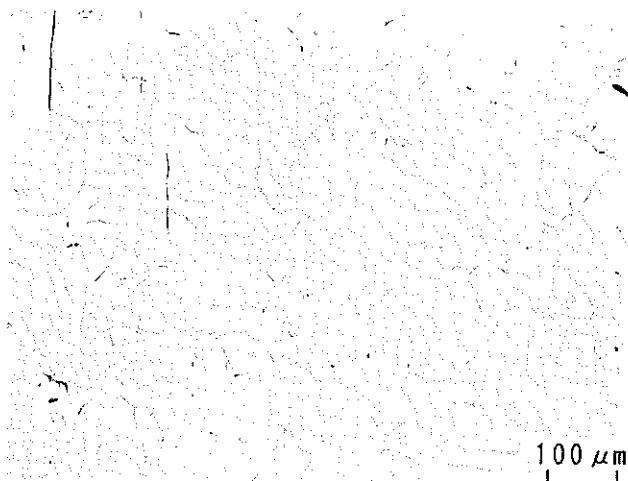


(a) 研磨作業状況

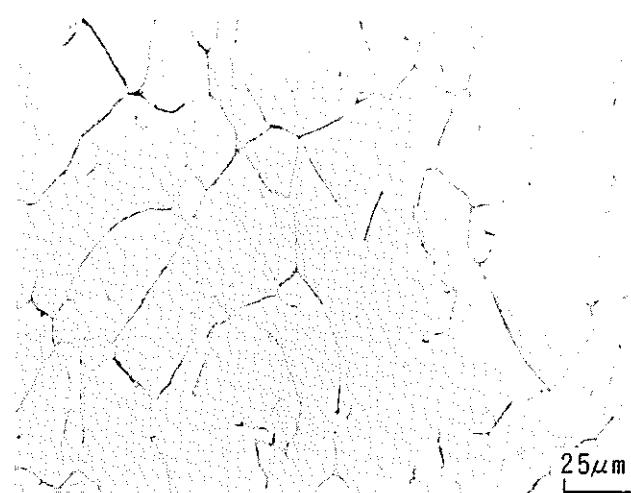


(b) 薄膜試料作製用具
(ピンセット、注射器、試料台、
スペシメンパンチ、マイクロメータ)

写真11 薄膜研磨作業状況及び薄膜試料作製用具



(a)



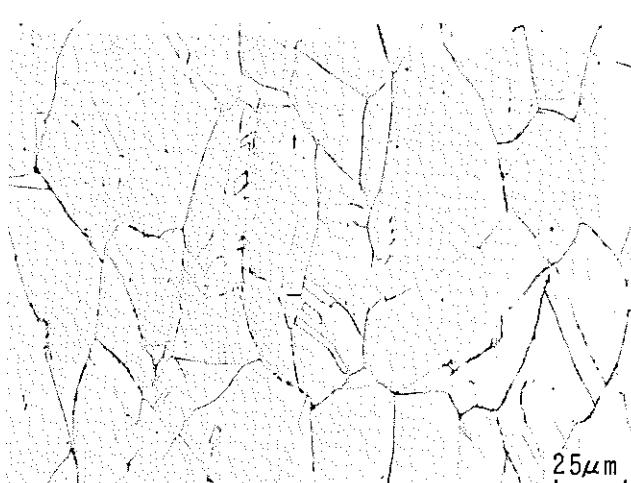
(b)

写真12 SUS316の王水エッティングによる組織写真（その1）

- ・試 料：F B R構造用SUS316 クリープ破断材
- ・試験条件： $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 33.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 2119.5 \text{ h}$
- ・エッティング時間：10秒



(a)



(b)

写真13 SUS316の王水エッティングによる組織写真（その2）

- ・試 料：F B R構造用SUS316 クリープ破断材
- ・試験条件： $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 33.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 1979.8 \text{ h}$
- ・エッティング時間：10秒

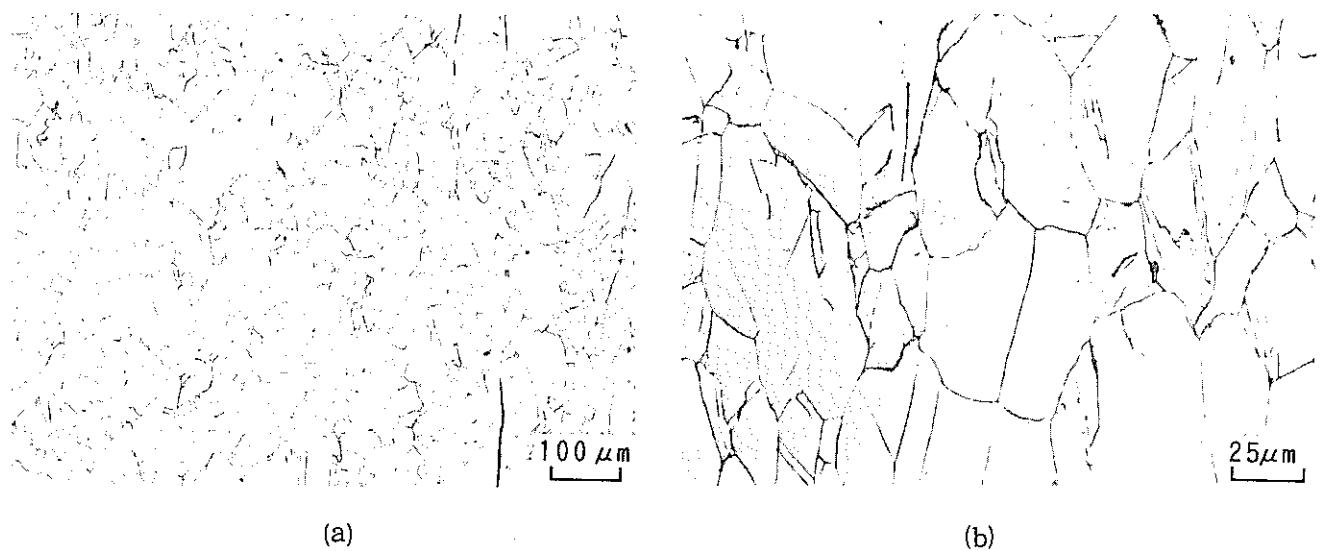


写真14 SUS316の王水・グリセリン混合液エッティングによる組織写真（その1）

- ・試 料：F B R構造用SUS316 クリープ破断材
- ・試験条件： $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 33.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 747.7 \text{ h}$
- ・エッティング時間：50秒

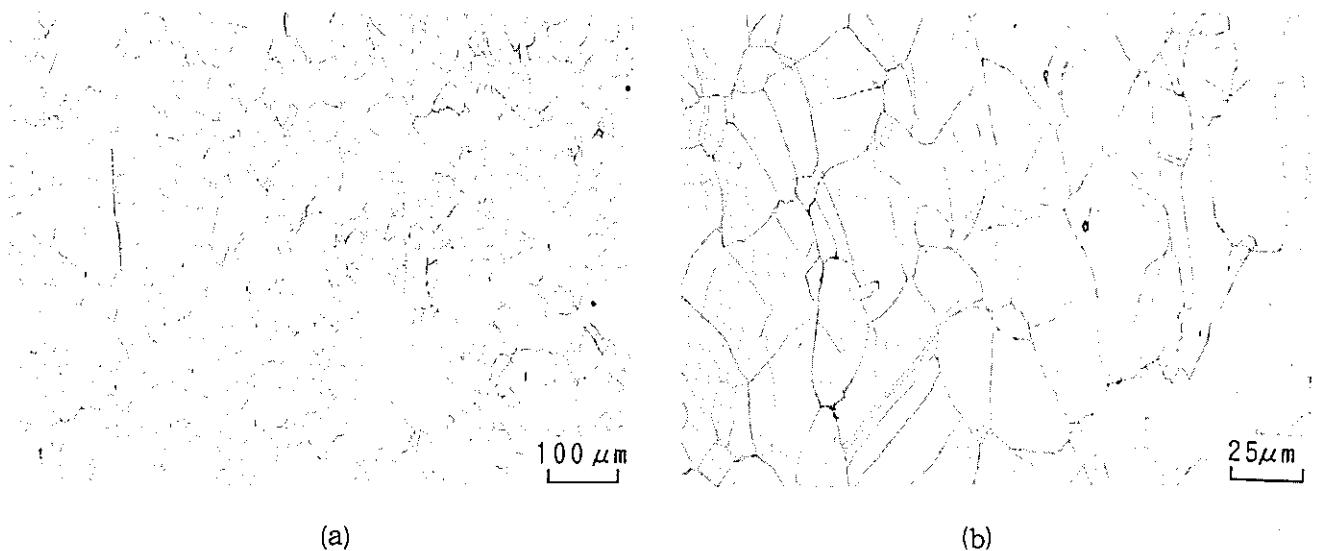


写真15 SUS316の王水・グリセリン混合液エッティングによる組織写真（その2）

- ・試 料：F B R構造用SUS316 クリープ破断材
- ・試験条件： $T = 600^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 22.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 811.6 \text{ h}$
- ・エッティング時間：40秒

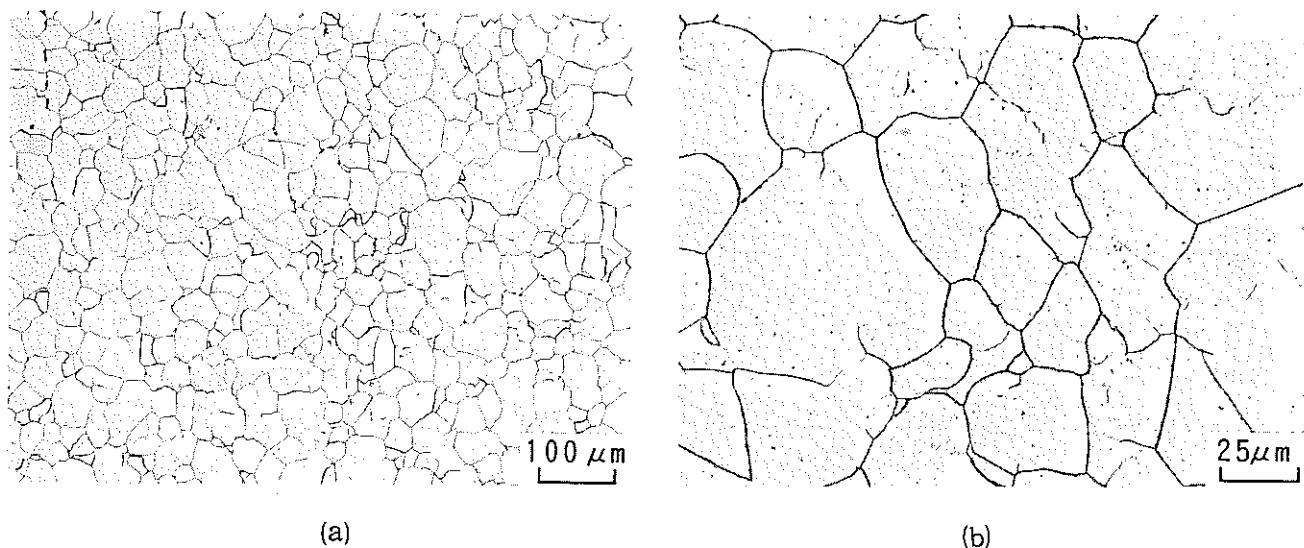


写真16 SUS304の王水希釀液エッティングによる組織写真（その1）

- ・試 料：SUS304 热时効材
- ・時効条件：550°C × 3000 h

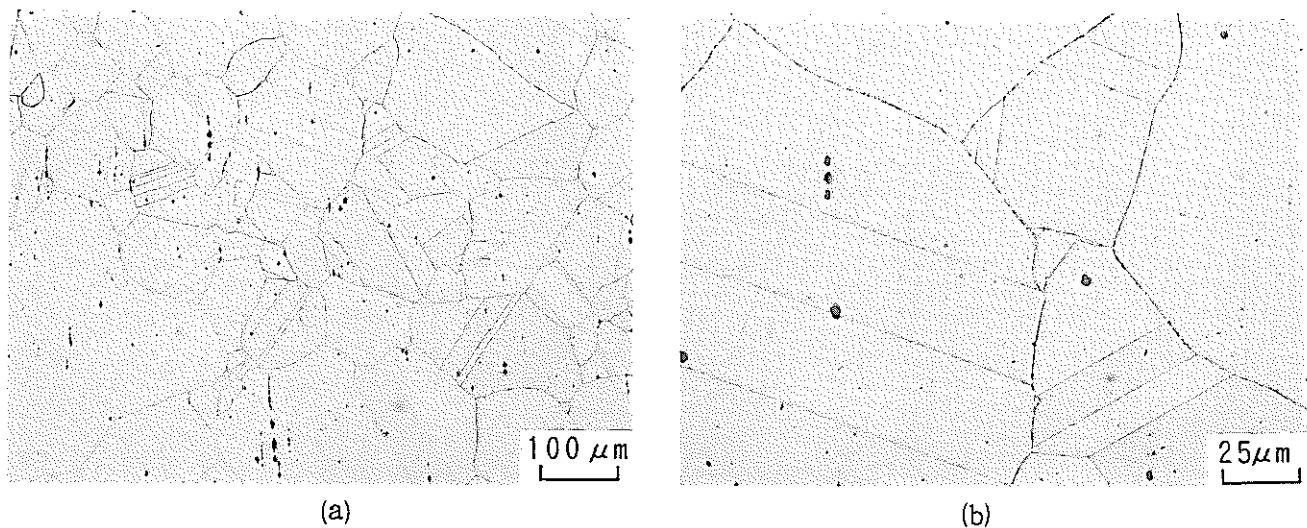
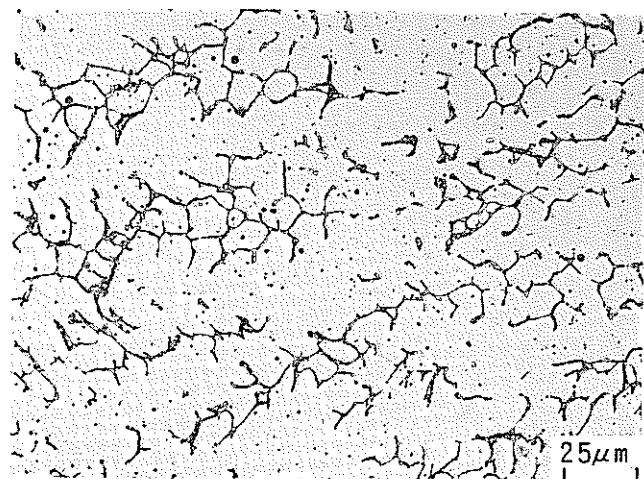


写真17 SUS304の王水希釀液エッティングによる組織写真（その2）

- ・試 料：SUS304 热时効材
- ・時効条件：650°C × 3000 h
- ・エッティング時間：40秒



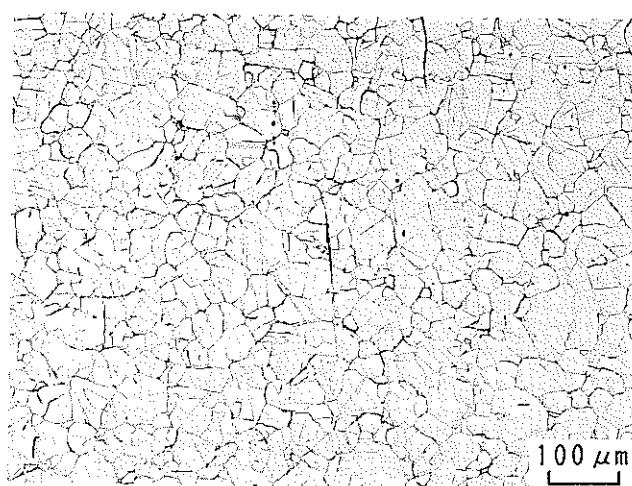
(a)



(b)

写真18 SUS316溶接金属の王水希釈液エッティングによる組織写真

- ・試 料: S U S 3 1 6 溶接金属
- ・エッティング時間: 60秒



(a)



(b)

写真19 SUS316の王水希釈液エッティングによる組織写真

- ・試 料: S U S 3 1 6 クリープ疲労破断材
- ・試験条件: $T = 600^{\circ}\text{C}$, $\Delta \varepsilon_T = 1.0\%$, $t_H = 3\text{ h}$, $N_f = 406$
- ・エッティング時間: 60秒

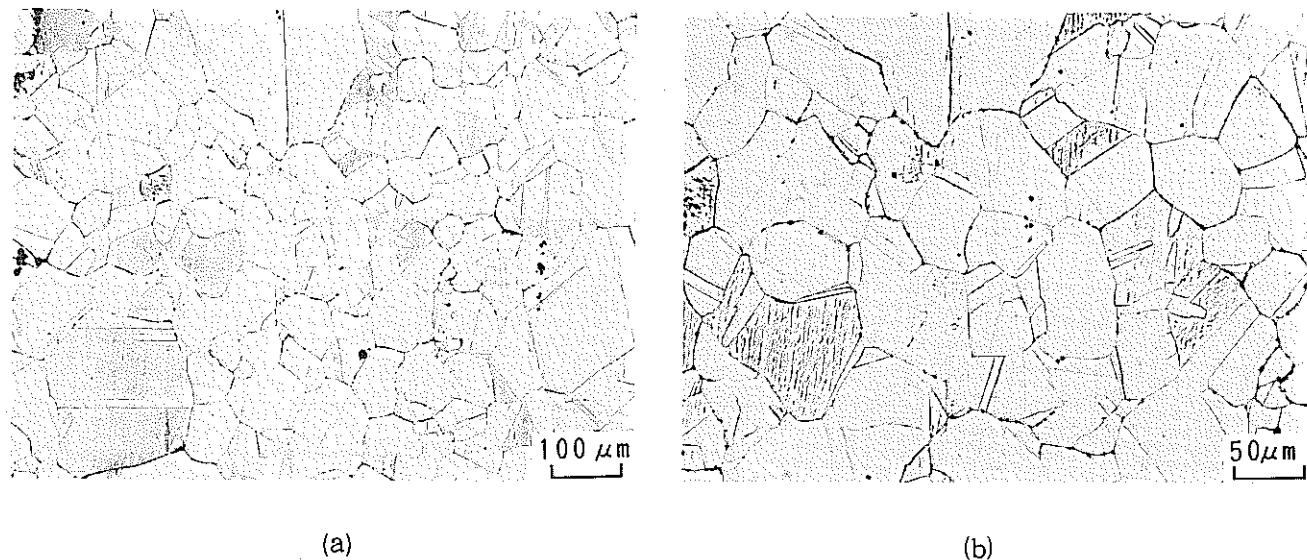


写真20 SUS304のViella試液エッティングによる組織写真

- ・試料: SUS 304 クリープ破断材 (ツバ部)
- ・試験条件: $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 22.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 2787.6 \text{ h}$
- ・試料調製: エッティングとバフ研磨の繰返し

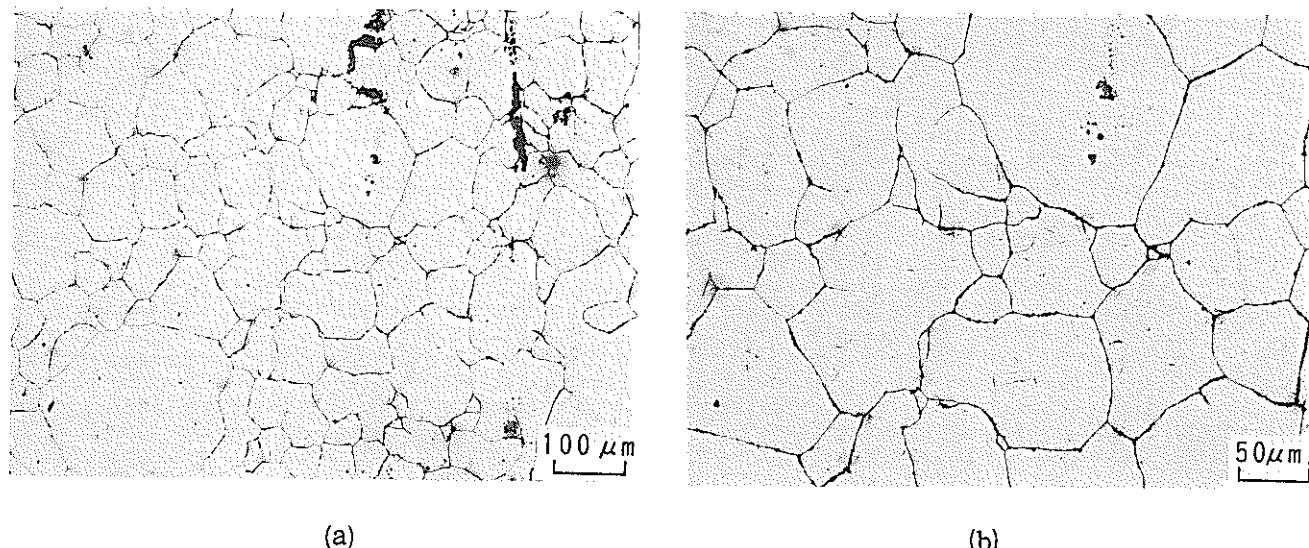
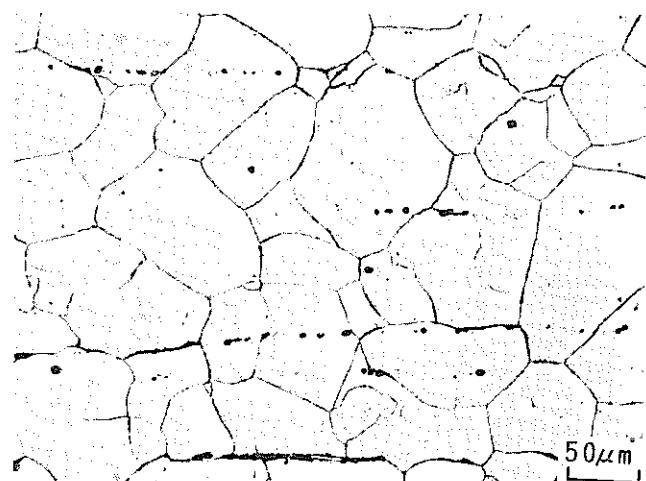


写真21 SUS304のViella試液・過酸化水素水混合液エッティングによる組織写真 (その1)

- ・試料: SUS 304 クリープ破断材 (ツバ部)
- ・試験条件: $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 22.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 2787.6 \text{ h}$
- ・エッティング液: Viella試液+過酸化水素水 (5:0.2)
- ・試料調製: エッティングとバフ研磨の繰返し



(a)



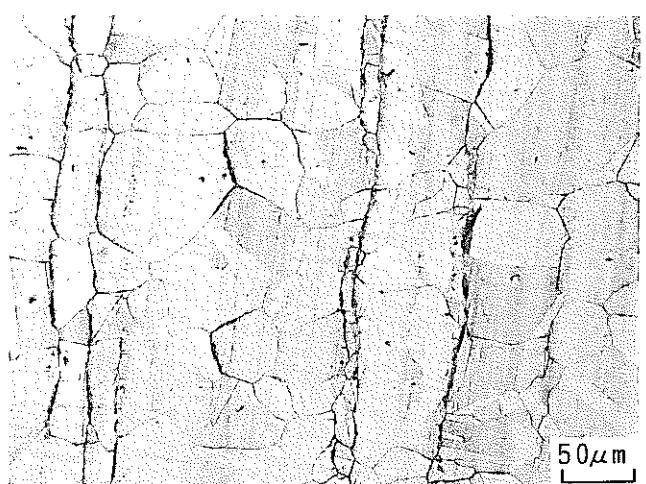
(b)

写真22 SUS304のViella試液・過酸化水素水混合液エッチングによる組織写真（その2）

- ・試 料 : S U S 3 0 4 クリープ破断材 (ネジ部)
- ・試験条件 : $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 22.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 2787.6 \text{ h}$
- ・エッチング液 : Viella試液 + 過酸化水素水 (5 : 0.3)
- ・試料調製 : エッチングとバフ研磨の繰返し



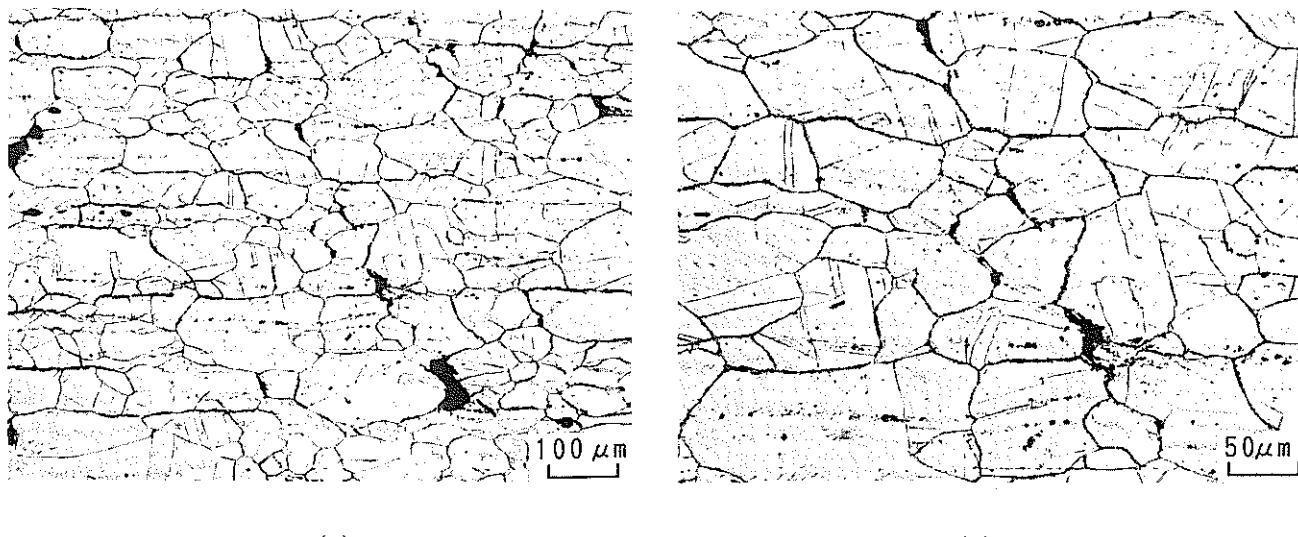
(a)



(b)

写真23 SUS304のKalling 試液エッチングによる組織写真

- ・試 料 : S U S 3 0 4 クリープ破断材 (ツバ部)
- ・試験条件 : $T = 600^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 16.0 \text{ kg/mm}^2$

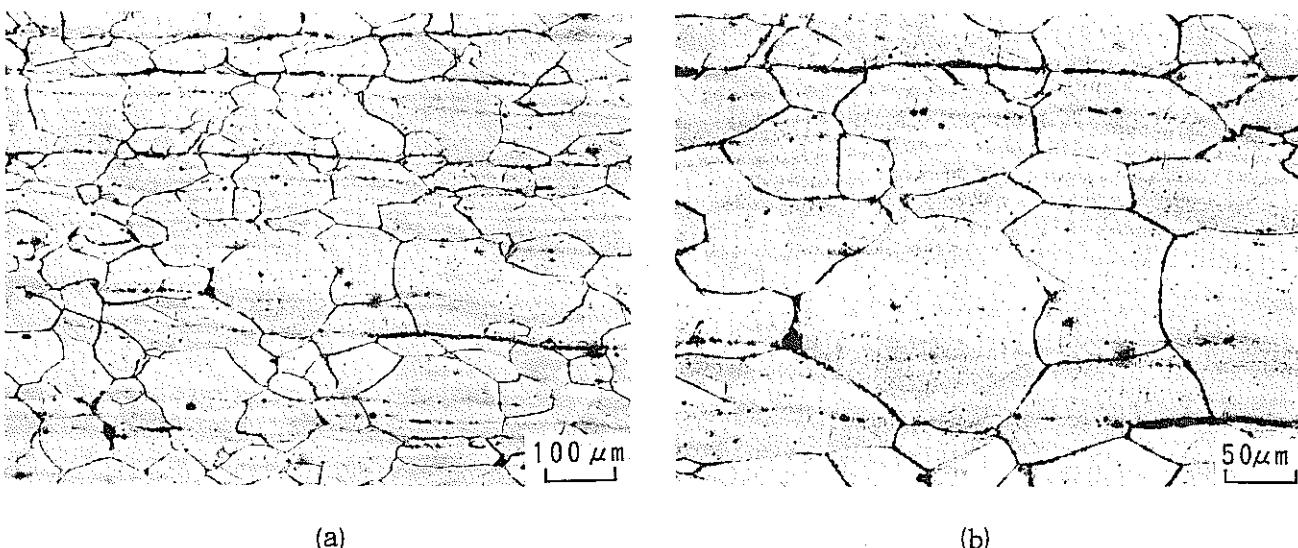


(a)

(b)

写真24 SUS304の塩化第二鉄溶液エッティングによる組織写真（その1）

- ・試 料: S U S 3 0 4 クリープ破断材（破断部近傍）
- ・試験条件: $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 22.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 2787.6 \text{ h}$
- ・エッティング液: 塩化第二鉄溶液 + 硝酸 (10 : 1)
- ・試料調製: エッティング終了後にバフ研磨



(a)

(b)

写真25 SUS304の塩化第二鉄溶液エッティングによる組織写真（その2）

- ・試 料: S U S 3 0 4 クリープ破断材（破断部近傍）
- ・試験条件: $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 22.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 2787.6 \text{ h}$
- ・エッティング液: 塩化第二鉄溶液（硝酸なし）
- ・試料調製: エッティング終了後にバフ研磨

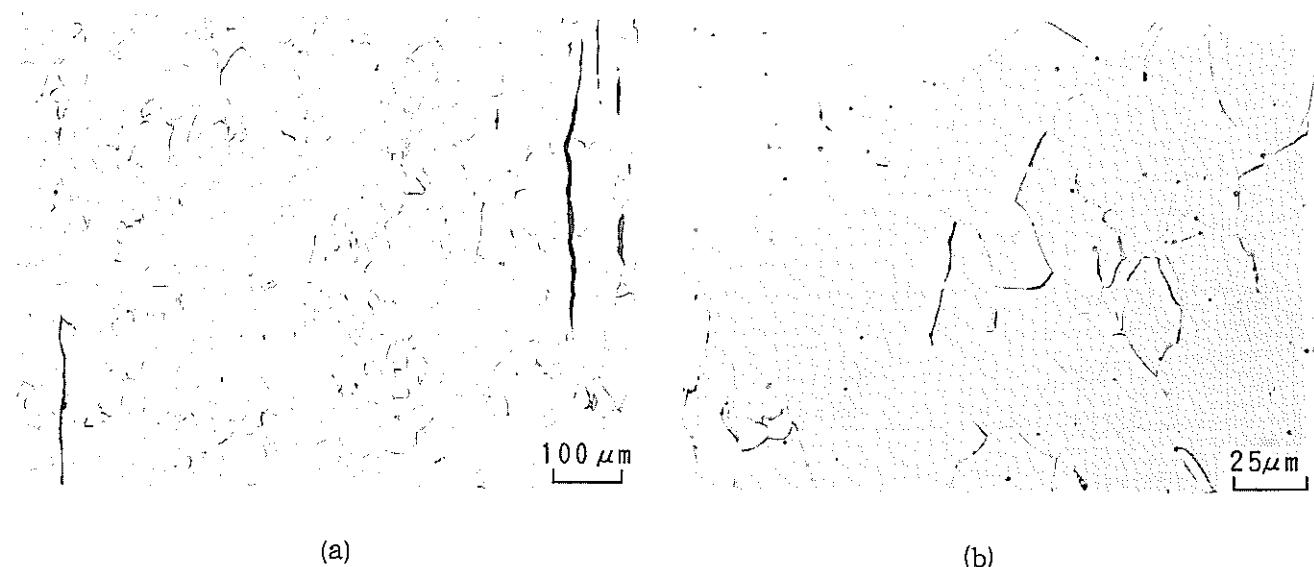


写真26 SUS316の10%塩酸アルコール溶液電解エッティングによる組織写真
・試 料：F B R構造用SUS316 Na中クリープ破断材
・試験条件： $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 43.0 \text{ kg/mm}^2$, 即時破断
・エッティング時間：20秒

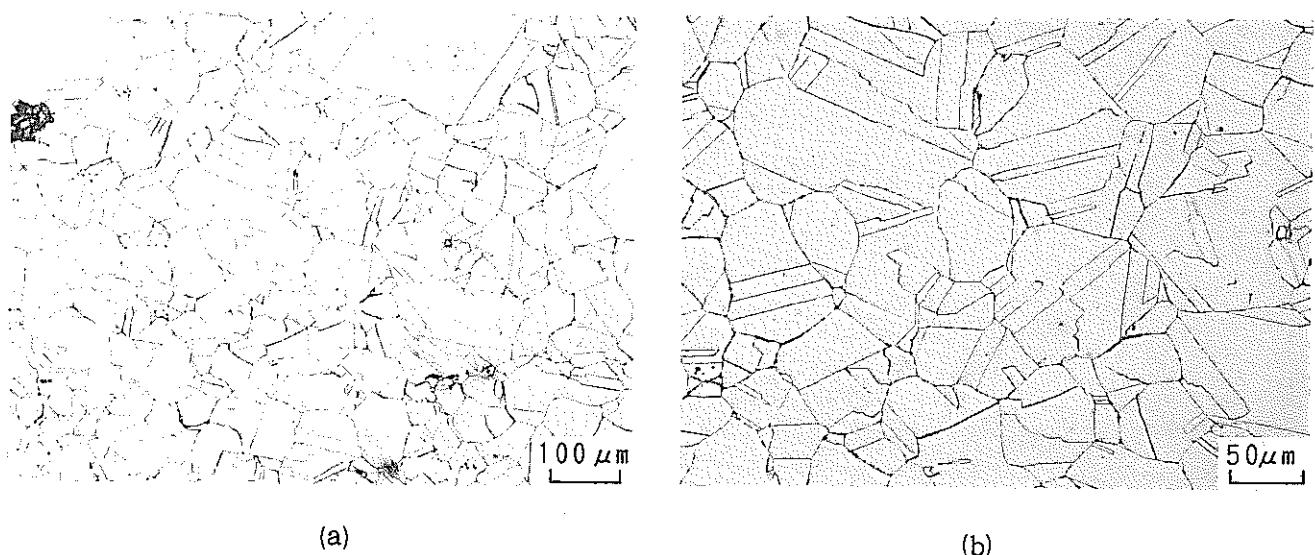


写真27 SUS304の5%硫酸水溶液電解エッティングによる組織写真
・試 料：SUS304 クリープ破断材(ツバ部)
・試験条件： $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 22.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 2787.6 \text{ h}$
・エッティング時間：20秒

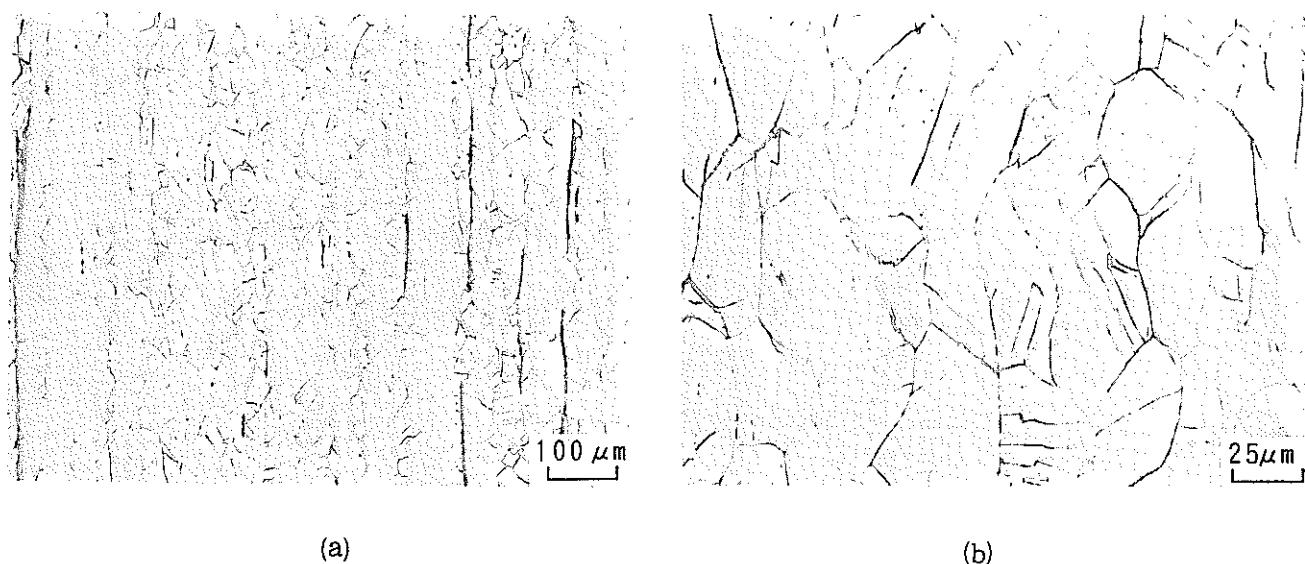


写真28 SUS316の50%硝酸水溶液電解エッティングによる組織写真
•試 料: F B R 構造用 S U S 3 1 6 クリープ破断材
•試験条件: $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 33.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 1979.8 \text{ h}$
•エッティング時間: 2秒

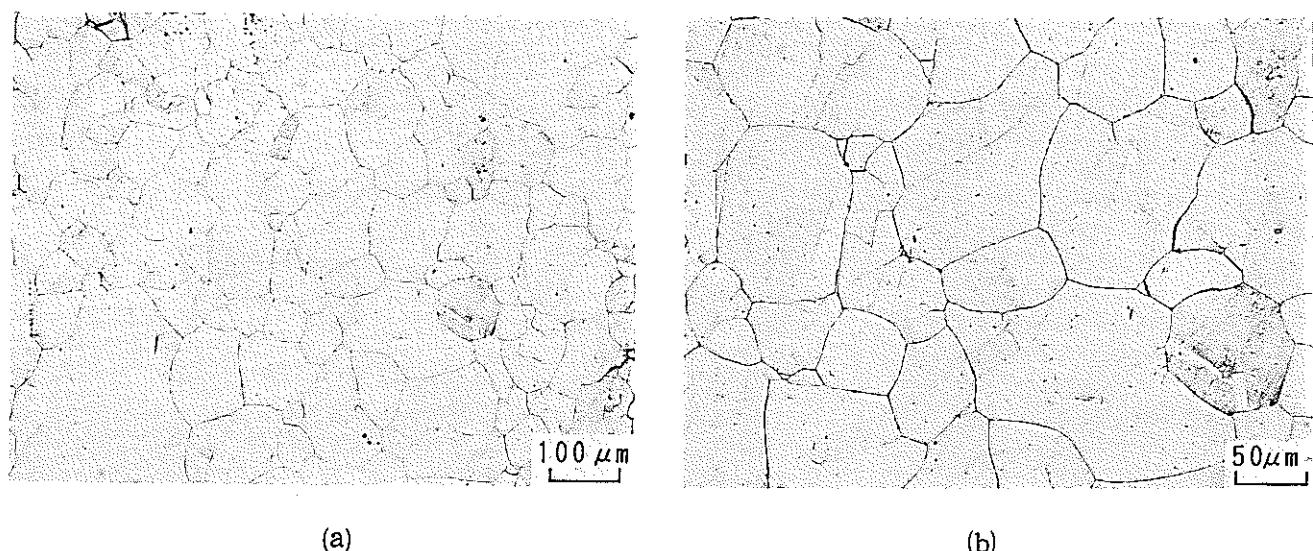
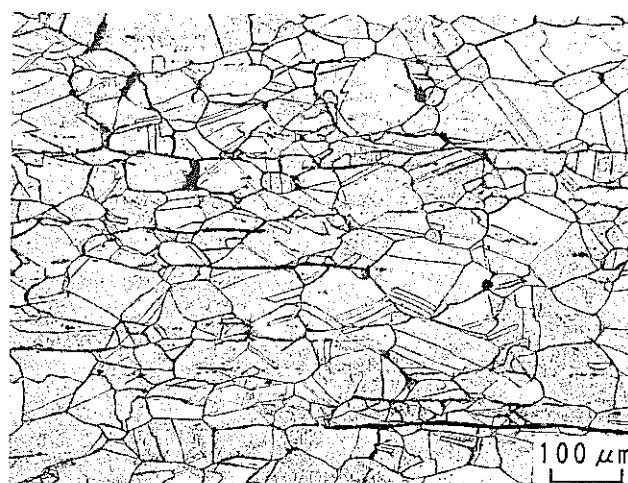
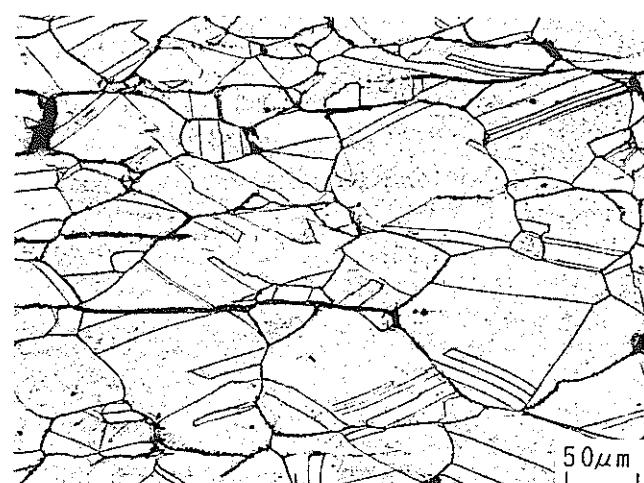


写真29 SUS304の65%硝酸水溶液電解エッティングによる組織写真
•試 料: S U S 3 0 4 クリープ破断材(ツバ部)
•試験条件: $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 22.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 2787.6 \text{ h}$



(a)



(b)

写真30 SUS304の王水・グリセリン混合液電解エッティングによる組織写真（その1）

- ・試 料 : S U S 3 0 4 クリープ破断材（破断部近傍）
- ・試験条件 : $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 22.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 2787.6 \text{ h}$
- ・試料調製 : エッティング終了後にバフ研磨をし、再びエッティング



(a)



(b)

写真31 SUS304の王水・グリセリン混合液電解エッティングによる組織写真（その2）

- ・試 料 : S U S 3 0 4 クリープ破断材（破断部近傍）
- ・試験条件 : $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 22.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 2787.6 \text{ h}$
- ・試料調製 : エッティング終了後にバフ研磨

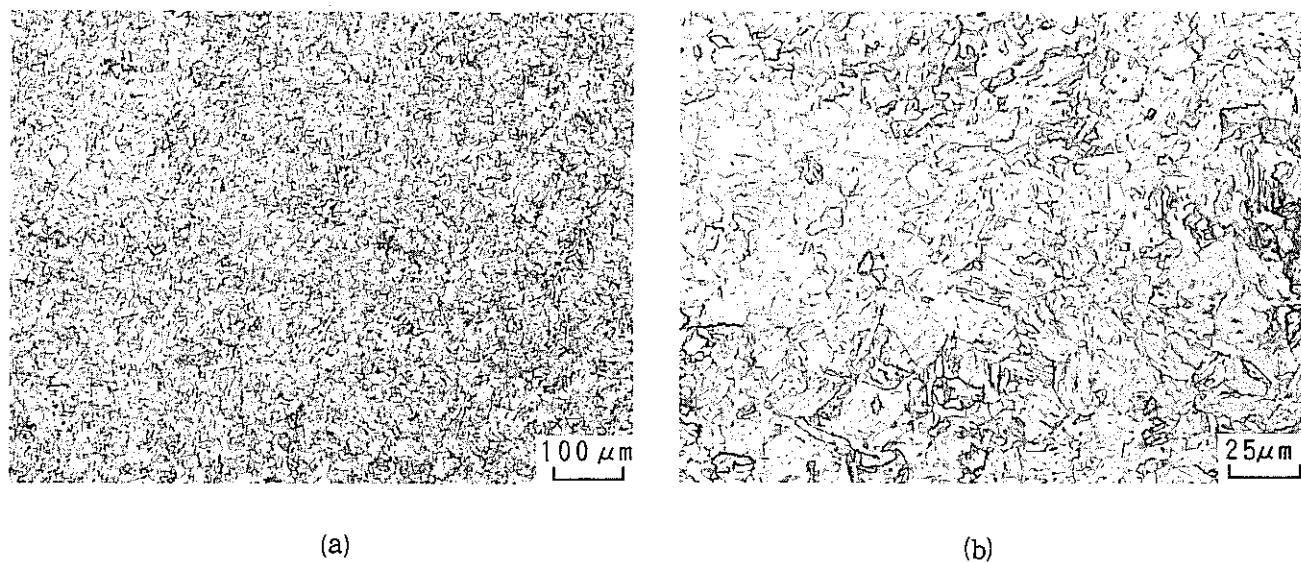
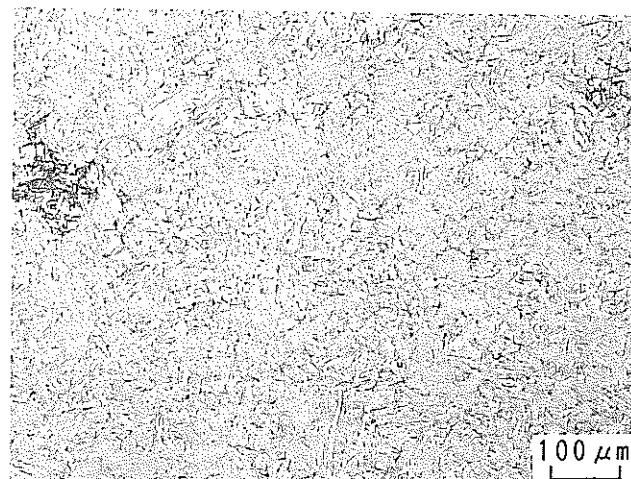


写真32 Mod. 9Cr-1Mo の 5 % 塩酸ピクリン酸溶液エッチングによる組織写真
・試 料 : M o d. 9 C r - 1 M o 鋼 受入れまま
・エッティング時間 : 1 2 0 秒



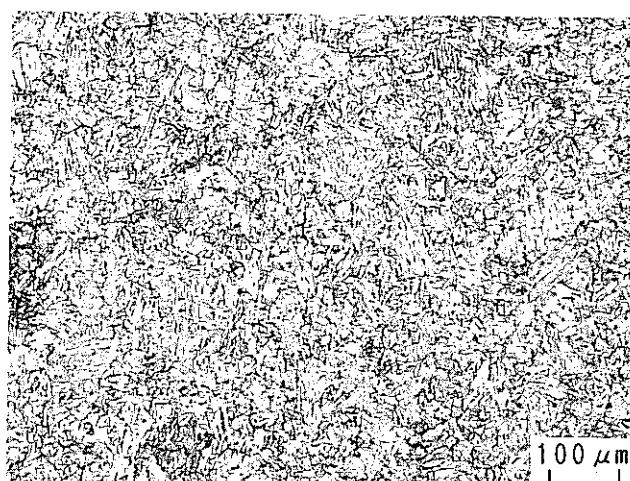
(a)



(a)

写真33 Mod. 9Cr-1Mo の塩化第二鉄ピクリン酸溶液エッティングによる組織写真（その 1）

- ・試 料 : M o d. 9 C r - 1 M o 鋼 受入れまま
- ・エッティング時間 : 4 0 秒



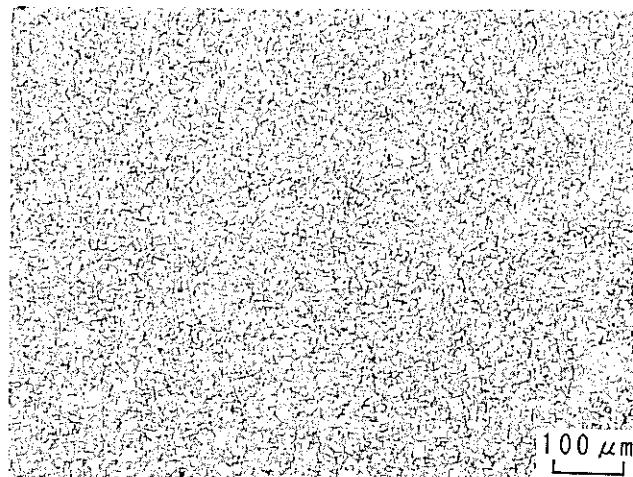
(b)



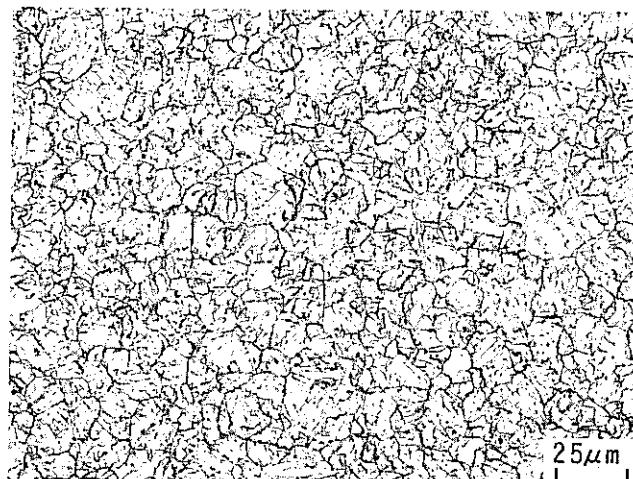
(b)

写真34 Mod. 9Cr-1Mo の塩化第二鉄ピクリン酸溶液エッティングによる組織写真（その 2）

- ・試 料 : M o d. 9 C r - 1 M o 鋼 受入れまま
- ・エッティング時間 : 2 2 0 秒



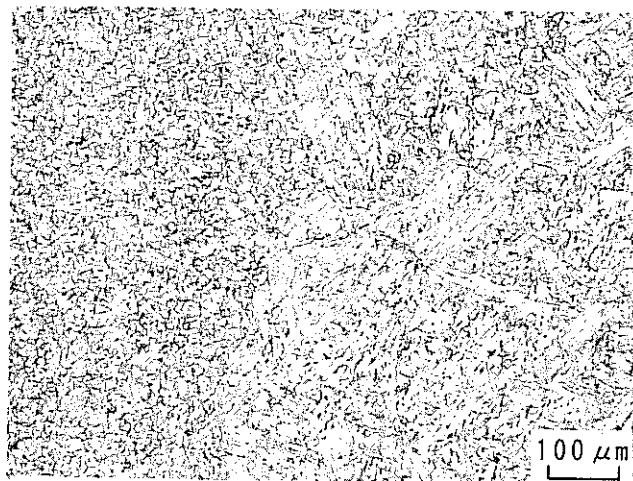
(a)



(b)

写真35 Mod. 9Cr-1Mo の塩化第二鉄溶液エッチングによる組織写真（その 1）

- ・試 料 : M o d. 9 C r - 1 M o 鋼 受入れまま
- ・エッティング時間 : 4 5 秒



(a)



(b)

写真36 Mod. 9Cr-1Mo の塩化第二鉄溶液エッチングによる組織写真（その 2）

- ・試 料 : M o d. 9 C r - 1 M o 鋼 受入れまま
- ・エッティング時間 : 4 5 秒

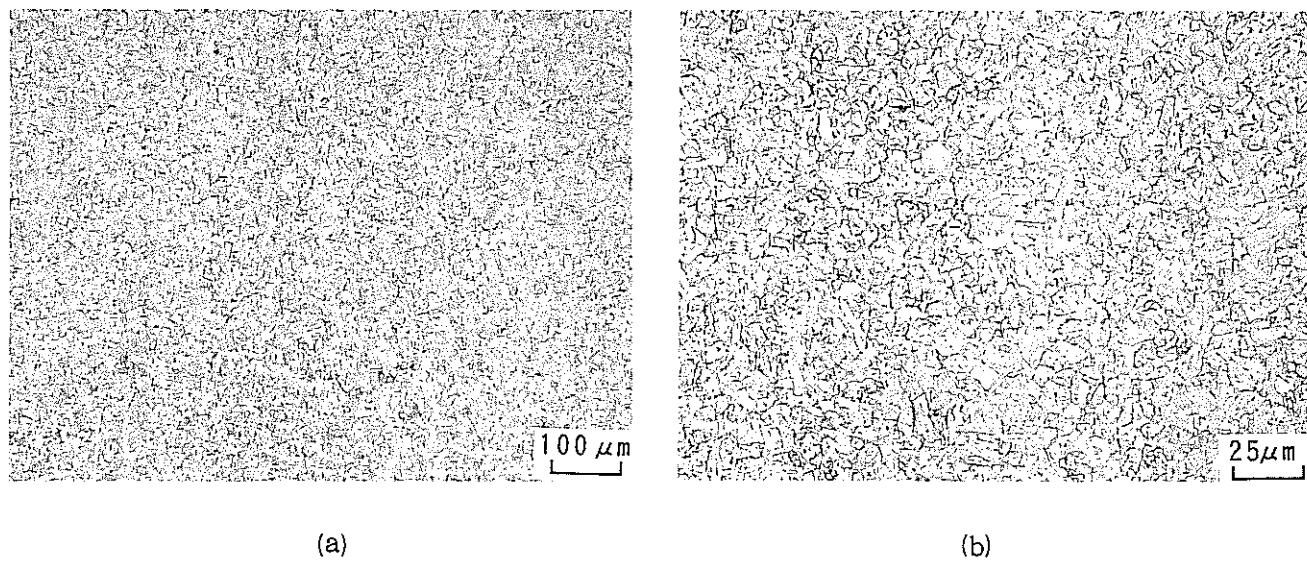


写真37 Mod. 9Cr-1Mo の王水希釀液エッティングによる組織写真（その 1）

- ・試 料: Mod. 9 Cr - 1 Mo 鋼 クリープ破断材
- ・試験条件: $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 17.5 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 12220 \text{ h}$
- ・エッティング時間: 180 秒

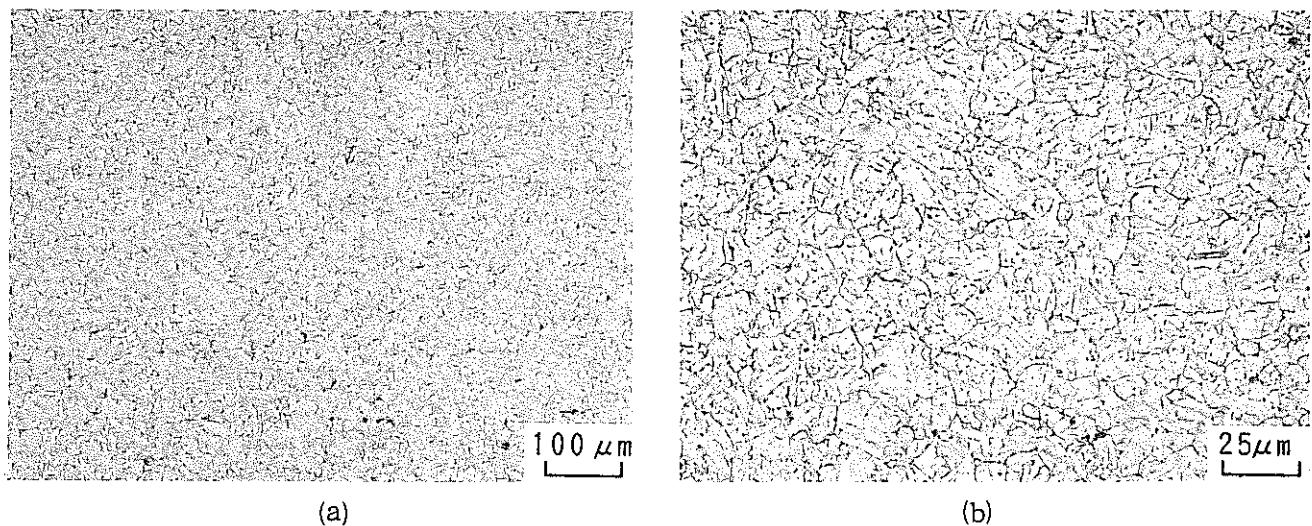
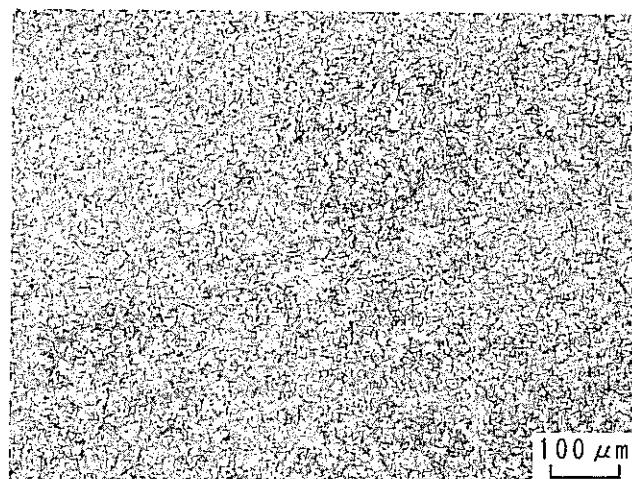
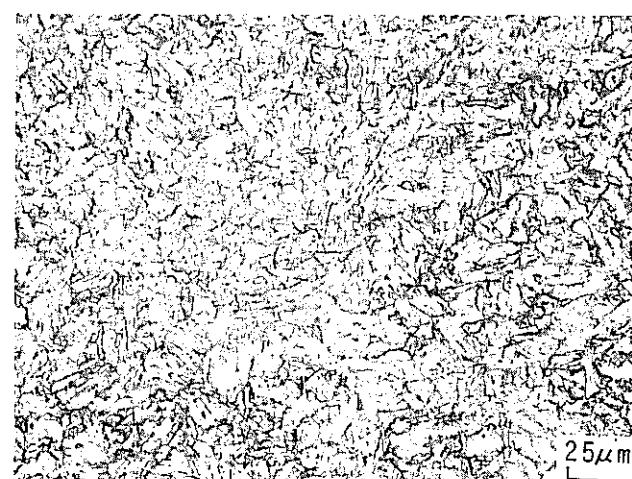


写真38 Mod. 9Cr-1Mo の王水希釀液エッティングによる組織写真（その 2）

- ・試 料: Mod. 9 Cr - 1 Mo 鋼 熱時効材
- ・時効条件: $550^{\circ}\text{C} \times 3000 \text{ h}$



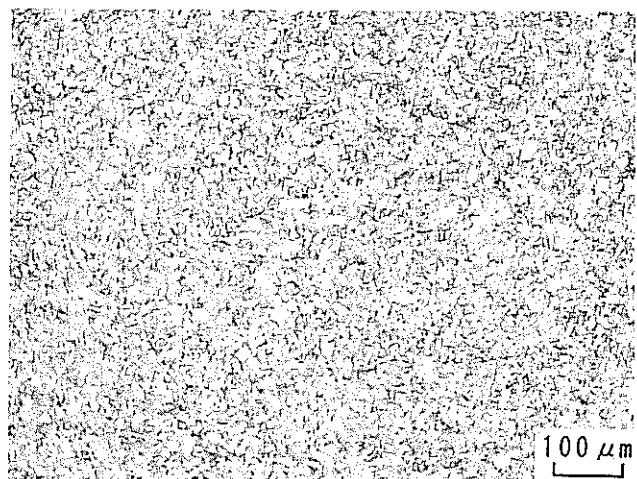
(a)



(b)

写真39 Mod. 9Cr-1Mo のKalling 試液エッチングによる組織写真

- ・試 料 : M o d. 9 C r - 1 M o 鋼 受入れまま
- ・エッティング時間 : 2 5 秒



(a)



(b)

写真40 Mod. 9Cr-1Mo のフッ化水素酸混合液エッティングによる組織写真

- ・試 料 : M o d. 9 C r - 1 M o 鋼 受入れまま
- ・エッティング時間 : 2 0 秒

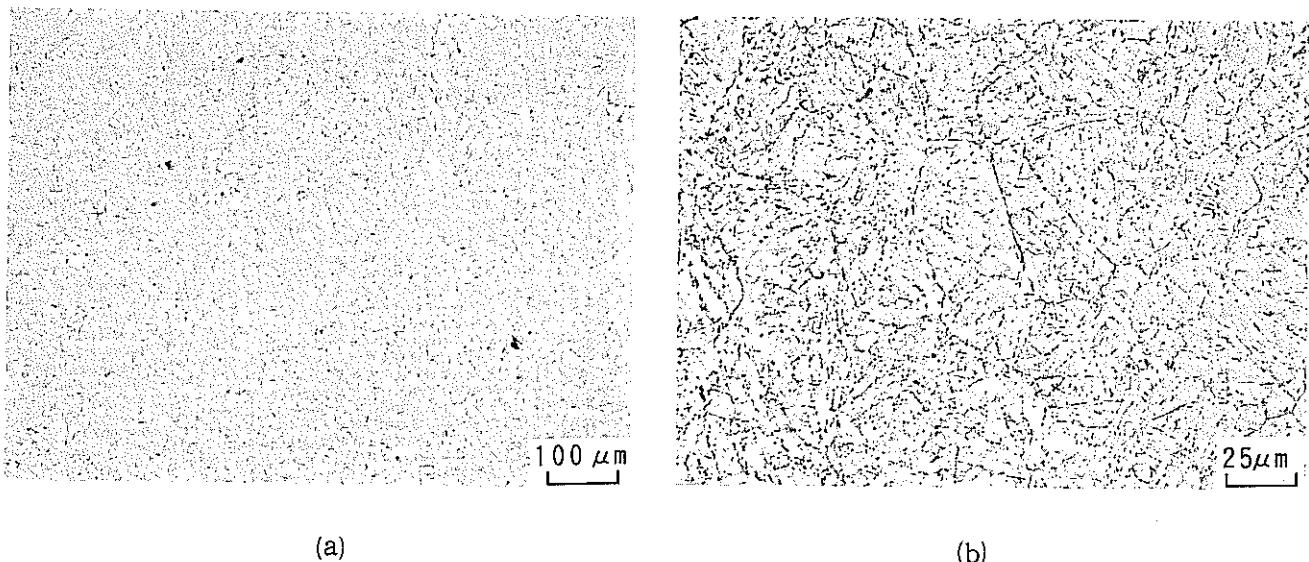


写真41 Mod. 9Cr-1Moの 5 %硫酸水溶液電解エッティングによる組織写真（その 1）
・試 料：Mod. 9 Cr - 1 Mo 鋼 受入れまま
・エッティング時間：40秒

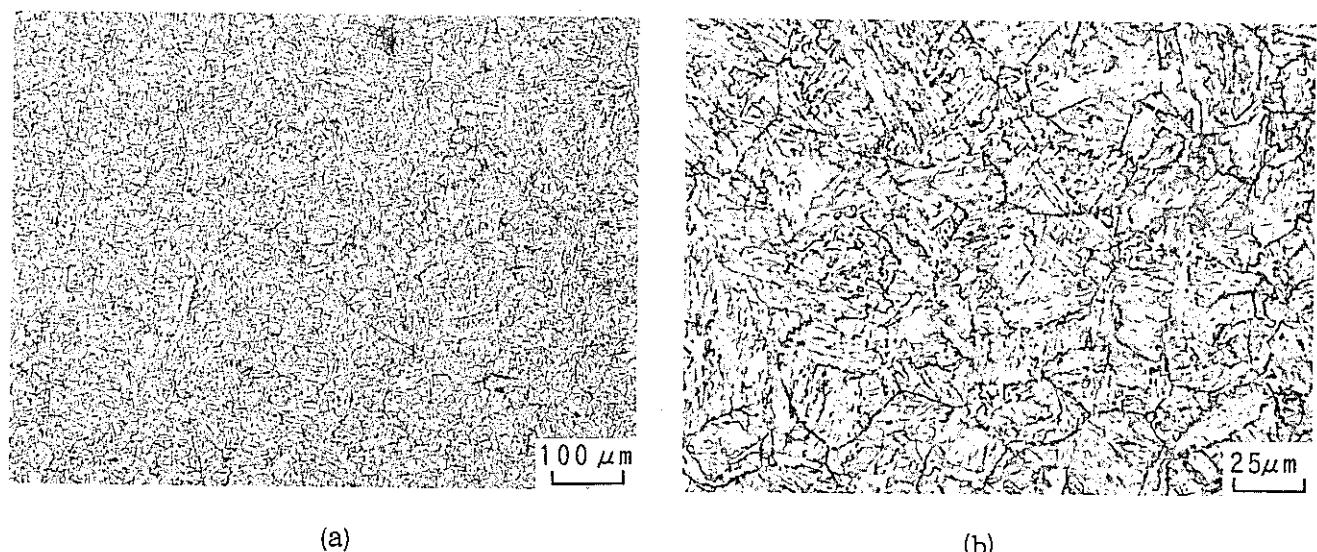


写真42 Mod. 9Cr-1Mo の 5 %硫酸水溶液電解エッティングによる組織写真（その 2）
・試 料：Mod. 9 Cr - 1 Mo 鋼 受入れまま
・エッティング時間：180秒

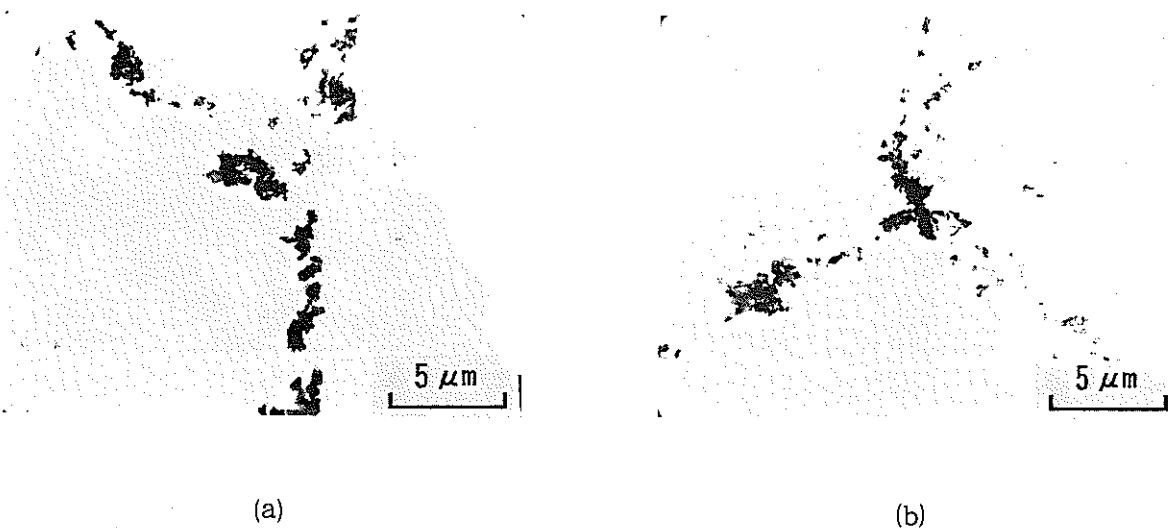


写真43 SUS304のSPEED法によるレプリカ試料のTEM写真

- ・試料: SUS304 クリープ破断材
- ・試験条件: $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 25.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 781.4 \text{ h}$
- ・試料調製: SPEED法による抽出レプリカ

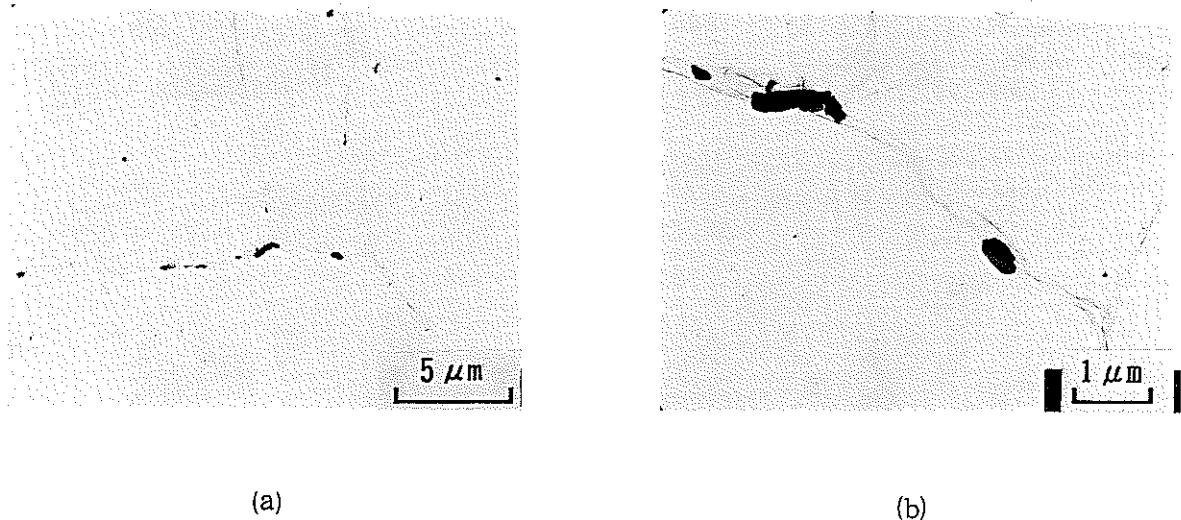
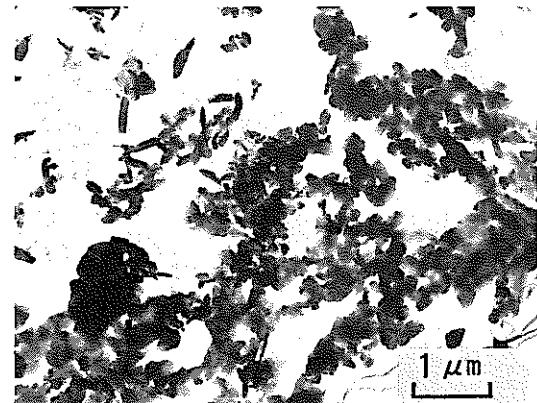
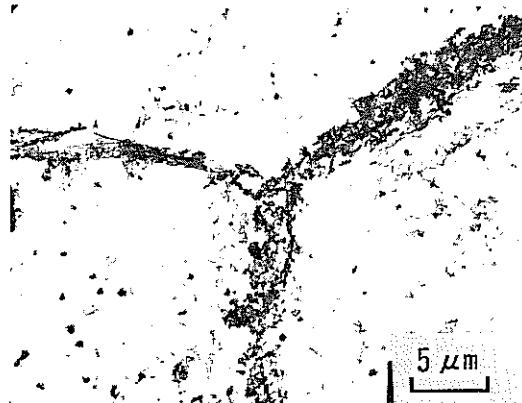


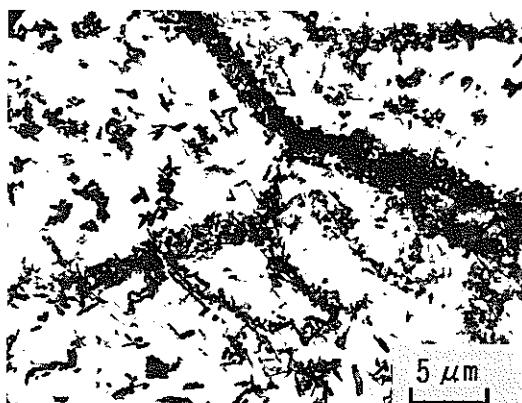
写真44 SUS304の王水エッティングによるレプリカ試料のTEM写真

- ・試料: SUS316 クリープ破断材
- ・試験条件: $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 32.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 1660.2 \text{ h}$
- ・試料調製: 王水エッティングによる抽出レプリカ



(1) レプリカ試料のTEM写真例 1

- ・試 料: F B R 構造用 S U S 3 1 6 クリープ疲労破断材
- ・試験条件: $T = 650^{\circ}\text{C}$, $\Delta \varepsilon_T = 1.0\%$, $t_H = 1\text{ h}$, $N_f = 1050$



(2) レプリカ試料のTEM写真例 2

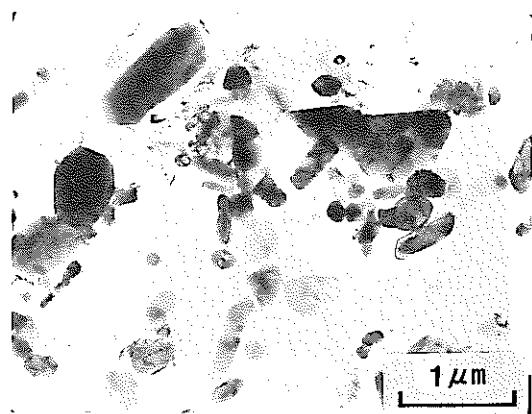
- ・試 料: F B R 構造用 S U S 3 1 6 クリープ疲労破断材
- ・試験条件: $T = 750^{\circ}\text{C}$, $\Delta \varepsilon_T = 1.0\%$, $t_H = 1\text{ h}$, $N_f = 742$



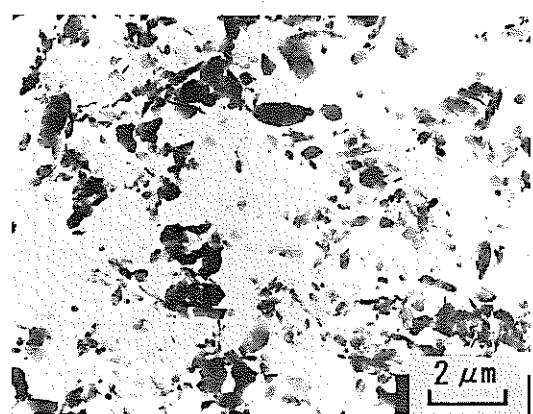
(3) レプリカ試料のTEM写真例 3

- ・試 料: F B R 構造用 S U S 3 1 6 クリープ疲労破断材
- ・試験条件: $T = 850^{\circ}\text{C}$, $\Delta \varepsilon_T = 1.0\%$, $t_H = 1\text{ h}$, $N_f = 363$

写真45 SUS316のS P E E D法によるレプリカ試料のTEM写真



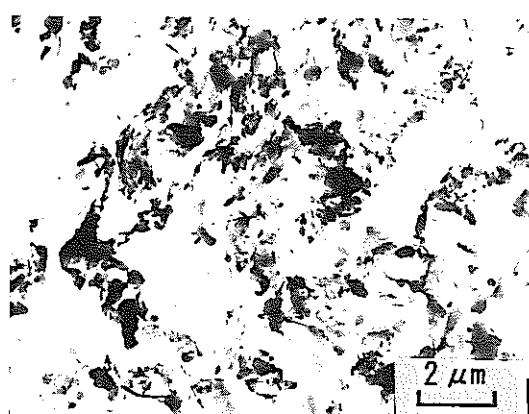
(a)



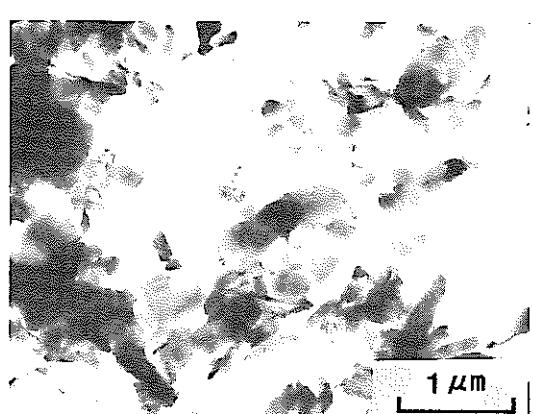
(b)

写真46 Mod. 9Cr-1Mo の S P E E D 法によるレプリカ試料の T E M 写真 (その 1)

- ・試 料 : Mod. 9 Cr - 1 Mo 鋼 受入れまま
- ・試料調製 : S P E E D 法による抽出レプリカ



(a)



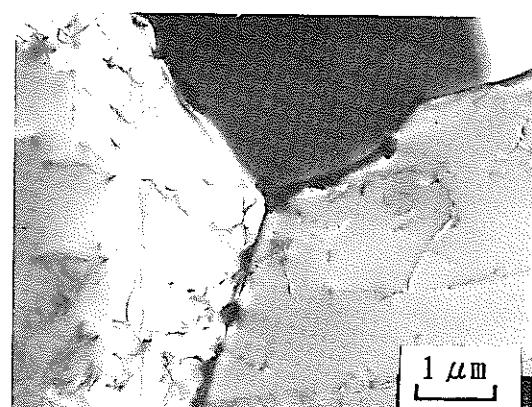
(b)

写真47 Mod. 9Cr-1Mo の S P E E D 法によるレプリカ試料の T E M 写真 (その 2)

- ・試 料 : Mod. 9 Cr - 1 Mo 鋼 クリープ破断材
- ・試験条件 : $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 18.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 4567.3 \text{ h}$
- ・試料調製 : S P E E D 法による抽出レプリカ



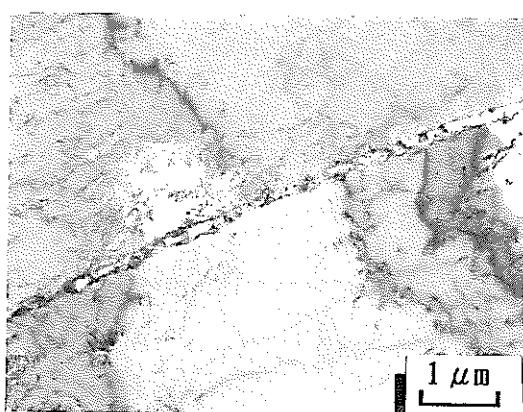
(a)



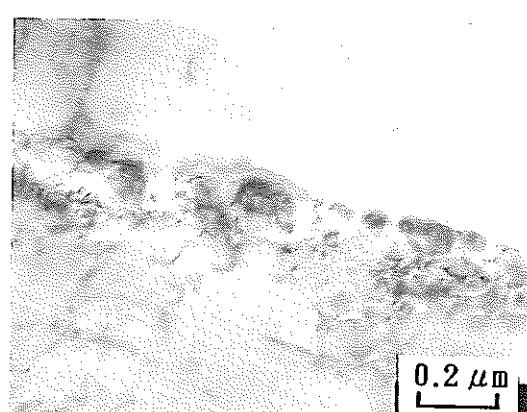
(b)

写真48 SUS304の薄膜試料のTEM写真（その1）

・試 料：SUS304 受入れまま



(a)

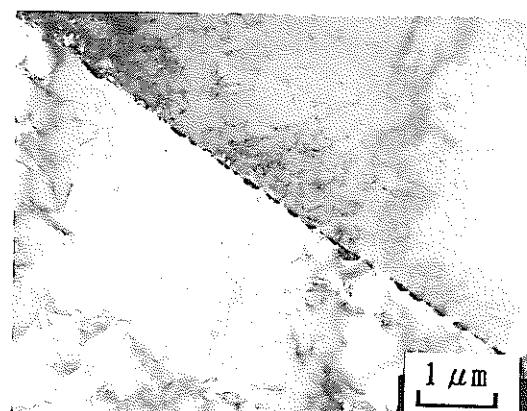


(b)

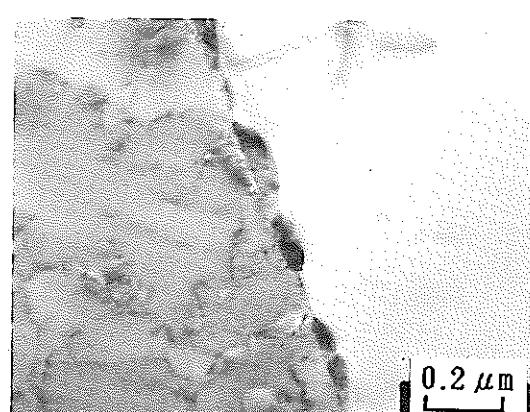
(1) 薄膜試料のTEM写真例1

・試 料：SUS304 クリープ疲労中斷材

・試験条件： $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\Delta \varepsilon_t = 0.5\%$, $t_H = 10\text{ h}$, $N = 23$ ($N_f/50$ で中斷)



(a)



(b)

(2) 薄膜試料のTEM写真例2

・試 料：SUS304 クリープ疲労中斷材

・試験条件： $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\Delta \varepsilon_t = 0.5\%$, $t_H = 10\text{ h}$, $N = 56$ ($N_f/20$ で中斷)

写真49 SUS304の薄膜試料のTEM写真（その2）

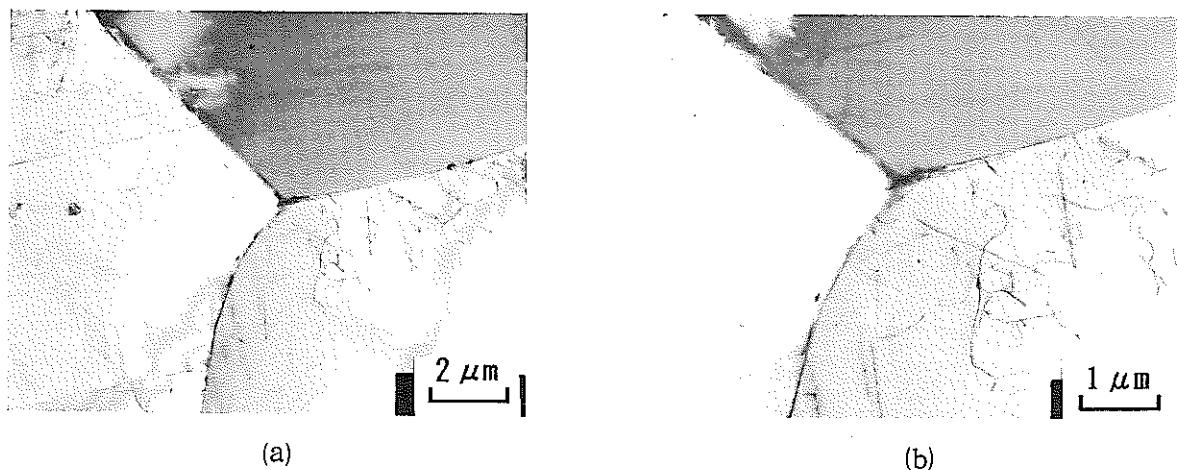
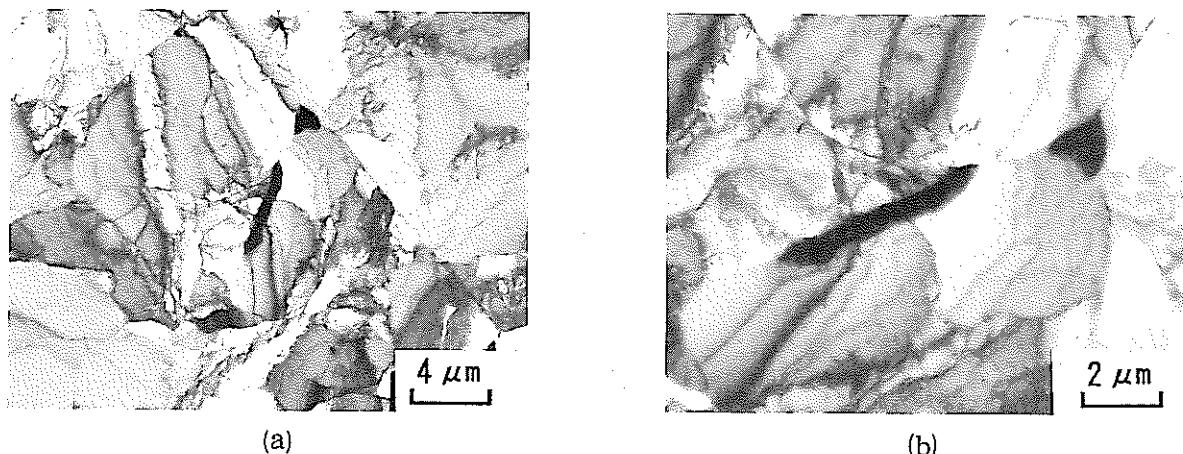
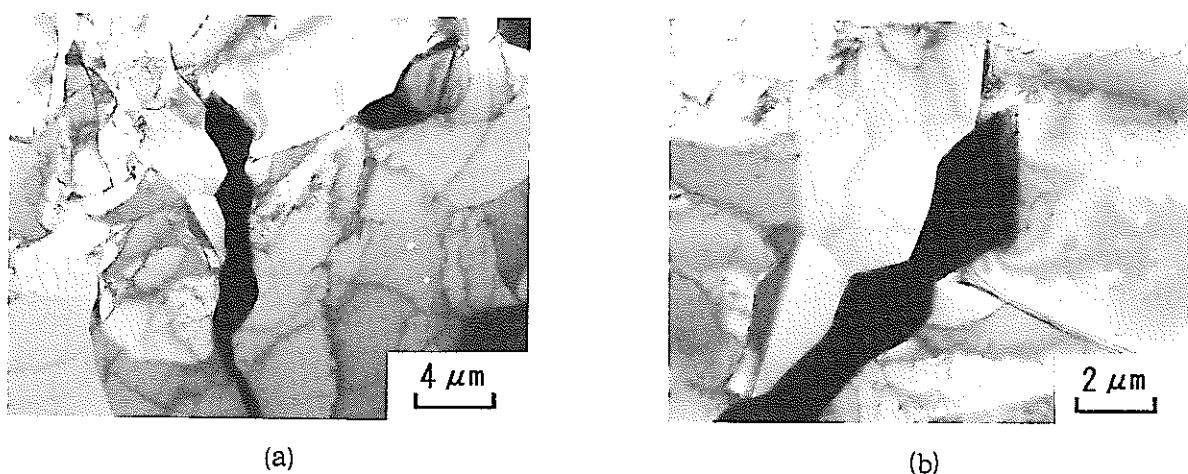


写真50 SUS316の薄膜試料のTEM写真（その1）
・試 料：S U S 3 1 6 受入れま

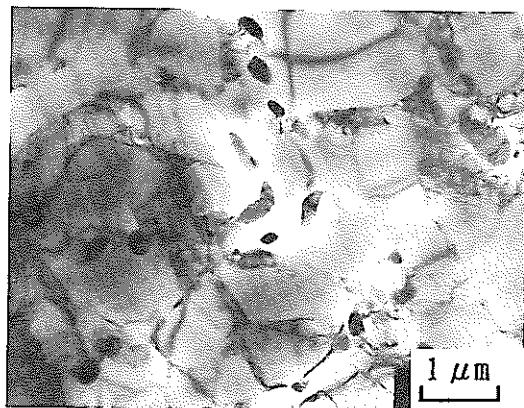


(1) 薄膜試料のTEM写真例 1
・試 料：F B R 構造用 S U S 3 1 6 クリープ破断材
・試験条件：T = 8 0 0 °C, σ = 3. 5 kg/mm², t r = 3 2 1 4. 2 h

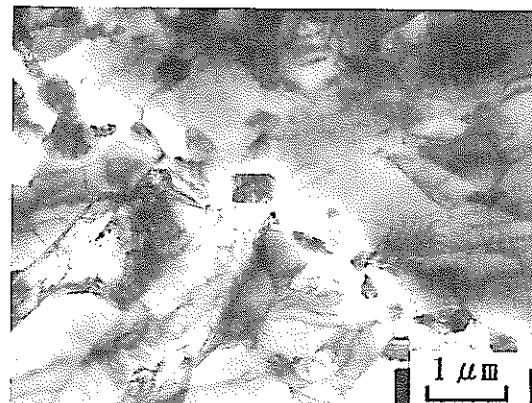


(2) 薄膜試料のTEM写真例 2
・試 料：F B R 構造用 S U S 3 1 6 クリープ破断材
・試験条件：T = 8 0 0 °C, σ = 8. 0 kg/mm², t r = 5 6. 4 h

写真51 SUS316の薄膜試料のTEM写真（その2）

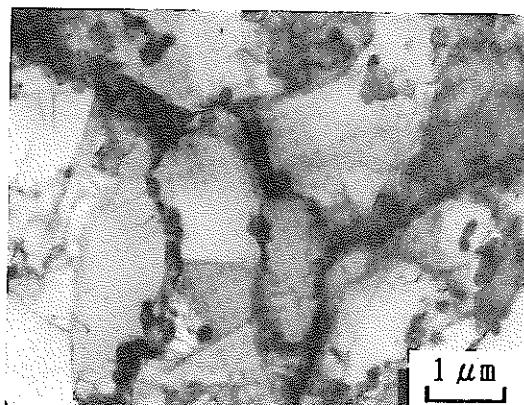


(a)

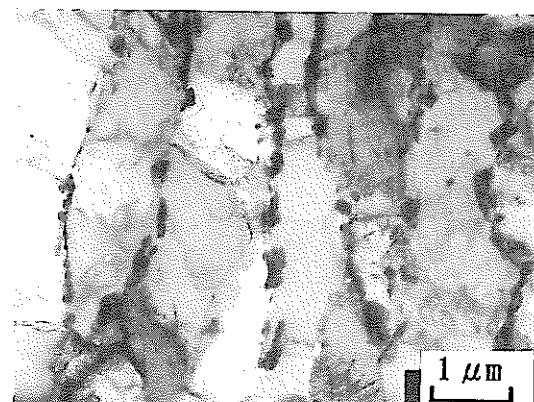


(b)

写真52 Mod. 9Cr-1Mo の薄膜試料の TEM写真 (その 1)
・試 料 : M o d. 9 C r - 1 M o 鋼 受入れま

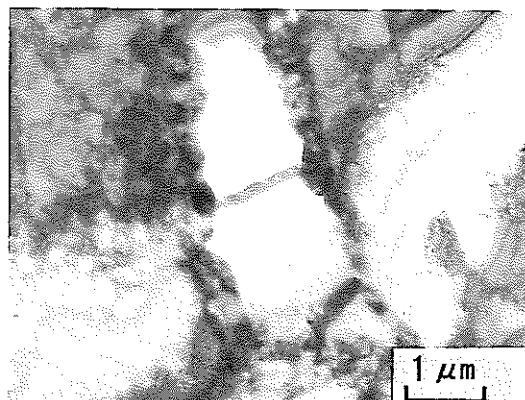
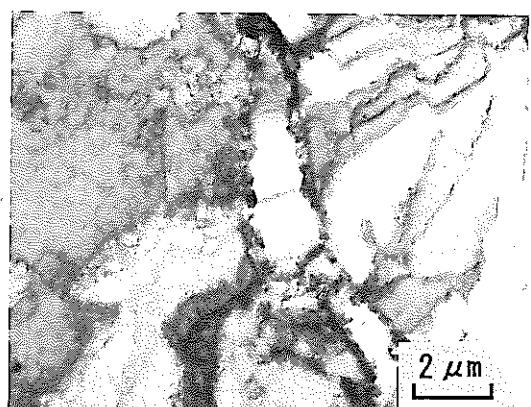


(a)



(b)

写真53 Mod. 9Cr-1Mo の薄膜試料の TEM写真 (その 2)
・試 料 : M o d. 9 C r - 1 M o 鋼 クリープ破断材
・試験条件 : $T = 550^\circ\text{C}$, $\sigma = 18.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 4567.3 \text{ h}$

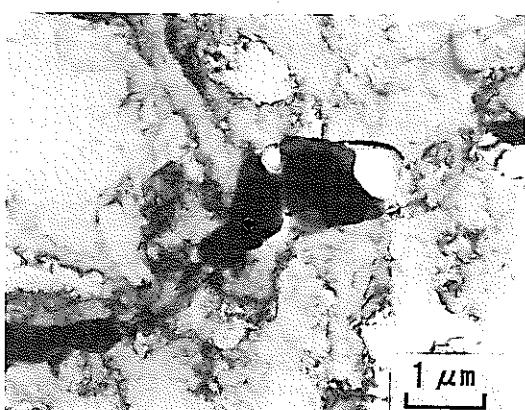
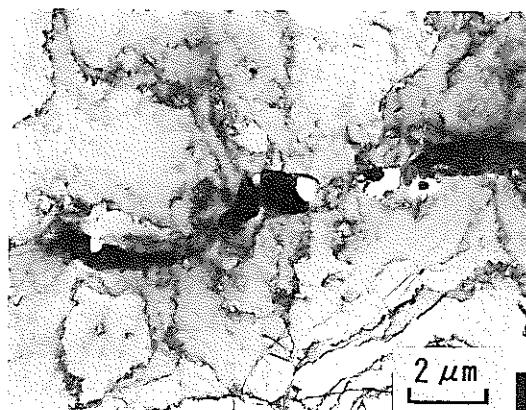


(a)

(b)

写真54 SUS304溶接金属の薄膜試料のTEM写真

- ・試 料 : S U S 3 0 4 の T I G 溶接金属 (308系溶接材料) クリープ破断材
- ・試験条件 : $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 20.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r = 2107.2 \text{ h}$



(a)

(b)

写真55 SUS316溶接金属の薄膜試料のTEM写真

- ・試 料 : S U S 3 1 6 の T I G 溶接金属 (316系溶接材料) クリープ疲労破断材
- ・試験条件 : $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\Delta\varepsilon_r = 0.5\%$, $t_H = 1 \text{ h}$, $N_f = 1491$



(a)

(b)

写真56 SUS321溶接金属の薄膜試料のTEM写真

- ・試 料 : S U S 3 2 1 の T I G 溶接金属 (321系溶接材料) クリープ中断材
- ・試験条件 : $T = 550^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 22.0 \text{ kg/mm}^2$, $t_r > 31000 \text{ h}$