



今も活躍している当社のロングラン技術や製品をご紹介します

鉄鋼材料の最先端開発を支える、 FE-(S)TEM をもちいた組織観察技術

材料ソリューション事業部 応用物理技術部 ナノ組織解析室 森 篤・中村 純也

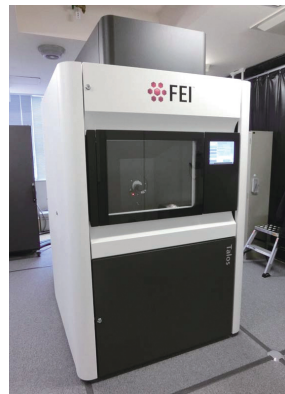
透過型電子顕微鏡(TEM)受託業務は、当社発足以来約40年間にわたり、各種材料の開発を支えてきたメニューのひとつである。

2017年にTEM：日本エフイー・アイ製 Talos F200X(第1図)を導入し、シリコンドリフト検出器(SDD)4基搭載による高感度エネルギー分散型X線分光法(EDX分析)と、走査透過電子顕微鏡法(STEM)を組み合わせ、高精度解析を可能にして今に至る。

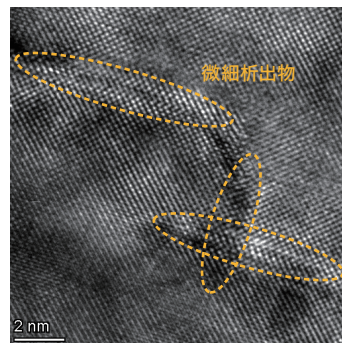
昨今では、とりわけ整合析出物による析出強化や高強度鋼の遅れ破壊の機構解明など、ナノサイズの微細析出物の観察解析が必須である。それらの観察には装置性能のみならず、観察目的に合わせた最適な作製手法を選択し、目的か所を薄片化する、高度な試料調製技術が求められる。

これら、当社独自の試料調製技術と装置の性能向上により、従来のTEMでは捉えきれなかった、ナノサイズの微細析出物の観察事例を今回紹介する。

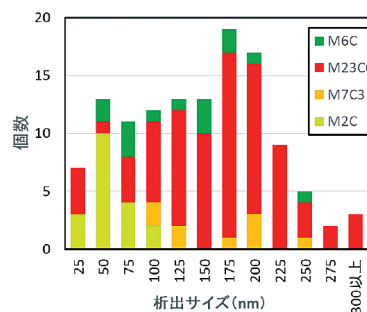
第1図 Talos F200X



第2図 鋼中析出物の高分解能TEM像



第4図 粒界析出物の析出種別サイズ分布



【電解薄膜法による観察事例】

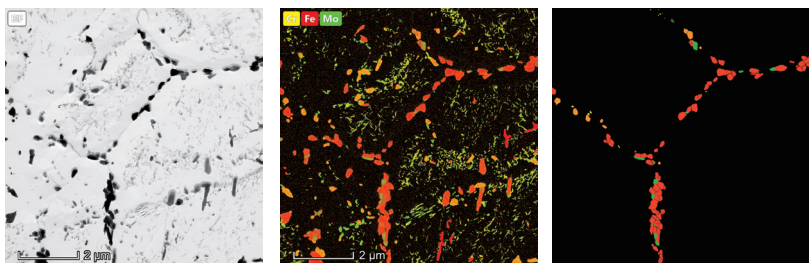
電解薄膜法は、対象材料を陽極とし酸化膜形成と除去を繰り返すことで試料を100nm以下に薄片化する手法であり、ナノサイズの微細析出物の析出状態などの組織形態を直視することができる。

TEM明視野法による観察事例(第2図)では、磁性影響を極力抑えた試料調製をすることで、母相[001]方向から円盤状のナノ整合析出物を鮮明に捉えることができる。XRDと組み合わせ、析出強化機構の解明や遅れ破壊などの原因究明の一助となる。

【抽出レプリカ法による観察事例】

抽出レプリカ法は、鋼材中の析出物や介在物をカーボン膜上に転写することで、析出物の分布や形態、構成元素比や結晶構造を知る手法である。上記Talos機によるSTEM-EDXマッピングでは、第3図に示すように、元素毎に色別表示し、それらを重ねることで各析出物を視覚的に分類が可能となる。画像解析を適用すれば、粒界析出物のみを抜き出して粒度分布を種類別にヒストグラムとして判別も可能である(第4図)。このように定量化することで、材料開発や材料特性への理解に大きく貢献している。

第3図 抽出レプリカ法で作製した2.25Cr鋼の析出組織



STEM-BF像

EDX マッピング像

粒界析出物のみを抜き出したもの

このほか、集束イオンビーム(FIB)法をもちいた試料作製を駆使することで、例えば試料表面に現れるクラックを特定して元素分布などを明らかにすることができる。これからも、TEM観察を中核にして、ますます高度化するお客さまのニーズに応じた技術革新を進め、さまざまなメニューを提案することで課題解決に貢献していく。