

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 4 月 30 日現在

機関番号：17102

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2014～2015

課題番号：26600046

研究課題名(和文) 粒界の原子面成分抽出法の構築と多結晶材料への応用

研究課題名(英文) Establishment and application of spatial difference Imaging method on interfaces

研究代表者

金子 賢治 (Kaneko, Kenji)

九州大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：30336002

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円

研究成果の概要(和文)：多結晶材料の特性を知る上で原子分解能で界面に関する組成情報や微構造情報を得ることは大変重要である。粒界が材料中を立体的に縦横無尽に存在し、材料中の多くに固溶元素や析出物が存在し、これらの添加物に由来する特性が発現するため、粒界や界面の構造を、原子オーダーで「識別」・「把握」・「制御」することが、「特性の制御・改善」に繋がることを期待される。このため、原子分解能STEM像を用いて、界面における「面」情報を取得することが可能な画像差分法を構築し、多結晶材料へ適用した。

研究成果の概要(英文)：In the case of polycrystalline materials, interfaces and grain boundaries play very important roles on the properties of them. So far, there have not been any experiments to examine the interface two-dimensionally. Instead numbers of line-profile characterization methods has been applied to understand the composition of them. During this research period, interfaces were examined in two dimensions and proposed an experimental methods to characterize the interfaces in two dimension.

研究分野：電子顕微鏡学

キーワード：界面 原子分解能 透過型電子顕微鏡

1. 研究開始当初の背景

材料の特性は、原料、純度、形、粒径、結晶構造、内部構造、欠陥、結合状態などの因子に大きく依存することから、これらの因子を制御することによる特性の制御や改善が期待できる。更に、実用材料の多くを占める多結晶材料には、粒界が材料中を立体的に縦横無尽に存在する。また、合金系材料中の多くには固溶元素のみならず析出物が存在し、これらの添加物に由来する特性が存在するため、**粒界や界面の分布や構造**を、原子オーダーで「識別」・「把握」・「制御」することが、「**特性の制御・改善**」に繋がる。

2. 研究の目的

粒界や界面はその解析装置（透過型電子顕微鏡 (TEM)、走査型 TEM (STEM) など）の構造上、2次元像上では「線」として観察されることが多い。しかし、このような線として情報が得られる場合、奥行き方向の情報は平均化されてしまうことが多い。実次元では、粒界は粒子と粒子の界「面」、つまり「面」として存在することから、材料特性は粒界・界「面」の微構造と直接的に相関が存在するはずである。この相関を解明するためには、「面」を「面」として観察し、またそれらを立体的に観察するなどする、粒界「面」の微構造を2次元的に解析する手法、「**画像差分解析法**」(図1)、を構築する必要がある。本研究では界面情報を原子分解能で得ることを目的として、界「面」を含む数枚の原子分解能像を用いて、それらを差分、図1、することにより、「面」の情報を取り出すことを目的とした。

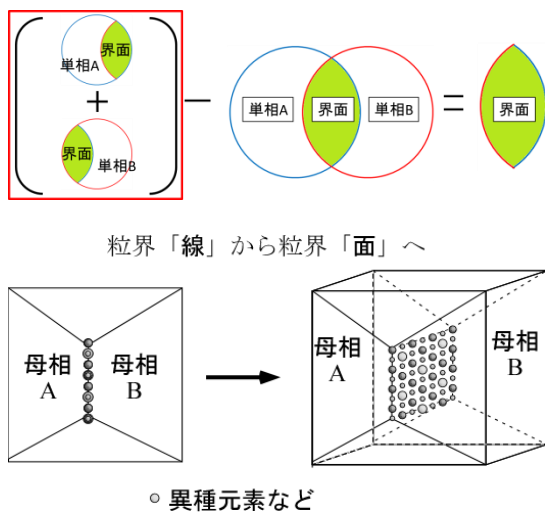


図1 画像差分解析法のご概念と概念図

3. 研究の方法

本研究は、**試料加工**、**観察**および**解析**により構成され、それらの強い連関の中で実行されている。

【試料加工】

集束イオンビーム (FIB) 法を用いて [母相 A] 部、[母相 B] 部、ならびに [粒界や界面] 部を含む TEM 試料を作製した。

【観察手法の構築】

これらのそれぞれの試料に対し収差補正装置を付帯している走査型透過電子顕微鏡 (STEM) により、高角環状暗視野 (HAADF) 法を用いて原子分解能での元素識別像の取得を行った。これは STEM-HAADF 法により得られた像が原子分解能で試料厚み (厚み方向の原子数) を反映した像が得られるからである。

また、観察結果に対し、画像データの回転・軸補正や位置補正を行った後に、それらの像成分の差分を行い、界面や粒界の原子配列情報を導出する「**粒界面成分抽出法**」を構築した。

【材料解析】

汎用性の高い多結晶材料へ今回考案した「**粒界面成分抽出法**」を適用し、「**連続 TEM 試料加工法**」と「**観察手法**」の検証を行った。最終的には Al 合金やセラミックスの多結晶材料の粒界や界面に適用し、**特性-粒界面構造の相関を試みた**。

4. 研究成果

ステンレス鋼 (SUS304) への適用

耐久性に優れた一般ステンレス鋼である SUS304 に画像差分法を適用した。原子分解能 HAADF-STEM 像を予め取得した(図2)。

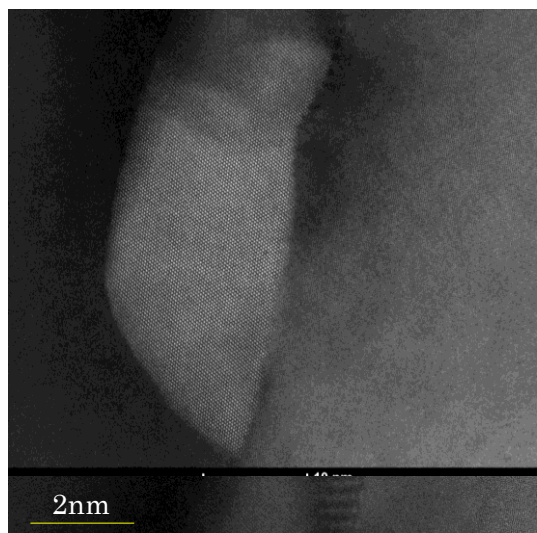


図2 ステンレス鋼の STEM-HAADF 像。左側の粒子は Cr 炭化物、右側の粒子は母相。

次に画像処理ソフトウェア（Digital Micrograph 6.0）を用いて、図2に高速フーリエ変換処理（FFT）を施し、Fe由来の波長成分（図3中の黄点）以外を選択し、逆高速フーリエ変換（IFFT）を施すことによりM₂₃C₆と界面の情報を含む像を得た（図4）。

オリジナル像（図2）中には図1で説明したように、Fe単相成分、M₂₃C₆単相成分、ならびに界面成分が含まれているため、単に図2からFe単相成分（黄○）を除くとM₂₃C₆単相成分と界面が含まれた画像が得られることになる。

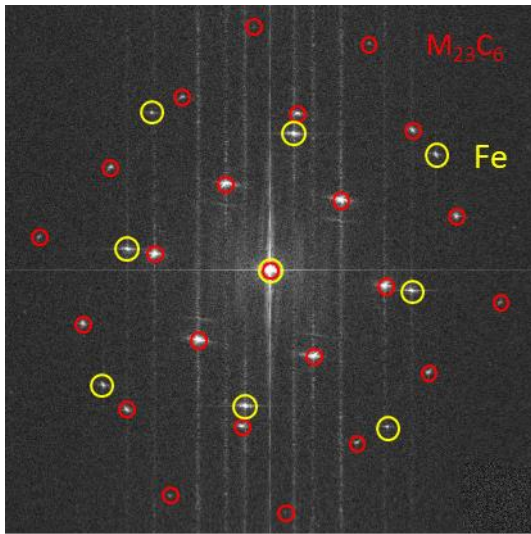


図3 図2のフーリエ変換像。赤○がM₂₃C₆由来の波長成分、黄○がFe由来の波長成分。

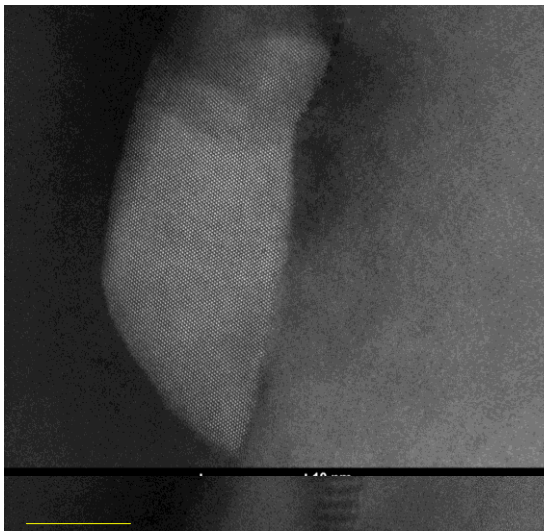


図4 M₂₃C₆単相成分と界「面」成分を抽出した像

また、同様の処理をM₂₃C₆由来の波長成分（図3中赤○）以外を選択することでFe単相像と界「面」の情報を含む像を得る事が可能となる。その後、得られた二つの像成分を

合算した後、差分画像法を適用し、オリジナル像の成分を差分することにより、界「面」のみの像の取得を行った（図5）。その結果、界「面」近傍のみにおける原子配列像の可視化が可能となった。

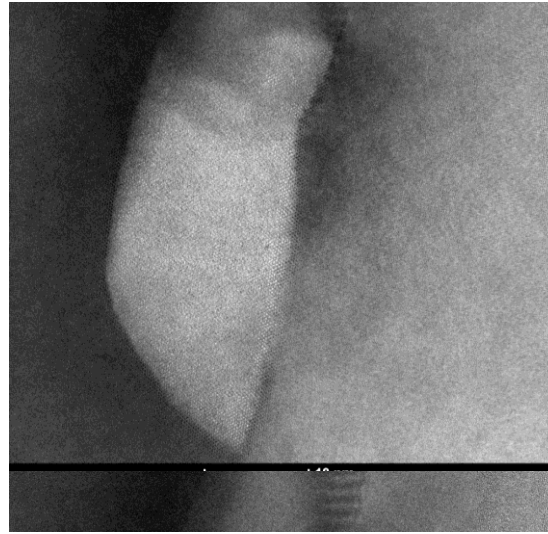


図5 界面のみの像情報、M₂₃C₆とFe母相からは格子像が得られないが、界「面」部分の格子像が見られる。

本実験を遂行するに辺り、母相Aと母相Bの整合性を考慮する必要性、や曲面として存在している界「面」を扱うことの困難さが存在していることが判明した。また、試料厚みが一定では無いため、界「面」を「面」として捉えることには困難が生じることが判明した。

5. 主な発表論文等

（研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線）

〔雑誌論文〕（計1件）

Hardness and microstructural variation of Al-Mg-Mn-Sc-Zr alloy, Ikeshita, S., Stroda, A., Saggi, Z., Yamada, K., Burdet, P., Hata, S., Ikeda, K.-I., Midgley, P.A., Kaneko, K., Micron, 82, (2016), 1-8

〔学会発表〕（計3件）

金子 賢治, “FIB-SEMによる鉄鋼材料の3次元解析”, 平成27年度日本顕微鏡学会マルチスケール電子線トモグラフィ研究部会, 工学院大学, 平成27年12月5日

Kenji Kaneko, “Three-dimensional characterization of various crystalline materials by electron microscopy”, NIMS Conference 2015, 平成27年7月15日

金子 賢治, 河野 理香, 山田和広, 菊池 正夫, 原 徹, “SUS347における粒界析出物の3次元ナノ解析”, 日本鉄鋼協会第169回春季講

演大会, 平成 27 年 3 月 19 日

〔図書〕 (計 0 件)

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 0 件)

〔その他〕

ホームページ等

<http://zaiko13.zaiko.kyushu-u.ac.jp/>

<http://hyoka.ofc.kyushu-u.ac.jp/search/details/K001442/research.html>

6. 研究組織

(1) 研究代表者 金子賢治

(Kenji Kaneko)

九州大学・工学研究院・教授

研究者番号 : 30336002