MM 処理されたパーライト鋼粉末の 3DAP による炭素原子の直接観察

筑波大学大学院生 大崎 智

物質・材料研究機構 宝野 和博

九州大学工学部 飛鷹 秀幸 高木 節雄

Fig. 1 360 ks メカニカルミリング後、種々の温度で 3.6 ks 焼鈍された試料の TEM 像と SAED パターン。(a) as MM, (b) 523, (c) 573, (d) 623, (e) 673 および (f) 773 K.

Fig. 3 (a) プローブ前と (b) プローブ後の FIM 像と (c) 炭素原子マッピング.

メカニカルミリングによって強加工されたパーライト鋼では、セメンタイトが消失してフェライトのナノ結晶組織が形成されることが報告されている⁽¹⁾。本研究では、メカニカルミリングされたパーライト粉末セメンタイト分解後の炭素原子の存在位置の解析を TEM/3DAP を用いて行った。360 ks のメカニカルミリング処理されたパーライト粉末では、セメンタイ

Fig. 2 FIB によるアトムプローブ試料の作成, (a) 作成過程の SIM 像, (b) TEM 像

トは完全に消失し、結晶粒内部にほとんど転位を含まない数 nm のナノフェライト粒が形成される (Fig. 1(a)). これらのナノ結晶の粒成長はその後の熱処理によってもきわめて遅く、熱的にかなり安定である。この試料から FIB を用いて、アトムプローブ用の針状試料を作製した (Fig. 2(a))⁽²⁾。針内部には TEM 像と同様のナノフェライト粒が明瞭に観察される (Fig. 2(b))。この手法を用いて 673 K で 3.6 ks の熱処理した後の試料のアトムプローブ解析を行った結果が Fig. 3 である。解析前の結晶粒界に相当する暗い領域 (Fig. 3(a)) と解析後のフェライト粒に相当する明るい領域 (Fig. 3(b)) が炭素原子の位置と一致しており (Fig. 3(c)), メカニカルミリングによって分解したセメンタイト中の炭素原子は結晶粒界に偏析している。この炭素原子によって結晶粒の成長が抑制される⁽³⁾。

文 献

- (1) H. Hidaka, Y. Kimura and S. Takaki: Tetsu to Hagane: **85**(1999), 52-58.
- (2) S. Ohsaki, K. Hono, H. Hidaka and S. Takaki: J Electron Microscopy, **53**(2004), 523-525.
- (3) S. Ohsaki, K. Hono, H. Hidaka and S. Takaki: Scripta mater., **52**(2005), 271-276.

(2005年 8月22日受理)

3DAP Observation of Carbon Atoms in Mechanically Milled Pearlitic Steel Powder by Three Dimensional Atom Probe; Satoru Ohsaki*, Kazuhiro Hono**, Hideyuki Hidaka***, Setsuo Takaki*** (*Graduate Student, University of Tsukuba, Tsukuba. **National Institute for Material Science, Tsukuba. ***Kyusyu University, Fukuoka)

Keywords: mechanical milling, pearlite, nanocrystalline structure

TEM specimen preparation: ion milling (final condition; 2 keV Ar⁺, irradiation angle 4°) TEM utilized: CM200 (200 kV)

APFIM specimen preparation: electro-polishing (95%CH₃COOH, 5%HClO₄) + FIB (FB2100)