

(438) アトム・プローブによる耐熱鋼の微細析出相・微細偏析の研究

東京大学工学部 井形直弘, 佐東信司, 安藤敏夫 (大学院), 橋詰富博 (大学院)
 東京大学物性研究所 桜井利夫

1. 緒言: 質量分析装置の開発に伴い、析出物の組成分析、粒界偏析元素等が測定されているが、極微小領域での定量分析には必ずしも満足しているとは言えない。その点アトム・プローブ (AP) は原子像を観察しながら個々の原子を定量分析でき、深さ方向の情報も得られる。本研究では、650°C付近で優れた高温強度を示す耐熱鋼を用いた。強度の鍵を握る因子としては、微細析出相・粒界への偏析元素・内部組織等であり、TEMとAPを併用して微細偏析・析出物の構成元素を定量測定し、多種装置では得ることの困難なマイクロ領域での原子レベルの解析を行なうことを目的とした。

2. 試料および実験方法: Table 1に試料の化学組成を示す。この材料は線引き加工により0.2mm φの線材に作製した。最終熱処理は石英管に真空封入し、1050°C X30 minの溶体化処理後空冷し、更に650°C X 1hr および700°C X 1hrの時効を行なった。本実験ではイメージング・ガスとしてNeガスを 2×10^{-4} Pa、試料温度は30 K、AP分析は 1×10^{-8} Paの高真空中で行なった。また、FIM観察と平行してTEM観察も行なった。

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V	Nb	Fe
at. %	.26	1.04	.57	.016	.012	10.8	1.17	.11	.03	bal.

3. 実験結果および考察: i) M (C + N) 微小析出物の同定: 650°C X 1hr時効した試料のチップのFIM像をPhoto 1に示す。明るく観察される楕円形が析出相で、20nm x 10nmである。写真の中央部より分析したアトム・プローブの結果をFig. 1に示す。検出原子数は約3200個であり、1原子層当たりの原子数は約25個である。表面から8原子層目まではNb・V・C・Nの元素が多く検出されている析出相の領域、14原子層目以降のFeの多く検出されているマトリックス領域、その両方の原子が検出される9から14原子層までの界面を含む領域の3つに分離して考えることができる。析出相から検出した金属元素 (M) は Nb:64個、Cr:18個、V:18個、Mo:6個、Fe:3個で合計109個である。これに対してガス原子は C:30個、N:70個で合計100個検出した。従って、炭化物・窒化物であることが予想されるが、検出した原子のなかでNbN²⁺、NbN³⁺の結合原子が多く検出されており、NbNをベースにした析出物である。Mと(C+N)の数は109個:100個で、ほぼ1:1の割合になりM(N+C)型析出物であることが得られた。マトリックスから検出された元素は化学組成値に近い値を示した。また、界面を含む領域には偏析元素はなかった。

ii) 微細σ相: 700°C X 1hr焼き戻し材の結晶粒界にそった微細析出層のAPによる組成分析結果では、Fe:46 at.%, Cr:42 at.% その他Si, C, Mo, V等が12 at.%である。Fe:Crはほぼ1:1であり、局部的にσ相が存在するものと考えられる。また、ラス境界にそった微細析出相ではFe:60 at.%, Cr:40 at.%で、他はMoが極微量析出されたのみで、FeとCrによるσ相が検出された。また、σ相より離れた領域ではCr濃度が1 at.%まで減少していることが得られた。

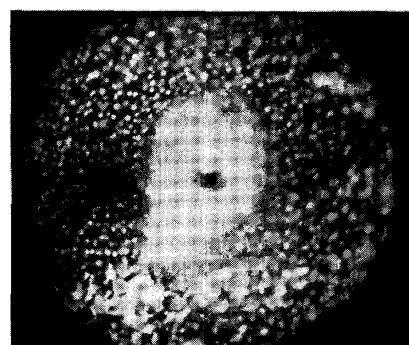


Photo 1. FIM image of heat resisting steel at 650°C for 1hr.

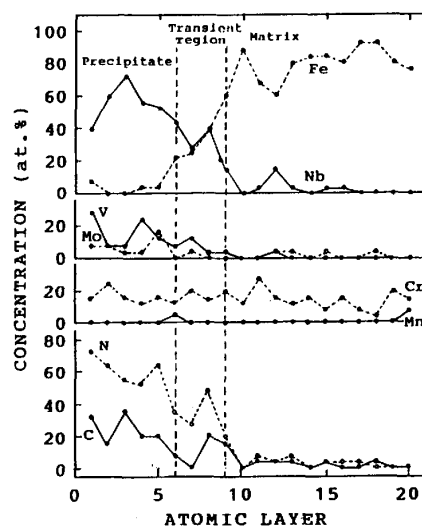


Fig. 1. Depth profile of the chemical composition in the precipitate, matrix and transition region.