

特定粒界・界面のアトムプローブ観察技術の進展

Progress of Atom Probe Tomography Analysis on Specific Grain Boundaries and Interfaces in Steel

高橋 淳*	川上 和人	小林 由起子
Jun TAKAHASHI	Kazuto KAWAKAMI	Yukiko KOBAYASHI
芳賀 純	石川 恭平	久保田 直義
Jun HAGA	Kyohhei ISHIKAWA	Naoyoshi KUBOTA

抄 録

合金元素や不純物元素の粒界や界面への偏析は、再結晶や変態などの組織生成に大きな影響を及ぼすため、実際の観察によってこれらの現象を理解することは極めて重要である。アトムプローブトモグラフィ (Atom Probe Tomography: APT) は、すべての偏析元素を非常に高い空間分解能で定量観察することができるが、反面、粒界性格等の結晶学的な情報を得ることは難しかった。そこで、同じ針試料を観察できる電界イオン顕微鏡 (Field Ion Microscopy: FIM) を用いた粒界キャラクタリゼーション法を開発した。これは、FIM 像のポールフィッティングによって粒界を構成する 2 つの結晶粒の方位決定を行い、その場で簡便に粒界角を求めることができる。この技術を拡張し APT 測定によって得られた 3 次元元素マップと合わせ、粒界面方位までの決定を可能にした。このような、FIM のその場解析技術を針試料作製中の粒界性格認識に活用することによって、APT による特定粒界や界面の観察技術を大きく進展させた。鉄鋼材料中の再結晶/未再結晶界面と旧オーステナイト (γ) 粒界の偏析状態の定量観察の実例について紹介した。

Abstract

The segregation of alloying elements and impurity elements to grain boundaries and interfaces in steel significantly influences microstructure formation through recrystallization and transformation. It is very important to understand the phenomena by actual analysis of the segregation. Atom probe tomography (APT) enables a quantitative analysis of all elements that segregate at the boundary, however crystallographic information such as the boundary character could not be obtained by using only APT. Therefore, we developed a new technique for the investigation of the boundary character using field ion microscopy (FIM) where the same needle tip as APT is used. This in-site method determines the boundary character by fitting crystallographic poles into a FIM image. Furthermore, it also enables determination of the boundary plane by combination with an APT 3D elemental map and FIM analysis. We demonstrate APT analyses of recrystallized/unrecrystallized interfaces and prior austenite grain boundaries by applying the techniques into the needle tip fabrication process.

1. 緒 言

高強度鋼は複雑な微細組織からなるため、これらの組織や特性をしっかりと理解し、目的とする特性発現に望ましい組織を設計製造していくことが求められる。特に、結晶粒界や異相界面等に偏析した合金元素や不純物元素は、変態や再結晶、粒成長等に大きく影響するため、これらの粒界や界面への偏析挙動を理解することは極めて重要である。この粒界や界面への偏析は、1 原子層または数原子層への

濃化であるため定量観察は難しかった。それでも、古くから粒界破断面のオージェ電子分光法 (AES) によって、粒界脆化に影響する偏析元素の観察が精力的になされてきた。しかし、この方法では破断面が必要となるため観察できる材料や粒界が限られていた。そこで最近では、2 次イオン質量分析法 (SIMS) や透過電子顕微鏡 (TEM) 等によってバルク中の粒界偏析元素の観察がなされるようになってきたが^{2,3)}、元素種によっては観察が難しい場合もあり、あらゆる偏析元素をより低濃度から定量観察できる技術が求め

* 先端技術研究所 解析科学研究部 上席主幹研究員 工博 千葉県富津市新富 20-1 〒293-8511

られていた。

1990年代に3次元アトムプローブが開発され、その後の高速化や観察領域拡大等の技術革新によって、実用的な元素分析技術となった。この3次元アトムプローブ技術を以下、アトムプローブトモグラフィー (Atom Probe Tomography: APT) と表記する。加えて、収束イオンビーム (FIB) を用いて制御性の良い針試料加工が可能になり、粒界や界面偏析の観察に APT の活用が拡がってきている⁴⁾。APT は一度の測定で全偏析元素を観察することができ、条件にもよるが空間分解能は格子面間隔レベル、元素検出下限は 10 at.ppm 程度と優れている。しかし、APT で測定できる領域は針試料の先端部 200 nm 以内に限定されているため、目的とする領域を針試料先端位置に加工する必要がある。著者らはこの特定領域の針試料作製技術の課題に早くから取り組み、鋼材組織を走査電子顕微鏡 (SEM) 等で観察しながら目的とする領域を含む 10 μm サイズのブロックを lift-out 法で取り出し、針台座 (ポスト) に設置し、FIB 加工によって針試料を作製する技術を早期に確立した⁴⁾。

偏析原子濃度は粒界性格によって影響される。例えば一般粒界であっても、小角粒界は大角粒界に比較し偏析量は小さくなることが報告されている^{5,6)}。粒界性格は Five macroscopic degrees of freedom (DOFs) として5つのパラメータで決まり、粒界角、回転軸に加え、粒界面方位で記述される⁷⁾。偏析状態と粒界性格の関係については多くの研究があるが、Suzuki らは P の粒界偏析量が粒界角よりは粒界面方位に依存することを報告している⁸⁾。

粒界や界面観察においては、単に偏析元素を観察定量するだけではなく、結晶粒界のキャラクターゼーションと合わせて偏析量を議論する必要がある。最近では電子線後方散乱回折法 (Electron Backscatter Diffraction Pattern: EBSD) を活用する方法もなされているが、より簡便な方法として、APT 測定前に針試料の電界イオン顕微鏡 (FIM) 像の観察から、“その場”で粒界角及び回転軸を決定する粒界キャラクターゼーション法を開発した⁹⁾。さらに、この技術を拡張し、APT 測定によって得られた3次元 (3D) 元素マップと合わせ、粒界面方位までを決定する技術に拡張した¹⁰⁾。このような“その場”での FIM 解析技術を針試料作製時の粒界性格判定等に用いることによって、従来、APT 観察が難しかった旧オーステナイト (γ) 粒界や特定界面の観察を可能とした。本論文では、鉄鋼材料への適用として、再結晶/未再結晶界面と旧 γ 粒界の添加元素の偏析状態を定量観察した実際の事例について紹介する。

2. FIM解析による結晶方位解析

APT は合金元素の位置分布を原子スケールで観察できる点において非常に有効であるが、結晶方位や結晶構造の結晶学的情報を得ることは難しかった。これは、APT で測定された原子位置には、蒸発収差や3次元位置構築に伴う

誤差を含むためである。この誤差の大きさは、元素種にもよるが、深さ方向には ~0.1 nm、測定垂直方向では ~0.5 nm に及ぶことが報告されている¹¹⁾。X線やTEMは結晶格子からX線や電子線の回折波を測定するため精度良い構造決定がなされるが、APTは一度電界蒸発させた原子の飛行後の到達位置から元の針試料中の位置を算出するため位置精度が低下することになる。一方、FIMは針試料表面の原子位置を電界イオン化させた希ガスイオンで投射させるため、表面の電界分布すなわち表面に現れた結晶構造の情報を得ることができる。APTでは得られない結晶学構造情報を取得することができるため、APTと相補的な活用が有効である。

本研究においては、針試料作製には lift-out 機能を有する FIB 装置を用い、30 kV の加速電圧で Ga イオンを照射し、加工及び SIM 像観察を行った。APT 測定及び FIM 観察には、遅延ライン型位置検出器を搭載したエネルギー保障型アトムプローブ装置を用いた。

2.1 結晶粒界回転角の決定⁹⁾

図1(a)は、FIM像と電界イオンの投射位置の関係を示す Point projection の説明図である。 x は針試料先端の球中心 O から投射中心 O' までの距離、 r は針曲率半径、 θ は投射角、 L はスクリーン上の中心 O'' からの投射位置の距離である。図に示されるように、針先端表面の P にある原子の

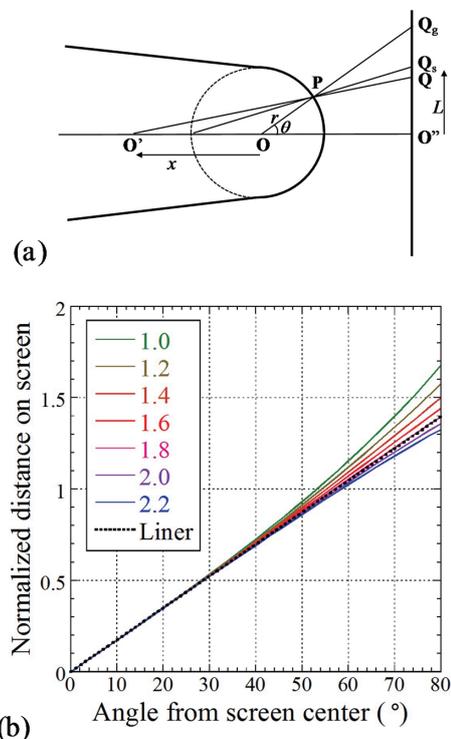


図1 (a) FIM 投射の説明図⁹⁾, (b) 異なる x/r 値における投射角 θ とスクリーン中心からの距離 L の計算結果⁹⁾

(a) Schematic of FIM projections, (b) Relationship between central angle θ and normalized distance from the screen center L , calculated using various projection factors of x/r .

スクリーン上の投射位置は投射中心 O' によって異なる。 x/r が投射のパラメータであり、ステレオ投射は $x/r=1$ すなわち $x=r$ 位置からの投射に相当する。多くの実験より、実際の FIM 像では $L=kt$ となる Linear projection が最も良い近似となることが示されている。図 1 (b) に、この Point projection において、投射中心位置 O' を変えた場合のスクリーン上の距離 L と投射角 θ の関係を示した。投射角が大きくなると良い近似とされる Liner projection との差異が大きくなるが、 $x/r \sim 1.8$ の場合に最も差異は小さく、後述するポール位置計算ではこの値を使用した。

図 2 は本計算で使用した座標系を示す。X, Y, Z は針座標系の 3 次元座標 (原点 O)、 X', Y', Z' は結晶座標系の 3 次元座標 (原点 O) でありフェライト鉄では $X'=[100]$, $Y'=[010]$, $Z'=[001]$ に相当する。Z 軸は針方向に対応し、X 軸と Y 軸はスクリーンの X'' と Y'' 方向に平行にとった。ここで P は (l, m, n) ポールに対応する。目的とする粒界角 (Misorientation angle) は、実際の FIM 像のフィッティング計算によって、次の 3 段階の工程によって求められた。

最初に、粒界を構成する 2 つの結晶粒の 1 つ結晶粒 A の方位行列 A を求める。これは、針試料の針座標系 (X, Y, Z) から結晶粒 A の結晶座標系 (X', Y', Z') への回転操作

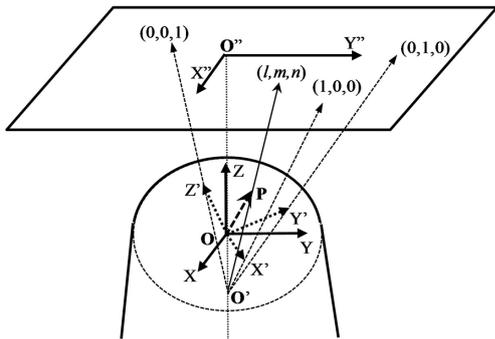


図 2 本計算で使用した座標系
針座標系 (X, Y, Z), 結晶座標系 (X', Y', Z')⁹⁾
Schematic of the coordinate systems

X, Y, and Z are the axes of the coordinate system fixed on the needle tip (the origin O). $X', Y',$ and Z' are the axes of the crystalline coordinate system (the origin O). X'' and Y'' are the axes on the screen (the origin O'').

によって求められる。実際の FIM 像の各低指数ポール位置に、計算から求めた結晶方位を合わせることによって決定された。ポール位置は、オイラー角 (α, β, γ) , 投射中心 O' とスクリーン中心 O'' の距離で決められる。スクリーン中心までの距離はスケールパラメータによって調整した。ここで、一意に方位決定するためには、3 個以上のポールをフィッティングに用いる必要がある。結晶粒 B についてもポールフィッティングを行い、同様の方法で方位行列 B を求めた。次に、求められた 2 つの方位行列を回転操作によって合わせる。この回転行列は以下の式で求まる。

$$M = BA^{-1}, \quad (1)$$

これに、24 通りの座標変換行列 $R_j (j=1, 2, 3, \dots, 24)$ を作用させ、24 通りの回転行列を求めた。

$$M_j = R_j B A^{-1}, \quad (2)$$

この時、回転行列の要素を以下のように表示すると、

$$M_j = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{pmatrix}. \quad (3)$$

結晶粒界の回転軸及び回転角は次の式によって求められ、目的とする粒界角は 24 通りの座標で計算した値の回転角のうち最も小さいものである。

$$\phi_j = \cos^{-1} \left(\frac{a_{11} + a_{22} + a_{33} - 1}{2} \right) \quad (4)$$

$$I_j = [l_{j1}, l_{j2}, l_{j3}] = \left[\frac{a_{23} - a_{12}}{2\sin\phi_j}, \frac{a_{31} - a_{13}}{2\sin\phi_j}, \frac{a_{12} - a_{21}}{2\sin\phi_j} \right], \quad (5)$$

図 3 は、低炭素フェライト鋼を試料として、この方法によって行った FIM 解析結果を示す¹⁰⁾。FIM 像において、矢印で示した黒い帯の位置が粒界である。また、図中に示した破線部はその後 APT で測定した領域である (図 4)。ここでは、針先端側の結晶粒を Grain-A、内部側の結晶粒を Grain-B と表示した。図に示したように、FIM 像において比較的明瞭である 002, 110, 211, 300 のポールを PC スクリーン上でフィッティングすることで各結晶粒の方位行列を求め、そこから結晶粒界の回転角及び回転軸を求めた。最小の回転角が粒界角 $\phi = 20.4 \pm 0.4^\circ$ であり、その時の回転軸は針座標系で $I = [0.713, -0.579, -0.394]$ と求められた。こ

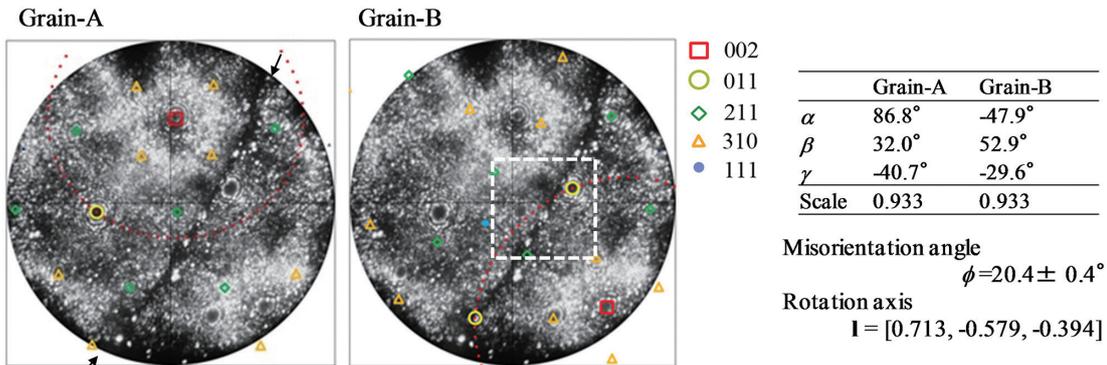


図 3 FIM ポールフィッティング法によるフェライト粒界のキャラクタリゼーション (針座標系)¹⁰⁾
Characterization of the grain boundary in ferritic steel using FIM pole-fitting method (needle coordinate)

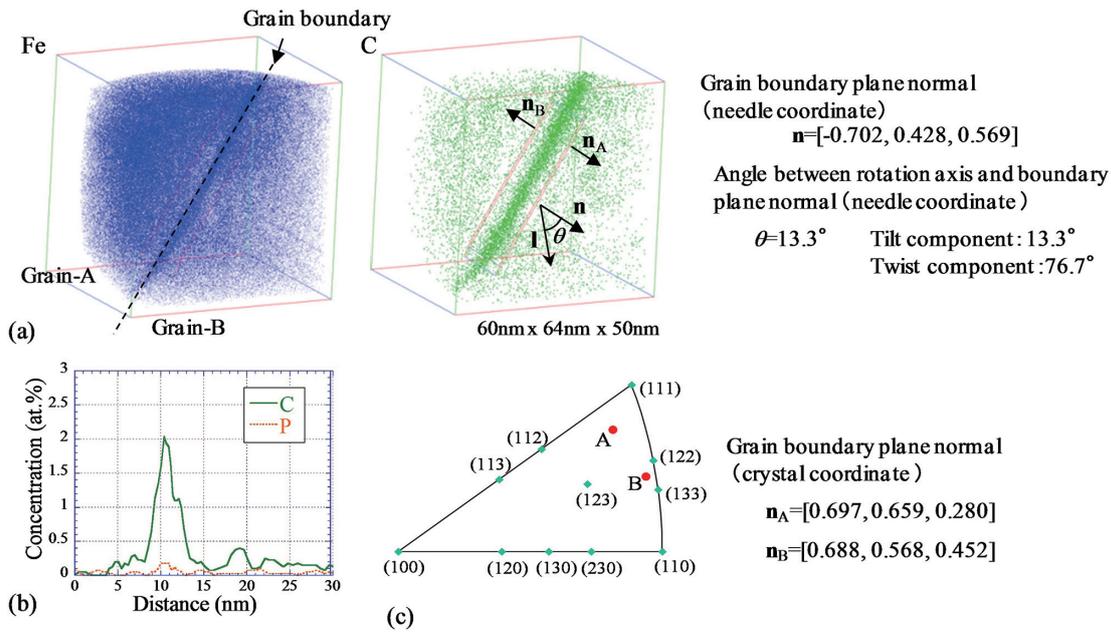


図4 フェライト粒界の粒界面方位の決定¹⁰⁾
 (a) 3D 元素マップ, (b) C 及び P 濃度プロファイル, (c) Grain-A と Grain-B の粒界面方位 (結晶座標系)
 Grain boundary characterization result

(a) 3D elemental maps, (b) Concentration profile, (c) Grain boundary plane normal in crystal coordinates of grain-A and grain-B

れよりこの粒界は一般大角粒界であることがわかる。しかしながら、この方法では偏析に影響すると考えられる粒界面方位までは求められていない。また、この粒界がどのような種類の粒界であるかについても示されていなかった。

2.2 粒界面方位の決定¹⁰⁾

FIM 解析によって粒界角及び回転軸を求めた粒界を、次に APT によって測定し 3 次元構築によって元素マップを得た。図 4 (a) には粒界面に平行方向から観察した Fe と C 元素マップを示す。図 4 (b) は粒界面に垂直に切り出したボックス (10nm×10nm×30nm) によって得られた元素濃度プロファイルを示す。粒界には Interfacial excess で C が $\sim 7.8 \pm 0.3 \text{ atom/nm}^2$, P が $\sim 0.28 \pm 0.05 \text{ atom/nm}^2$ の偏析を示していた。

粒界面が 3D マップ座標系の基準となる面 (例えば Z 平面) に対してどのように回転しているかを調べ、この回転行列から針座標系での粒界面法線ベクトルを求めた。これは単位ベクトル表示で $\mathbf{n} = [-0.702, 0.428, 0.569]$ となった。同じ針座標系で表した回転軸ベクトルは $\mathbf{l} = [0.713, -0.579, -0.394]$ であったことから、粒界面法線ベクトルと回転軸ベクトルの角度は $\theta = 13.3^\circ$ となり、この粒界は tilt 成分が 13.3° , twist 成分が 76.7° であり、大きな twist 成分を有する混合粒界であることが分かった。このように粒界面法線ベクトルを調べることによって、粒界の種類まで決定できる。

次に、針座標系から二つの結晶座標系への座標変換によって、各結晶座標系での粒界面法線ベクトルを求めると、Grain-A と Grain-B において、それぞれ $\mathbf{n}_A = [0.697, 0.659, 0.280]$ と $\mathbf{n}_B = [0.688, 0.568, 0.452]$ となった。これは 1 つの粒

界面が、粒界を構成する 2 つの結晶粒の座標系においてどのような方位になるかを示したものである。この値が低指数面に相当する場合は、界面エネルギーが小さいことになる。図 4 (c) は、Grain-A と Grain-B の粒界面方位を方位マップ上に示したものである。この 2 つの粒界面は (111) に近いものと、(111) から (110) の回転の中間に位置しているもの共に一般の粒界面であることが本解析によって示された¹⁰⁾。

2.3 精度検証⁹⁾

このように、開発した FIM 解析技術と APT を相補的に使用することで、粒界性格や粒界種類を調べる技術を構築した。今までにこのようなその場での FIM 解析の報告はなく、FIM ポールフィッティング法での粒界角の決定精度は不明であった。そこで、ひずみを焼鈍によって除いたフェライト鋼試料を用いて、粒界角決定の精度検証を行った。

EBSD で事前に粒界角を調べた 5 つの粒界から、それぞれ lift-out 法と FIB 加工によって針試料を作製し、FIM ポールフィッティング法によって粒界角を求めた。5 つの針試料において、事前に EBSD から求めた値に対し最大でも 0.6° の違いであった。EBSD 測定自体も各測定点において菊池帯からの方位決定に $0.1 \sim 0.5^\circ$ の誤差は含まれるため、その値に対し十分な精度を有することが明らかにされた。ただし、針試料が楕円である場合は決定精度が低下するため注意が必要である。

FIM から決定する方法は、APT 測定する針試料を測定直前に“その場”で調べることができ、目的の粒界や界面の判定に加え、APT 測定結果と直接比較できる利点がある。また、粒界位置から 10nm 程度の近距離の粒界角を調

ることができるため、例えば、粒内に大きなひずみを有するパーライト鋼やベイナイト鋼においても、粒界の極近傍での粒界角を正しく決定できる。

3. 特定粒界・界面の観察技術の進展

前節では、APT 測定による粒界偏析観察において、同じ APT 用針試料を用いて FIM 解析から粒界角と粒界面方位を調べる技術について述べた。本節では、これらの技術を使用して、鉄鋼材料において古くより観察ニーズの高い再結晶界面と旧 γ 粒界への適用例について述べる。

3.1 再結晶／未再結晶界面の観察¹²⁾

Ti 添加の極低炭素鋼において数 massppm の B 添加が冷間圧延後焼鈍時の再結晶核の成長を抑制することが、芳賀らによって報告されている¹³⁾。この現象は固溶 Ti の存在下で顕著になることから、B と Ti の相互作用に由来すると考えられた¹⁴⁾。再結晶核の成長を抑制する機構として知られる solute drag 効果は、再結晶／未再結晶界面に合金元素や不純物元素が偏析し、界面の移動時に偏析原子を引きずることで駆動力が消費または易動度が低減することで説明される。しかし、再結晶温度域では B 自体は一般的な置換型原子に比べると拡散が速くこの効果は小さいが、仮に B-Ti 引力相互作用によって Ti の界面偏析を生じれば、大きな solute drag 効果が期待される¹⁴⁾。この仮説を検証するために、再結晶界面の偏析元素の直接観察を行った。

本実験には、Ti を 0.05mass% 添加し B の添加量を 1～14massppm の範囲で変えた極低炭素 IF (Interstitial Free) 鋼を用いた。熱間圧延後 700℃で 30 分の巻取り相当処理を行い、含有する N, C, S を Ti で析出固定させた。析出量を差し引いた固溶 Ti 量 (sol.Ti) は～0.03mass%と見積もられた。冷間圧延率 80%の圧延後、650℃の塩浴で再結晶焼鈍を 30s～6day 間行い再結晶の進展を調べ、再結晶初期段階の B 無添加材(1B-4 min)と 14ppmB 添加材(14B-60 min)を観察試料に用いた。

図 5 は、再結晶／未再結晶界面の観察のための針試料作製工程である。EBSD マップより目的の界面を決め(図 5(a))、粒界角を事前に調べた(図 5(b))。この理由は、未再結晶には微細な回復結晶粒が存在するため、針試料の APT 測定前に FIM 解析から得られた値と比べることによって混在を避けるためである。目的の界面を含む $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m} \times 30\mu\text{m}$ の微小ブロックを FIB lift-out 方法によって取り出し、針台座に固定し、その界面が針先端約 100nm になるように FIB による針試料を加工した(図 5(c))。作製した針試料(図 5(d))中の界面の粒界角を FIM ポールフィッティング法によって調べた(図 5(e))。この値は $27.9 \pm 0.4^\circ$ と求まり、先に EBSD から調べた値である $26.9 \pm 0.2^\circ$ にほぼ対応しており、目的とした再結晶／未再結晶界面であることが確認された。

図 6 は、この方法で作製した針試料の APT 測定結果である。3D マップ中の破線が再結晶／未再結晶界面位置である。B 無添加の 1B-4min 試料では、B が偏析していないにもかかわらず、Ti はある程度の偏析を示していた(～0.7atom/nm²)。これは、Ti と界面には小さいながら引力相互作用があることを意味する。

一方、B 添加材である 14B-60 min 試料では、B が高濃度に偏析しており(～4.1atom/nm²)、同時に Ti も偏析を示していた(～1.9atom/nm²)。B 無添加でも Ti は偏析していたが、B 添加によって Ti 偏析量が増加していた。再結晶が完了した粒界においても同様の傾向が見られたことから、B 原子と Ti 原子は引力相互作用を有し、共偏析の関係にあることが示された。Cahn の solute drag モデルによれば、B 添加によって drag 力が増加した原因は、B 界面偏析によって Ti と界面の相互作用エネルギーが増加したためと考えられる。実際の Ti 偏析濃度の変化より、偏析幅を 1nm と仮定した場合に、B 偏析による Ti の界面相互作用エネルギーの増加分はおよそ 0.1eV 位程度と見積もられた¹⁵⁾。

3.2 旧 γ 粒界観察¹⁶⁾

微量 B 添加によってオーステナイト (γ) 粒界に B が偏析し、フェライト核生成を抑制することで焼入性が向上することが知られている。この B 添加鋼に Mo を複合添加すると、さらに焼入性が向上することが報告されており、変態前の γ 粒界への偏析挙動や、焼入性に及ぼす複合効果の機構が議論されている^{17,18)}。この機構解明のために、APT による旧 γ 粒界の偏析元素の定量観察を行った。0.15C-0.27Si-1.3Mn-0.02Ti-0.0007N (mass%) を基本成分に、B を 10massppm 添加、Mo を 0～1.0mass% 添加した鋼を準備した。950℃×20s のオーステナイト加熱後、異なる冷却速度で 650℃まで冷却し、そこから He-quench したフォーモスタ試験片を試料とした¹⁹⁾。

試料表面の EBSD 測定より、K-S (Kurdjumov-Sachs) 関係から以外の粒界角として旧 γ 粒界位置を認識し、lift-out 法、FIB 加工及び TEM 観察等を駆使して、目的の旧 γ 粒界を先端に含む針試料を作製した(図 7)。ここでも FIM ポールフィッティング法によって APT 測定前の針試料の粒界角を調べ、測定前に目的とする旧 γ 粒界であることを確認した。本鋼のようなマルテンサイト組織においては、ブロックやパケット界面が高頻度に存在するため、APT 測定前に旧 γ 粒界を認識しブロック等と区別することにより、非常に難易度の高い旧 γ 粒界観察の成功率を著しく高めた。

図 8 は、950℃から 650℃まで 30℃/s で冷却した 10ppm B 添加鋼中の旧 γ 粒界の APT 観察結果を示す。Mo 無添加材においては、旧 γ 粒界に B 及び C が高偏析していた(図 8(a))。B は粒界全面に固溶として均一に分布しており、粒界上にクラスタ等は生じていなかった。1% Mo 添加材においては、旧 γ 粒界に B, Mo 及び C が高偏析していた(図 8

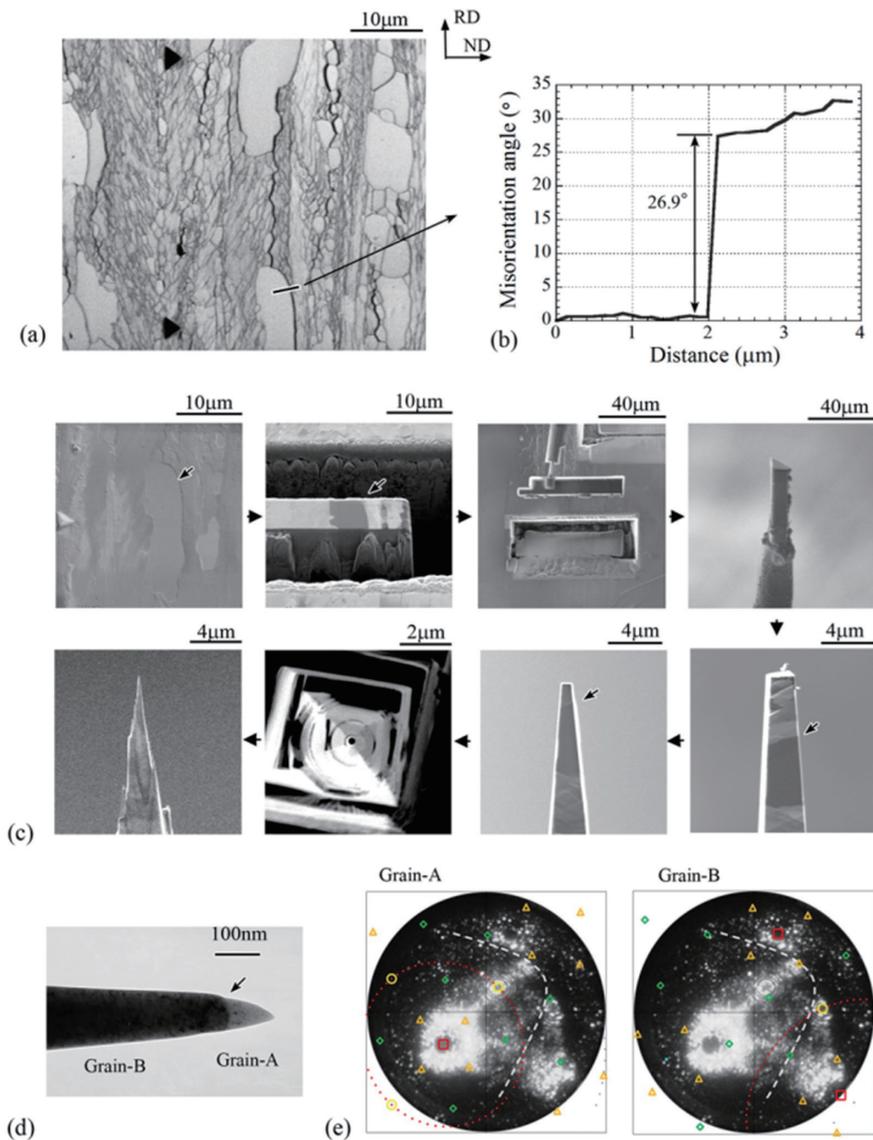


図5 再結晶／未再結晶界面からの針試料作製及び界面確認工程¹²⁾

(a) EBSD IQ マップ, (b) 界面の粒角評価, (c) FIB lift-out 法による針試料作製工程, (d) 針試料の TEM 明視野像, (e) FIM ポールフィッティング法による粒界解析

Processes of needle tip fabrication and interface confirmation

(a) EBSD IQ map, (b) Misorientation angle of line profile across the aimed interface, (c) Needle tip fabrication of the interface by FIB milling with the lift-out method, (d) TEM micrograph of the tip after final milling, (e) Characterization of the interface by FIM pole fitting method

(b)。B と Mo は旧 γ 粒界にのみに偏析しマルテンサイトのポケットやブロック、ラス境界には偏析を示さないが、C は旧 γ 粒界以外にマルテンサイト変態によって生成したポケットやブロック、ラス境界にも偏析していた。このことは、C は変態後も拡散しマルテンサイト変態で生じた各種境界に偏析したのに対し、B と Mo は拡散できず変態直前のオーステナイト中の粒界偏析状態を保持したことを示す。

本技術を用いて、偏析量に及ぼす冷却速度や Mo 添加量等の影響について系統的な研究がなされた。これより、冷却中の B 及び Mo の粒界への偏析挙動を定量的に説明するモデルを提案し、さらに粒界偏析量と焼入性との関係についても言及するに至っている¹⁶⁾。オーステナイト (γ) 粒

界は変態や析出の核生成サイトとなるため、組織生成や特性発現に非常に重要な役割を有しており、本技術の活用が今後も求められる。

4. 結 言

APT と相補的な役割を有する FIM のその場解析技術を開発し、より信頼度の高い APT 観察技術を構築した。この技術を基に、従来観察が難しかった旧 γ 粒界等の特定粒界や特定界面の観察技術の進展に繋げた。鉄鋼材料は長い歴史を有する実用材料ではあるが未解明の課題を未だ持ち合わせており、より厳しい特性を付与した高強度鋼材の開発にはこのようなナノ組織解析技術の活用が必要となる。ナノ解析技術は、鉄鋼材料と Materials Science を直接

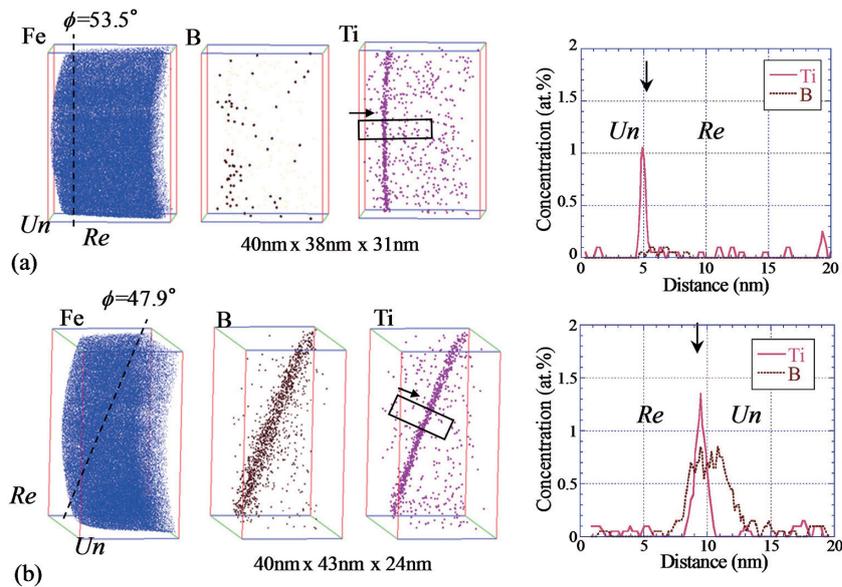


図6 再結晶／未再結晶界面の3D元素マップ及び濃度プロファイル (*Re*:再結晶粒, *Un*:未再結晶粒, ϕ :粒界角)⁹⁾
 (a) B無添加材 (1B-4min), (b) 14ppmB添加材 (14B-60min)
 3D elemental maps and concentration profile across the recrystallized/unrecrystallized interface in the steels
 (a) Without B (1B-4min), (b) With B (14B-60min)

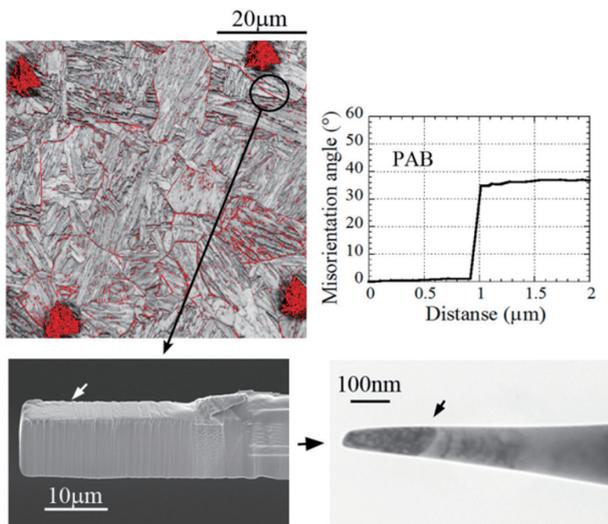


図7 EBSD解析及びFIB lift-out法による旧 γ 粒界の針試料作製工程¹⁶⁾
 Fabrication process of a needle tip containing the prior austenite grain boundary using combination of EBSD analysis and FIB lift-out method

結び付ける技術とも言え、今後益々その重要度が増すもの
 と考える。

参考文献

1) 例えば, Lejček, P.: Grain Boundary Segregation in Metals. Springer, Berlin, 2010
 2) 田中智仁, 林俊一: 新日鉄住金技報. (408), 26 (2017)
 3) 重里元一, 谷口俊介, 杉山昌章, 池松陽一: 新日鉄技報. (390), 8 (2010)

4) 高橋淳, 川上和人, 小林由起子, 山田淳一: 新日鉄技報. (390), 20 (2010)
 5) Maruyama, N., Smith, G.D.W., Cerezo, A.: Mater. Sci. Eng. A353, 126 (2003)
 6) Herbig, M., Raabe, D., Li, Y.J., Choi, P., Zaefferer, S., Goto, S.: Phys. Rev. Lett. 112, 126103 (2014)
 7) Cahn, J.W.: J. Phys.-Paris. 43, 199 (1982)
 8) Suzuki, S., Abiko, K., Kimura, H.: Scripta Metall. 15, 1139 (1981)
 9) Takahashi, J., Kawakami, K., Kobayashi, Y.: Ultramicroscopy. 140, 20 (2014)
 10) 高橋淳, 川上和人, 小林由起子: CAMP-ISIJ. 27, 457 (2014)
 11) Blavette, D., Duval, P., Letellier, L., Guttman, M.: Acta Mater. 44, 4995 (1996)
 12) Takahashi, J., Haga, J., Kawakami, K., Ushioda, K.: Ultramicroscopy 159, 299 (2015)
 13) Haga, J., Mizui, N., Nagamichi, T., Okamoto, A.: ISIJ Int. 38, 580 (1998)
 14) 芳賀純, 澤田英明, 潮田浩作: 鉄と鋼. 103, 221 (2015)
 15) 高橋淳, 芳賀純, 川上和人, 潮田浩作: CAMP-ISIJ. 28, 318 (2015)
 16) Takahashi, J., Ishikawa, K., Kawakami, K., Fujioka, M., Kubota, N.: Acta Mater. 133, 41 (2017)
 17) 上野正勝, 伊藤亀太郎: 鉄と鋼. 74, 1073 (1988)
 18) Asahi, H.: ISIJ Inter. 42, 1150 (2002)
 19) Ishikawa, K., Nakamura, H., Homma, R., Fujioka, M., Hoshino, M.: submitted to ISIJ Inter. (2017)

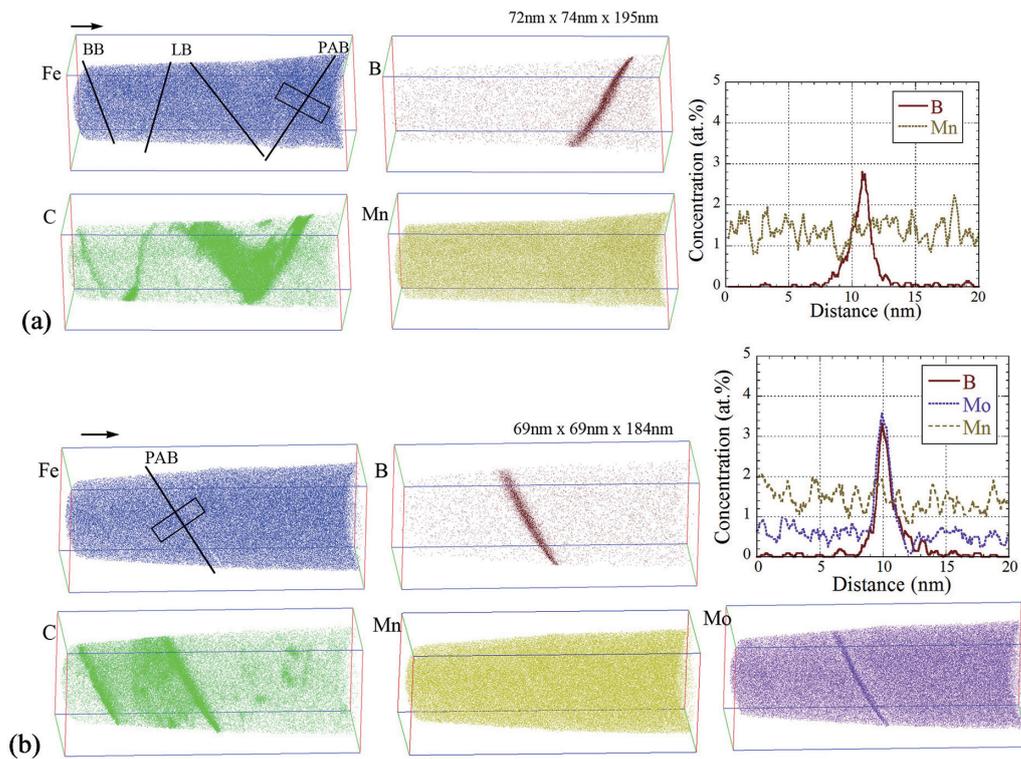


図8 旧 γ 粒界の3D元素マップ及び元素濃度プロファイル¹⁶⁾

(a) Mo無添加材, (b) 1mass%Mo添加材(旧 γ 粒界をPAB, ブロック境界をBB, ラス境界をLBと表記)

3D elemental maps and concentration profiles at the prior austenite grain boundary in 10ppmB added steels without (a) and with 1 mass%Mo (b)



高橋 淳 Jun TAKAHASHI
先端技術研究所 解析科学研究部
上席主幹研究員 工博
千葉県富津市新富20-1 〒293-8511



芳賀 純 Jun HAGA
鉄鋼研究所 薄板研究部
主幹研究員



川上和人 Kazuto KAWAKAMI
日鉄住金テクノロジー(株)
工博



石川恭平 Kyohhei ISHIKAWA
鉄鋼研究所 厚板・形鋼研究部



小林由起子 Yukiko KOBAYASHI
先端技術研究所 解析科学研究部
主幹研究員



久保田直義 Naoyoshi KUBOTA
日鉄住金テクノロジー(株)
工博