

低炭素鋼中に相界面析出したVCナノ析出物の三次元観察

物質・材料研究機構(現:東北大学) 関戸 信彰
東北大学金属材料研究所(現:弘前大学) 紙川 尚也
物質・材料研究機構(現:九州大学) 津崎 兼彰
物質・材料研究機構 大村 孝仁 原 徹
東北大学金属材料研究所 宮本 吾郎 古原 忠

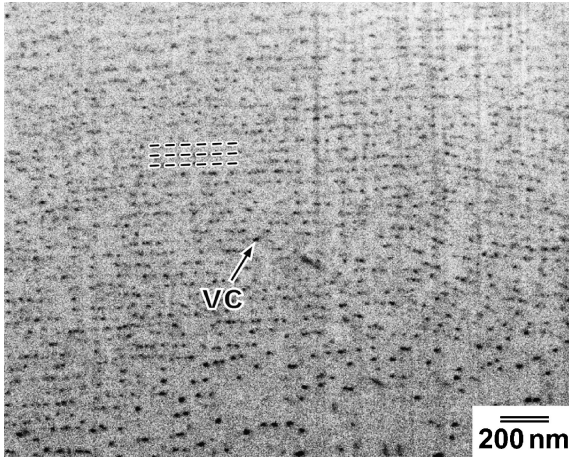


Fig. 1 VCが相界面析出したV添加低炭素鋼⁽³⁾のSEM組織.

近年, 相界面析出で形成するナノ炭化物によって非調質鋼を高強度化する手法が注目されている. 相界面析出とは, γ/α 変態時にその相界面上で合金炭化物が析出する現象であり, 周期的に並んだシート面上に炭化物が微細分散する組織が形成される. その組織形成メカニズムは複数提案されているが⁽¹⁾⁽²⁾, 詳細は未解明な点が多く, また工学的にも重要な組織であることから, 炭化物の三次元的分布に関して精緻な観察が求められていた.

我々は, FIB-SEM シリアルセクション法により, V添加低炭素鋼(Fe-0.10C-0.22Si-0.83Mn-0.014P-0.014S-0.003N-0.001Ti-0.288 V (mass%))で相界面析出したVC炭化物の三次元的分布の観察に成功した⁽³⁾. 今回の観察には, FIBとSEMが直交配置したダブルビーム走査電子顕微鏡を用いた. 装置の詳細は参考文献⁽⁴⁾に譲る. 三次元観察用のSEM像は, x 方向と y 方向の画素数を1000としてイメージスケールを5 μm , z 方向のFIBスライスピッチを5 nmとした. すなわち, 三次元観察の1単位(voxel)は, 一辺が5 nmの立方体である. 取得した一連の画像データから, 市販のソフトウェア(Avizo®, VSG)を用いて三次元再構築した.

相界面析出で形成したナノ炭化物は ~ 10 nm程度と微細であるため, 通常その観察にはTEMが用いられるが, 本装置を用いることで, 炭化物(VC)が周期的な点列状に分布した相界面析出特有の組織を広範囲でSEM観察することができる(Fig. 1). 三次元再構築後, 析出物シートがエッジオンになる方向で観察した結果をFig. 2(a)に示す. 三次元再構築像から求まる析出シートの間隔は約20 nmであり, TEM観察の結果⁽³⁾と一致する. 析出シートの形状は平面状⁽¹⁾と曲面

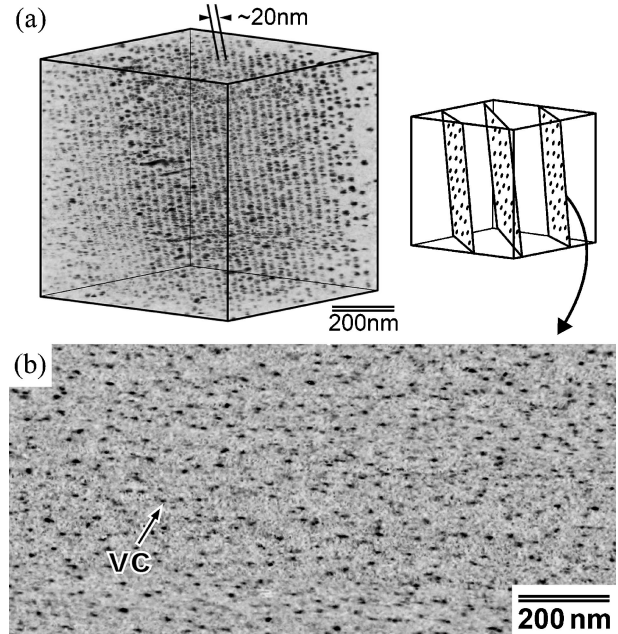


Fig. 2 析出物シート面がエッジオンになる方向から見た三次元再構築像(a)と, 1枚のシート面内における析出物分布(b).

状⁽²⁾の両方があり, 三次元再構築の精度の限界も相まって一枚の断面のみではシート面における析出物の分布を正確に求めることが出来ない. そこで, 析出シート1枚のみを含む体積を抽出し, シート面の法線方向から投影することでVCの分散状況を観察した(Fig. 2(b)). VCはシート面内で均質に分布しており, その分布に規則性を見出すことはできない. 相界面析出で形成した炭化物の分布はAtom Probeを用いた観察例⁽⁵⁾があるが, これほどの広い視野範囲で観察した例はなく, 画期的である.

FIB-SEM観察にご助力頂いた物質・材料研究機構の中村晶子氏と原由佳氏に謝意を表する.

文 献

- (1) R. W. K. Honeycombe and R. F. Mehl: Metall. Trans. A, **7** (1976), 915.
- (2) R. A. Ricks and P. R. Howell: Acta Metall., **31**(1983), 853.
- (3) N. Kamikawa, K. Sato, G. Miyamoto, M. Murayama, N. Sekido, K. Tsuzaki and T. Furuhashi: Acta Mater., **83**(2015), 383.
- (4) 原 徹: 顕微鏡, **49**(2014), 53.
- (5) Y. J. Zhang, G. Miyamoto, K. Shinbo and T. Furuhashi: Scripta Mater., **69**(2013), 17.

(2016年8月1日受理)[doi:10.2320/materia.55.593]

3D Observation on Nano-sized VC Precipitates Formed in a Low Carbon Steel through Interphase Precipitation; Nobuaki Sekido^{*1}, Naoya Kamikawa^{**2}, Kaneaki Tsuzaki^{*3}, Takahito Ohmura^{*}, Toru Hara^{*}, Goro Miyamoto^{**} and Tadashi Furuhashi^{**} (*National Institute for Materials Science, Tsukuba, **Institute for Materials Research, Tohoku University, Sendai) (Present address: ¹Department of Materials Science, Tohoku University, Sendai. ²Department of Mechanical Science and Engineering, Hirosaki University, Hirosaki. ³Department of Mechanical Engineering, Kyushu University, Fukuoka)

Keywords: FIB-SEM (focused ion beam-scanning electron microscope), 3D reconstruction, nano-precipitates

FIB-SEM utilized: Hitachi High-Tech Science SMF-1000 (Gaion beam at 30 kV, SEM at 1 kV)