

銅と銅合金の金属組織 学試料作製

アプリケーション ノート

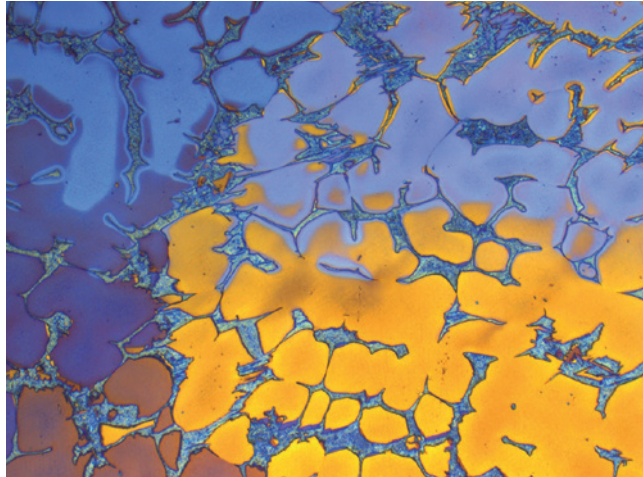
銅は金と錫とともに、古代の人間が初めて使用する金属でした。形成と成形が容易なこととその魅力的な色と耐食性は、初期の兵器、ジュエリー、礼拝用器物、日常的な家庭用品の製造に広く使用されている理由の1つでした。

金属銅は紀元前9000年頃から知られ始め、紀元前5000年までには広く使用されるようになりました。錫との合金としての価値が認識されると、青銅器時代が誕生し、ヨーロッパと地中海諸国における多大な文化的・経済的発展を促進しました。

歴史的に、銅の鑄造には長い歴史がありますが、銅とその合金の熱間圧延と押出成形が行われたのは1920年代からです。現在、製造される銅のほとんどは鍛造形態で、高伝導銅はケーブル、開閉装置部品、変圧器、モーター巻線、発電機に広く使用されています。無酸素銅は、主に電子産業で使用されています。

銅の耐食性と高い熱伝導率は、化学、食品・飲料業界のチューブ、容器、熱交換器に適しています。従来の水管および加熱管用途の銅の他、近年では、酸化銅シートを使用したファサードが設計に多く採用されています。

銅と銅合金の金属組織学は、酸化銅の含有量を定性化および定量化することにより、粒度測定と純度チェックに使用されます。場合によっては、特定の真鍮



アルミニウム青銅、CuAl8は、 α - δ 共析品を有する樹枝状構造を示す。Klemm法によるカラーエッチング、偏光、100x。

で、鉛の分布が機械加工工程に影響を与える可能性があるため、検査する必要があります。鑄造合金では、共晶または鉛の一般的な微細構造および分布が、収縮孔または多孔性の存在とともに評価されています。



銅と銅合金の試料作製における課題

純銅は柔らかく延性があり、変形しやすい、傷がつきやすい傾向があります。

青銅やより硬い真鍮の一部も、深刻な傷を受ける場合があります。

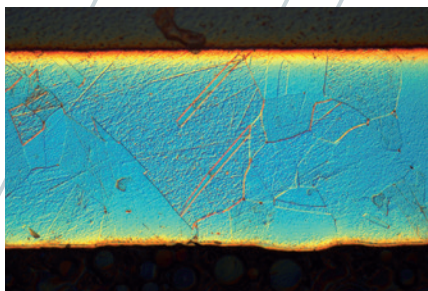


図1: OP-S懸濁液で仕上げ琢磨を行った純銅線、DIC、200x。

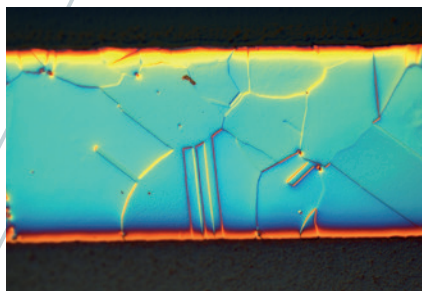


図2: OP-S懸濁液・アンモニア水・過酸化水素混合物の仕上げ琢磨を使用した図1と同じ試料、DIC、200x。

ソリューション

- 粗い研磨剤を避ける
- 柔らかい布を使った十分なダイヤモンド琢磨
- 化学機械的な精研磨

生産と用途



図3:
電解精錬

銅
原材料から電解銅まで

金属銅は自然に生成されますが、主に冶金製錬プロセスにおいて硫化鉱から抽出されています。少量の銅も湿式製錬法によって製造されます。銅生産工程の4つのステップの簡単な説明を以下に示します。

1. 銅マット、75% Cu:

抽出を目的とするこの最初の精錬工程では、主に黄銅鉱 (CuFeS_2) である銅精鉱を酸素自溶炉のフラックスにより溶解して銅マットを作ります。マットは硫化銅と硫化鉄の混合物で、約75%の銅を含みます。

2. 粗銅、96-98% Cu:

転炉の中で液体マットに空気が吹き込まれ、硫化物が酸化されます。結果として生じる粗銅には、約96-98%の銅が含まれます。

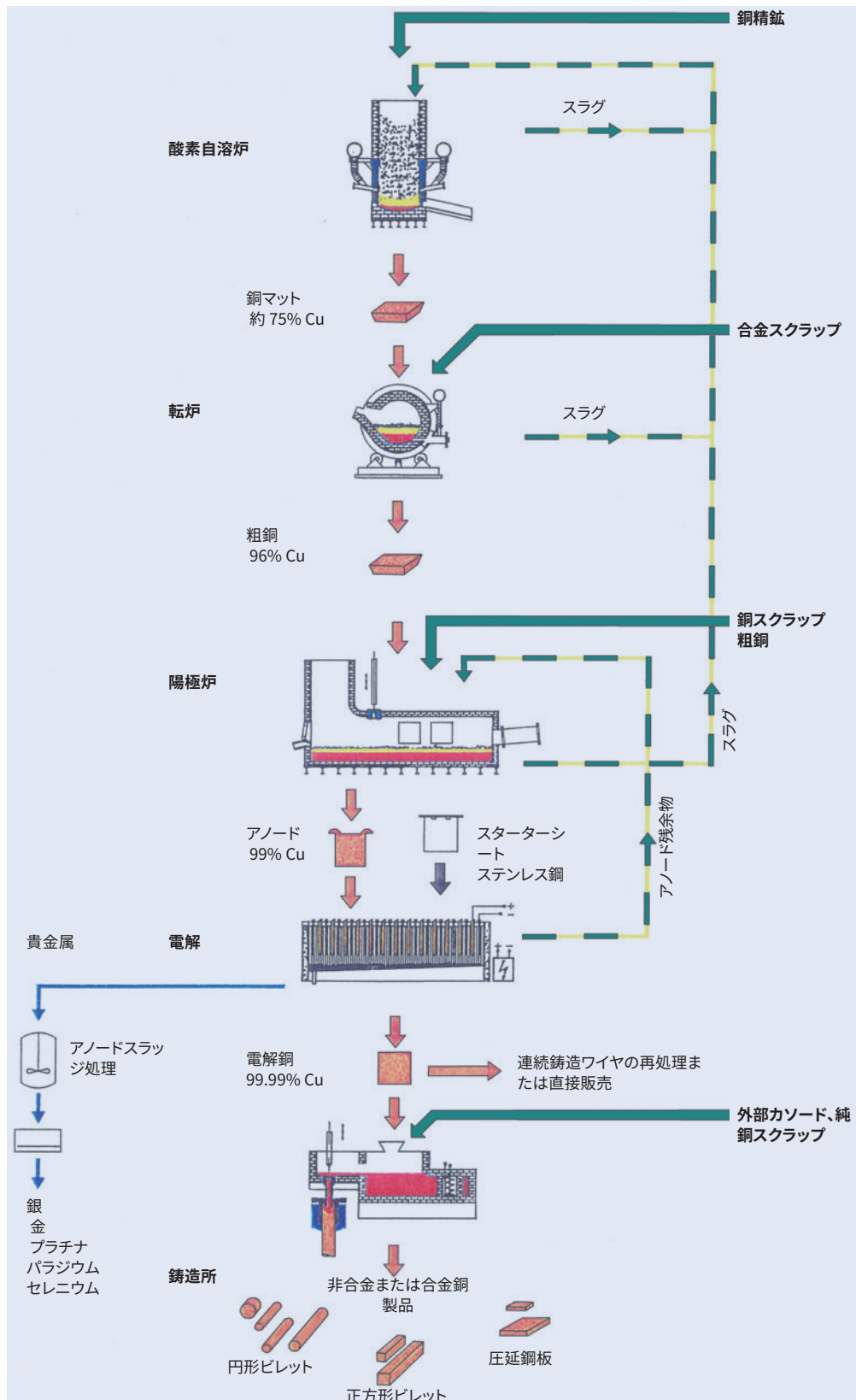
3. 陽極銅、99% Cu:

粗銅はアノード陽極炉で精錬されます。銅スクラップと電解精錬からの陽極の残りとともに溶かされます。溶解物に空気を吹き込むことで酸化雰囲気が発生され、不純物が還元され、スラグとして放出されます。酸化銅は銅を脆化させるため、溶解物の酸素含有量を0.1%未満に抑える必要があります。天然ガスを溶解物に吹き込むことで酸素含有量を減少させ、酸化銅を銅に還元し、蒸気と二酸化炭素を放出します。得られた銅は99%純粋でアノードに铸造した後、電解精錬に使用されます。

4. 電解精錬、銅陰極、99.99% Cu:

銅陽極は、依然としてニッケル、鉛、銀、パラジウム、金などの金属で汚染されています。電解精錬プロセスでは、高純度の銅が製造され、不純物は電解セルの底に落とされて回収されます。硫酸と硫酸銅(II)の溶液は、電解質として機能します。直流電流を流すと、アノードで酸化が発生し、アノード中の銅が溶解し、純銅またはステンレス鋼のカソード「スターターシート」に純銅が析出され、そこから機械的に除去されます。

この純銅のカソード板を50%純銅スクラップで溶かし、平板、円形ビレット、正方形ビレットに铸造した後、シート、パイプ、ワイヤー、铸造物に変換します。(今



銅生産の簡略概略図



図4:
飲料水分配用の制御バルブ。

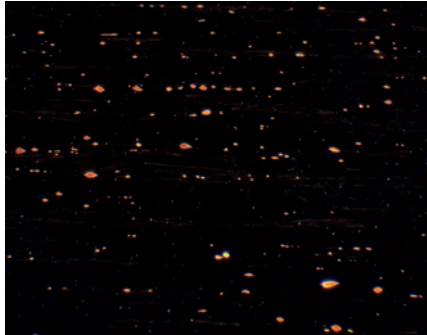


図5: 赤色酸化銅を含む銅、暗視野、500x。

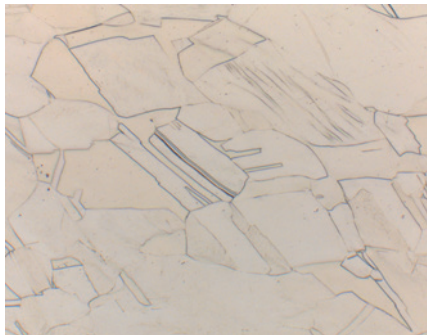


図6: ペルオキシ二硫酸アンモニウムでエッチングされた無酸素銅、100x。

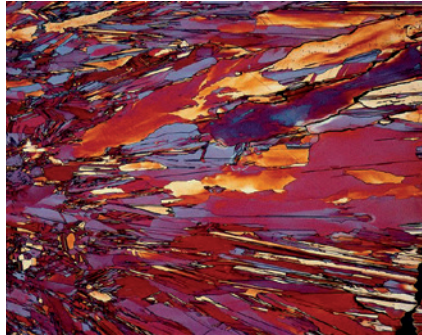


図7: Klemm法により エッチングされた銅カソード、100x。

日の銅の需要のほぼ半分は銅スクラップと再生銅で構成されています。)

純度が高くなるにつれ、電気伝導率と熱伝導率も高まり、銅の価格も上昇します。そのため、純銅の使用は製品の用途によって異なります。その優れた特性により、電子製品用の無酸素銅 (OFE) は、真空技術および電子管における半導体、スイッチ、シーリングリングの基礎材料として使用されます。

最も大量の銅は、ファサード、屋根、飲料水管、加熱設備に使用されるとともに、電気部品産業でモーターコイル、発電機、電源システムに利用されています。またその他の応用分野に、極低温および空調技術、化学産業、飲料および醸造技術などがあります。

銅合金

銅合金には幅広い種類がありますが、銅にとって最も重要な合金元素は亜鉛 (真鍮) とスズ (青銅) です。最も重要な合金とその用途のいくつかについて、以下のセクションで簡単に説明します。

真鍮は、5-45% の亜鉛を含む銅合金です。銅は亜鉛に対して高い溶解度を持ち、合金は非常に均質です。28% 未

満の亜鉛を含む真鍮は赤真鍮と呼ばれ、特に加工に適しています。亜鉛含有量が増加すると、赤銅色が黄銅の黄色に変わります。37% までの亜鉛合金は α - 固溶体で構成され、冷間成形に適しています。亜鉛含有量が増加すると真鍮は硬くなり、機械加工が容易になります。38%の亜鉛から、合金は熱間成形に適した二相 α - β の微細構造を表示します。アルミニウム、マンガン、鉄、ニッケル、スズを添加することにより、特定の化学的または機械的性質を持つ特殊なタイプの真鍮を製造することができます。少量の鉛を追加することで、真鍮の機械加工性が向上します。

亜鉛含有量に応じて、時計やジュエリーから電気技術 (CuZn5)、スプリング、ネジ、ピン、鍛造部品 (CuZn30)、電機子 (CuZn40)、耐海水ポンプハウジング用ベアリング (CuZn10Sn2) まで、さまざまな分野でさまざまな真鍮が使用されています。

青銅は銅スズ合金で、最大 8.5% のスズを有する鑄造合金、通常 9-12% のスズを有する鑄造合金、および最大 20% のスズを有するいわゆるベルキャストに分けられます。

ベアリングなどの必要な特性に応じて、少量の亜鉛とリンを鍛造合金に添加することができます。これらの合金はリン青銅と呼ばれます。鉛、ニッケル、鉄は鑄造合金に一般的な添加物です。

銅-スズ-亜鉛-合金は、ガンメタルと呼ばれます。多くの場合、これらは高い接触



ベルリン、デンマーク大使館、酸化銅板の被膜。
提供: デンマーク外務省



図8: 減摩およびころ軸受真鍮ケージ



図9:
鍛造青銅製チューブ と形状

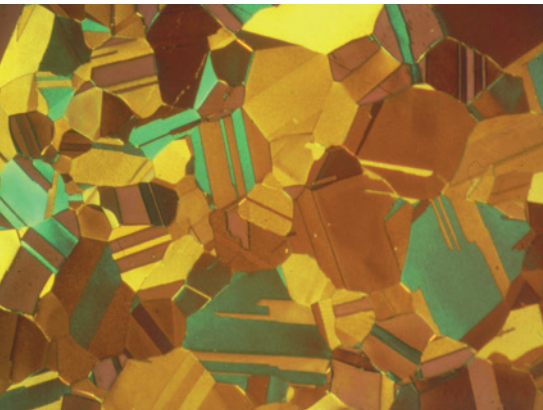


図 10: α - 真鍮、カラーエッチング、200x。

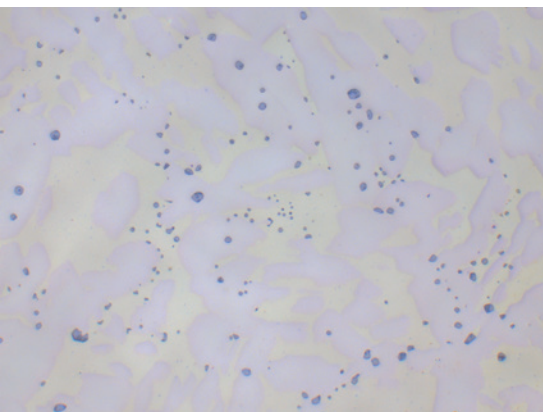


図11: α - β - 黄銅鑄物 (CuZn40Pb2)、灰青色の鉛介在物、エッチングなし、500x。

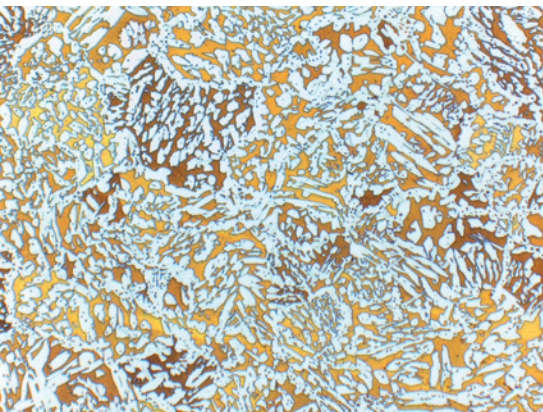


図 12: α - β - 黄銅鑄物、Klemm法によるエッチング、 β - 固溶体の暗色のマトリックスにおける明色の α - 固溶体、100x。

負荷に耐えることができるベアリング表面を必要とする部品、スライドベアリング、ウォームギア、ベアリングブッシュの製造に使用されます。ガンメタルには良好な耐食性に加えて、低い摩擦係数があり、焼き付きを起こさずに動作できることを意味します。

アルミニウム青銅は最高 11% のアルミニウムを含む銅合金で、高温で高い強度を示し、非常に優れた耐食性を備えています。海洋プロペラ、ポンプや水タービン用の高応力ローター、化学産業向けのベアリングや部品に適しています。銅アルミニウム鍛造合金は、機械工学および光工学で使用されます。

ベリリウム青銅には高強度と硬さがあり、他の金属に接触または衝突する際に火花を発生させない特性があります。そのため、このタイプの青銅は精製所などの爆発性環境のツールに適しています。

銅 - ニッケル合金は優れた耐食性を備えているため、脱塩工場、硬貨、トースター内の加熱線、ヘアドライヤーなどに使用されています。ドイツ銀と呼ばれる銅 - ニッケル - 亜鉛合金は、高い強度を示し、耐腐食性があり、簡単に形成されます。応用分野は手術器具、食品産業、銀カトラリー用卑金属、コネクタおよびジュエリーのコンタクトです。



図13: 鑄造青銅製ポンプハウジング



図14: 黒鉛でできた鍛造青銅ライナー

銅と銅合金の試料作製の課題

純度が高くなると、銅は柔らかくなり、機械的な変形や条痕が生じやすくなります。その結果、研磨と琢磨の研磨剤が表面に押し込まれると、高純度の銅に深い変形が生じる可能性があります。銅合金はより硬質ですが、依然として傷がつきやすい傾向があり、幾つかの青銅では個々の粒子にのみに傷がつく可能性があります。

銅と銅合金の試料作製への推奨

銅を切断するには、一般的に非鉄金属に適した硬質な炭化ケイ素の切断ホイールを使用します。通常、[埋込み](#)には、フェノール樹脂で十分です。

機械的な研磨と琢磨

面出し研磨は、過度の機械的な変形を避けるために、最も微細なグリッドで行うことをお勧めします。硬さ、大きさ、試料の数を考慮しますが、純銅の大きな試



シントプレス
熱間埋込みプレス機

料でも、面出し研磨には[#500の研磨フオイル](#) /研磨紙で十分です。銅合金の大きめの鑄造部品は、[#220](#)または [#320](#)で研磨します。また、深い変形を避けるためには、研磨で加圧力が低いことも重要です。

試料作製データのある表に示すように、軟質合金には微細な粒度の[SiC フォイル](#) /[研磨紙](#)による 精研磨が推奨されています。一方、硬質合金にはダイヤモンドを含む [MD-ラルゴ](#)を使用することができます。MD-ラルゴを使用することで、より優れた平坦度と縁ダレが得られます。

ダイヤモンド琢磨は、研磨からの変形と埋め込まれた研磨剤が全て取り除かれるまで実施します。二酸化ケイ素による化学機械研磨は、ほとんど傷のない表面が実現できるため、特に重要です。純銅の場合、硝酸鉄を含む溶液での最終仕上げ研磨は非常に良好な結果をもたらすことが実証されています。銅合金の場合、OP-S ノンドライ懸濁液と過酸化水素およびアンモニア水との混合が推奨されます(以下の表の式)。1 分間琢磨した後、顕微鏡で結果を確認します。必要に応じて、さらに 1 分間琢磨を続け、試料を再確認します。要求される品質が得られるまで、この琢磨 / 確認の繰り返しをお勧めします。攻撃が速すぎる、または強すぎる場合、混合物を水で薄めてください。

(琢磨終了の約30秒前に、琢磨布に水をかけ、試料と布を洗います。次に、試料を水道のきれいな水で再度洗い乾燥します。)

試料作製データは、ホルダーにクランプされた直径 30 mm の 6 個の埋込み試料に自動研磨と琢磨を施しものです。

電解研磨 は純銅および α - 真鍮鍛造合金に適しています。二相 α - β - 真鍮も電解研磨できますが、特に合金に鉛が含まれている場合、結果は定量分析にはあまり適していません。[SiC フォイル](#) / 研磨紙を使用した最高 2400# または 4000# の精研磨は、優れた電解研磨の前提条件です。鑄造合金には多くの異なる相があるため、電解研磨には適していません。

機械研磨

低合金含有量の純銅および銅合金。

研磨

作業工程	PG	FG 1	FG 2	FG 3
作業面	研磨フオイル/研磨紙	研磨フオイル/研磨紙	研磨フオイル/研磨紙	研磨フオイル/研磨紙
砥粒	種類	SiC	SiC	SiC
	サイズ	#500	#800	#1200
懸濁液 /潤滑剤	水	水	水	水
rpm	300	300	300	300
加圧力[N]/試料	25	25	25	25
時間(分)	必要に応じて	1	1	1

琢磨

作業工程	DP	OP	* 琢磨布を水で濡らし、琢磨媒体を使わずにエッチング液を数滴垂らします。式 16 ページの表を参照してください。
作業面	MD-Mol	MD-Chem	
砥粒	種類	ダイヤモンド	
	サイズ	3 μ m	
懸濁液 /潤滑剤	ダイヤモンド Mol R3	鉄 (III) 硝酸 *	
rpm	150	150	
加圧力[N]/試料	25	15	
時間	4 分	1分	

銅合金

研磨

作業工程	PG	FG
作業面	研磨フオイル/ 研磨紙	MD-ラルゴ
砥粒	種類	SiC
	サイズ	#220 又は #320
懸濁液/ループリカント	水	ダイヤモンド
rpm	300	9 μ m
加圧力[N]/試料	30	ダイヤプロ アレグロ / ラルゴ 9
時間	必要に応じて	30
		4 分

琢磨

作業工程	DP	OP
作業面	MD-Mol*	MD-Chem
砥粒	種類	ダイヤモンド
	サイズ	コロイダルシリカ
懸濁液/ループリカント	ダイヤプロ Mol R3	0.04 μ m
rpm	150	OP - S ノンドライ**
加圧力[N]/試料	25	150
時間	3分	15
		1-2 分

*または、MD-Dac

**96 ml OP-S懸濁液、アンモニア水 (25%) 2 ml、過酸化水素 (3%) 2 ml

電解液:	D2
面積:	0.5 cm ²
電圧:	24 V
流量:	10
時間	20 秒

琢磨直後に、同じ電解液を使い、試料を 2 ~ 4 ボルトで 4 秒間 エッチングします。**エッチング** 銅および銅合金には、比較的容易に塗布できるエッチング液が多数あります。ほとんどの鑄造合金はエッチングが困難ではありません。鍛造合金の中には、特に極度に冷間加工されている場合、適切なエッチング液を見つけるのが困

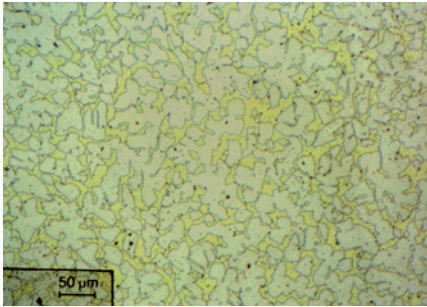


図 15: α - β - 黄銅鑄物、機械研磨、エッチングなし、200x

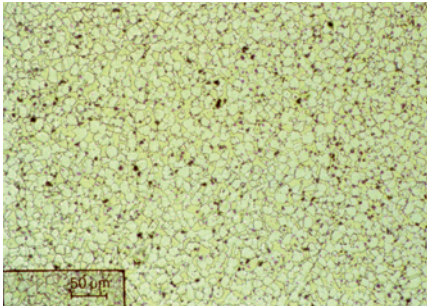


図16: 図15と同じ試料。電解研磨済み、エッチングなし、200x
鉛介在物が引き出され、図15 よりも大きく、より多数に見える。

難になる場合があります。このような場合は、カラーエッチングが役立ちます。鉛がエッチング液によって攻撃され、ほとんどは黒色の空隙のみが残ることに注意してください。鉛の量と分布を文書化する顕微鏡写真は、エッチングの前に必ず撮影する必要があります。純鉛の色は灰 - 青色です。

まとめ

その優れた成形性、電気と熱の伝導性および高い耐腐食性のため、純銅は主に電気工学、エレクトロニクス産業、および食品飲料産業で使用されています。黄

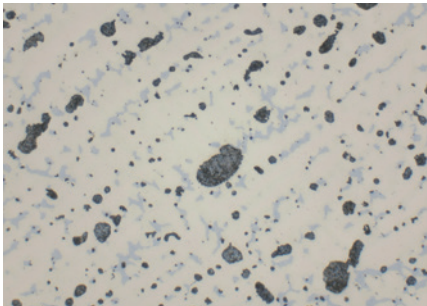


図17: 青銅鑄物、CuSn8Pb、エッチングなし、大・小の灰青色の鉛介在物、薄青色の α - δ 共析晶が識別可能、500x。

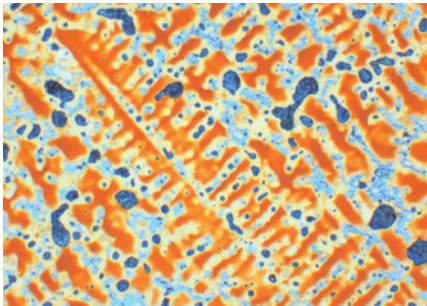
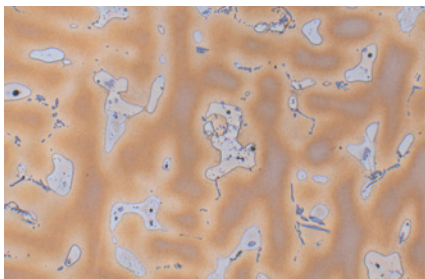


図18: 図 17と同じ試料、Klemm法によるカラーエッチング、薄青色の共析晶と青色の鉛介在物を含む樹枝状構造。小さな鉛介在物は明確に区別できない、500x。

Struers ApS
 Pederstrupvej 84
 DK-2750 Ballerup, Denmark
 電話 +45 44 600 800
 Fax +45 44 600 801
 struers@struers.dk
 www.struers.com



青銅鑄物、塩化鉄(III)でエッチングされた CuSn10、樹枝状構造α-δ共析晶、200x

アプリケーション	エッチング液
銅、真鍮、青銅の粒度領域エッチング	水 100 ml ペルオキシ二硫酸アンモニウム10g 新鮮なものを使用してください!
あらゆる種類の銅	水またはエタノール100-120 ml 塩酸 20-50 ml 塩化鉄(III) 5-10 g (濃度変数)
粒子境界 粒子領域	蒸留水 25 ml アンモニア水 25 ml 過酸化水素(3%) 5-25 ml
α-β 真鍮	水 120 ml 塩化銅(II) アンモニウム10 g アンモニア水を沈殿物が溶解するまで加えます。
純銅用の高速かつ良好な琢磨	水 100 ml 100 ml エタノール 硝酸鉄(III) 19 g
Klemm法によるカラーエッチング	チオ硫酸ナトリウム(冷飽和) 100 ml ピロ亜硫酸カリウム 40 g

銅、青銅製鍛造合金および鑄造合金の用途は、小型部品から耐海水ポンプハウジングまで多岐にわたります。銅および銅合金の金属組織は、品質管理における純度検査および粒子サイズ判定に使われます。また、鑄造合金は全体構造評価が検査されます。銅は柔らかく延性があり、特に機械的な変形を受けやすい傾向があります。したがって、最初の研磨段階では、可能な限り細かい砥粒を使用するという点に注意が必要です。ダイヤモンド琢磨は中程度の硬さの布から柔らかい布を使用して、純銅の場合、比較的長くかかる場合があります。OP-S 懸濁液による化学機械仕上げ研磨は不可欠であり、傷のない表面をもたらします。鉛を含まない鍛造合金は、電解研磨も可能です。一般的なエッチング液によるエッチングは非常に簡単で、カラーエッチングでは鑄造ブロンズの魅力的な構造を見せることができます。

執筆者

エリザベス・ワイトマン、アンネ・グレスニエル、Struers A/S、コペンハーゲン

謝辞

ドイツ、オベルのGebr. Kempeに、図13のポンプハウジングおよび図4のバルブの写真の複製許可を提供して頂いたことに感謝申し上げます。

試料材料を提供してくださったオーストリア、アムシュテンのBuntmetall amstetten Ges.m.b.H. およびSilvia Topsever氏とSiegfried Pirschl氏のご協力に感謝申し上げます。

図8、9、14の複製許可を提供して頂いたオーストリア・エンゼスフェルトのEnzesfeld-Caro Metallwerke AGとAndreas Drivodelits氏のご支援に感謝申し上げます。

図15と図16の複製許可を提供して頂いたG. Kiessler氏、G. Elsner氏、およびドイツ、シュトゥットガルトのMax-Planck Institut für Metallforschungに感謝申し上げます。

図3の複製許可を提供して頂いたドイツ、デュッセルドルフのDeutsches Kupferinstitut (ドイツの銅研究所)に感謝申し上げます。

図1と図2の微細構造および

参考文献を提供してくださったドイツ、ウィルヒの

Wieland Fischer, Struers GmbHに感謝申し上げます。

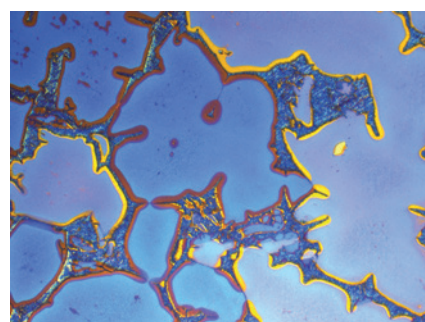
ドイツ、デュッセルドルフのDeutsches Kupferinstitutからの最新の印刷情報。

ASM Handbook, Vol. 9, Metallography and Microstructures, ASM, 2004.

Metals Handbook, Desk edition, ASM, 1997

Handbuch der metallographischen Ätzverfahren, M.Beckert, H. Klemm, VEB Deutscher Verlag für Grunstoffindustrie, Leipzig, 1976

Metallographische Anleitung zum Farbätzen nach dem Tauchverfahren, E. Weck, E. Leistner, Deutscher Verlag für Schweißtechnik, Düsseldorf, 1982



アルミニウム青銅、Klemm法によるカラーエッチング、偏光、200x。