

## (606) 鉄-クロム二元合金中の時効によるクロム微細偏析

東京大学工学部 佐東信司 安藤敏夫(大学院) 井形直弘  
東京工業大学総合理工学研究科 芝田めざめ 西川治

【緒言】 クロムは鉄鋼材料中に於いて特に重要な添加元素であり、クロム原子の挙動について把握することは材料開発研究にとって重要な課題の1つである。熱処理による微細析出物の研究は多く進められてきているが、微細偏析初期過程を原子の析で追究しているのは極めて少ない。本研究では、高純度の鉄クロム合金を用い、種々の熱処理によるクロム原子の微細偏析過程をFIM およびアトム・プローブ(AP)を用いて、原子論的に説明することを目的とした。

【実験方法】 用いた試材は高純度の純鉄とクロムをアルゴン雰囲気中でアーク溶解し作製した。化学分析値は、Cr:5.59、C:0.028、O:0.014、Fe:bal.である。線引により0.3mmφのワイヤにし、熱処理は真空中で1150℃1時間の溶体化処理後水焼き入れし、更に150℃~650℃1時間の時効後水焼き入れを行なった。また、熱処理の比較材として1150℃1時間の溶体化処理後650℃まで炉冷し、その温度で1時間の時効後水焼き入れを行なった。組織観察は、FIM針状試料(tip)をTEM観察し、更に、その前後でFIM観察及びAPの分析を行なった。

【実験結果及び考察】 Fig. 1にFIM像を示す。a)は溶体化処理材であり、b)は溶体化処理後650℃で1時間時効させた時のFIM像である。a)は一面に明るい輝点が観察され、APの分析結果では一様なクロム分布が得られ、溶体化処理による均一固溶状態が立証でき、この時のクロム濃度は約5.6%であった。一方、b)では明るい領域と暗い領域とに分離され、時効による組織変化が現われた。暗い領域ではクロム原子が多く検出され、明るい領域に比べてクロム濃度は約82%高いことがわかった。Fig. 2に450℃で1時間時効させた時のFIM像と、その時のtipのTEM像を示す。tip表面原子層で凹んでいる領域はFIM像の暗い領域に対応している。更に、この暗い領域は転位等の歪場を生じていることがTEM像によって得られた。従って、暗い領域には歪場にクロム原子が偏析していることが判明した。クロム原子の偏析の挙動を把握するため、1150℃1時間の溶体化処理後650℃まで炉冷し水焼き入れによる過剰な原子空孔を無くし、650℃1時間の時効を行なった。この時のFIM像をFig. 3に示す。Fig. 1と同様のFIM像が得られ、AP分析結果でもクロム原子が均一に分布していることが分かった。従って、クロム原子の微細偏析は、溶体化処理後水焼き入れにより急冷凍結された過剰な原子空孔が、その後の熱処理によって拡散し、マルテンサイト組織中の歪場へクロム原子を偏析させたものと考えられる。本研究は石原・浅田研究助成金によって行なわれたものである。

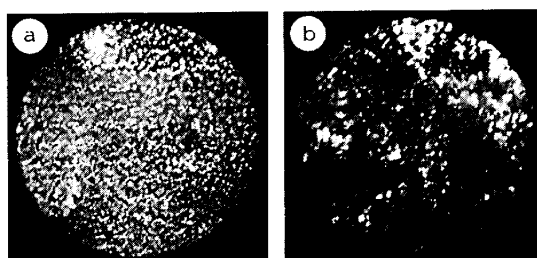


Fig.1 FIM micrographs of Fe-5Cr ally. a) annealed at 1150°C for 1hr and water quenched. b) aged at 650°C for 1hr after solution treatment and water quenched.

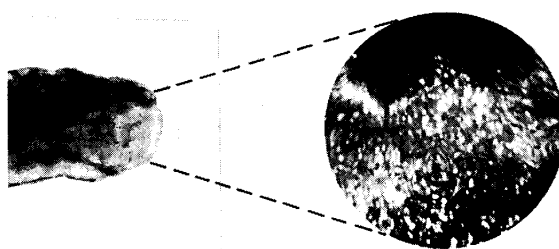


Fig.2 TEM micrograph of FIM tip of Fe-5Cr alloy aged at 450°C and its FIM micrograph.

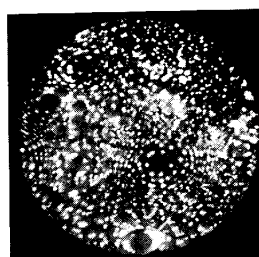


Fig.3 Aged at 650°C for 1hr after annealing at 1150°C for 1hr and water quenched.