暗視野 TEM トモグラフィーによる Ni-Al-Ti 合金中の γ' 規則析出粒子に析出した γ 相の 3 次元観察

九州大学大学院工学府 木村 耕輔 Gao Hong-Ye

九州大学大学院総合理工学研究院 波多 聡

名古屋工業大学工学研究院 森谷 智一 土井 稔

九州大学大学院工学研究院 松村 晶

Fig. 1 Ni-8.5 mol% Al-5.4 mol% Ti 合金の暗視野 TEM 像. (a) 1213 K で 2.7 ks 時効, さらに 1023 K で (b) 43.2, (c) 173, (d) 691 ks 時効.

Fig. 2 γ' 規則析出粒子の連続傾斜暗視野像の一部. 時効条件は Fig. 1 (d) と同じ.

Fig. 3 (a) γ' 粒子の 3 次元構築像に等輝度面表示を重ねたもの. (b) 赤破線で囲んだ領域の等輝度面表示.

Ni-8.5 mol% Al-5.4 mol% Ti 合金を γ' (規則 L_{12}) + γ (不規則 fcc) の 2 相域で 2 段階時効すると, γ' 粒子から微細な γ 相が析出, 粗大化し, γ' 粒子を分断するために, 組織の粗大化が遅滞する (Fig. 1)⁽¹⁾. 本研究では, 暗視野 TEM トモグラフィー⁽²⁾により微細 γ 相の 3 次元観察を試みた. L_{12} 規則格子反射 $hkl = 100$ を含む系統反射列が試料ホルダーの傾斜軸と平行になるように試料を装填し, $\pm 60^\circ$ の傾斜範囲, 2° 刻みで $g = 100$ 暗視野像を撮影した. その際に, 電子線入射方位を微調整して回折条件を一定に保つことにより, 試料傾斜に伴う像強度の急激な変化を抑えた (Fig. 2).

γ' 粒子の 3 次元構築像に適切な等輝度面表示を重ねることで γ'/γ 界面が可視化され (Fig. 3), 微細 γ 相の形態と空間分布の 3 次元観察に成功した. γ' 粒子内部の微細 γ 相は γ 母相とは接しておらず, $\{100\}$ 面に平行な四角平板形状であることがわかった.

文 献

- (1) M. Doi *et al.*: Superalloys 2004, TMS, (2004), 109-114.
- (2) K. Kimura *et al.*: J. Electron Microscopy, **54** (2005), 373-377.
(2006年 8 月 11 日受理)

Tomographic Dark-Field TEM Observation of γ Precipitate Phase in γ' Precipitates of Ni-Al-Ti Alloy; Kosuke Kimura*, Gao Hong-Ye*, Satoshi Hata**, Tomokazu Moritani***, Minoru Doi***, Syo Matsumura* (*Department of Applied Quantum Physics and Nuclear Engineering, Kyushu University, Fukuoka. **Department of Applied Science for Electronics and Materials, Kyushu University, Fukuoka. ***Department of Materials Science and Engineering, Nagoya Institute of Technology, Nagoya)

Keywords: Ni-based superalloy, dark-field transmission electron microscopy, electron tomography

TEM specimen preparation: electropolishing (10% H_2SO_4 , 90% CH_3OH ; 30 V, 223 K) TEM-utilized: FEI TECNAI-20 (200 kV)