Field Ion Microscopic Observation of Precipitate Phase in Fe-Cr Alloy

Fe-Cr合金中の析出相のFIMによる観察

Kunihiro Komori, Masanobu Namita and Tsunenori Suzuki

Department of Physics, Faculty of Science, Tokai University

1117 Kitakaname, Hiratsuka, Kanagawa, 259-12 Japan

(Accepted for publication 17 November 1994)

1. 緒言

Fe-Cr合金の過飽和固溶体を、500℃以下で時効処理をすると、Crの富んだ α' 相とCrのFeの富んだ α 相に2相分離をする事が知られている。Fe-32at%Cr合金での分離過程は、スピノーダル型が主であると報告されている¹。しかしながら、Fe-Cr合金系には偏析が生じやすい等、複雑な系であるため、その相分離過程はあまり明確ではない。本研究では、原子レベルで原子配列が観測出来る電界イオン顕微鏡(FIM)を用い、Fe-Cr合金の極微細な原子配列状態を決定し、その相分離過程を解明するものである。今回は Fe-Cr 合金中の相分離過程で観測される FIM 像についての知見を得ることを目的とした。そのため、コンピュータシミュレーションを行い、Fe-Cr 合金の FIM像について解析を行った。

2. 実験方法

Fe-30at%Crの合金をArガス中で1100℃で5時間溶体処理を行い、氷水中に焼き入れた。試料の厚さを約0.1mmに切り出し470℃で98時間と283時間の時効処理を行った。それぞれについてFIMで観察を行った。FIMはステンレス製の装置で、到達真空度は 5.0×10^{-10} Torrである。

3. 結果・考察

Figure 1にFe-30at%Crを470℃で98時間時効処理したFIM像を示す。Fe-Cr合金でのFIM像は選択的イオン化あるいは選択的電界蒸発によりFe原子の部分が発光点として観測される。98時間処理した試料のFIM像には明るく大きな発光点が存在する部分があり、明るい発光点は2つの対として観測された。しかしながらリング状の面は観測されなかったため原子配列の詳細については明らかではない。

一方暗くわずかに発光点が存在する部分も上方に観測された。この結果から98時間時効の合金中にFeの富んだ部分とCrの富んだ部分が存在すると考えられる。そのコンピュータシミュレーションをFig.2に示す。シミュレーションでは発光点がFe原子を表している。点が多い部分と少ない部分が観測されると Fig.1の様なコントラストの強い像として現れる。また、C.J.DalzellはFe-32at%Crを470℃で時効し、アトムプローブ分析を行った。193時間の短時間の試料では濃度ゆらぎの波長は長くなり、その後669時間時効で一度波長が短く、更に時効を続けると濃度ゆらぎの波長が長くなると報告している¹。本研究の98時間時効でもFe-Crの初期の濃度ゆらぎが存在している。Fig.3に283時間時効したFIM像を示す。283時間

時効のFIM像では発光点が全体に観測された。更に明るい発光点の集合も存在している。この事から初期の濃度ゆらぎが減少する復元過程があり、その後、相分離過程に移ると思われる。Fe-Cr合金の相分離過程を研究するには、最初の過飽和固溶体での初期の濃度ゆらぎを検討する必要がある。

Fig.1 Fe-30at%Crを470℃で98時間時効FIM像

Fig.2 Fig.1のコンピュータシミュレーション
左半分はFeが右半分は20at%の濃度である。

Fig.3 Fe-30atCrを470℃で283時間時効FIM像

4. 参考文献

C.J.Dalzell, J.De.Physique, 49.C6-411(1988).

'94 SAS Intelligent Symposium