

※課題番号 : F-12-BA-0004
※支援課題名 (日本語) : 浸炭鉄の断面加工
※Program Title (in English) : Fabrication of TEM samples of carburizing iron films
※利用者名 (日本語) : 日方 威
※Username (in English) : Takeshi Hikata
※所属名 (日本語) : 住友電気工業株式会社
※Affiliation (in English) : SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

※概要 (Summary) :

純度 5N の純鉄を酸化させた後にアセチレンによる浸炭処理を行うと、鉄が還元され炭素が析出する。この析出した炭素は還元鉄マトリックスの中にグラファイトを形成しながら析出する。一般的に鉄の浸炭過程では、 Fe_3C (セメントイト) の形成以上に炭素が固溶することはなく、従って炭素の析出もない。この超高純度鉄を用いた酸化鉄のアセチレン還元は過剰に炭素が溶け込んでいる可能性があり、今までにバルク材料を扱う冶金学では観測されていない事実である。この超高純度鉄で観測される浸炭プロセスと炭素析出の過程を調べるために、TEM 剥片サンプルを作り、TEM による高分解能構造観察を行った。

※実験 (Experimental) :

利用装置 : FIB-SEM

試料表面にビーム誘起堆積法により、Pt 保護膜を形成し、その後 FIB 加工とプローブによるマイクロサンプリングにより TEM 剥片サンプルを作成した。

※結果と考察 (Results and Discussion) :

図 1 に作製した TEM 剥片サンプルの SEM 写真を示す。浸炭鉄内部は SEM 像でのコントラストの異なる二つの物質の複合体であり、EDX による定性分析によりコントラストの明るい部分は鉄、コントラストの暗い部分は炭素であることが分かった。浸炭鉄は鉄微粒子の周囲に多量の炭素が析出していることが分かった。酸化還元によってポーラス化した鉄の細孔に炭素が析出してこのような構造が形成されたと考えられる。

図 2 に作製した剥片サンプルの TEM 写真を示す。TEM による高分解能観察から、析出した炭素はグラファイトであることが分かった(図 2(b)参照)。ポーラ

ス化した鉄の表面を覆うように多層グラファイトが析出していた。

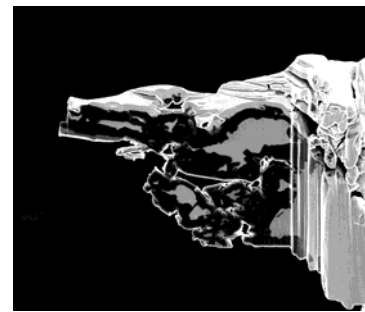


図 1 : 浸炭鉄断面の SEM 写真

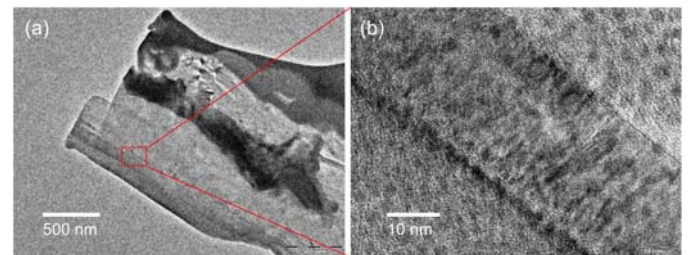


図 2 : 浸炭鉄の TEM 写真

※その他・特記事項 (Others) :

今後の課題

作製した試料では、まだ薄片化が十分ではなく、浸炭鉄内部の結晶構造を TEM によって観察することができなかった。今後は、より膜厚の薄い TEM 試料を作成し、浸炭鉄内部の結晶構造を調べ、浸炭鉄への過剰炭素固溶のプロセスを明らかにしていきたい。

共同研究者等 (Coauthor) :

宇都宮理佐(日新電機)
藤田淳一(筑波大学)
村上勝久(筑波大学)