

先端研究基盤共用促進事業（先端研究設備プラットフォームプログラム）

## 顕微イメージングソリューションプラットフォーム

### 利用報告書

報告日 2023/4/28

北海道大学創成研究機構長 殿

下記の通り利用結果を報告します。

#### ●利用課題名

Beam Rocking EDS による高クロム鑄鉄中カーバイドの添加元素位置の解析

#### ●申請者情報

機関名：東北大学

部署名：学際科学フロンティア研究所

代表者：津田 健治 教授

#### ●利用期間

2022/12/13 ~ 2022/12/16

#### ●利用装置

電子分光電子顕微鏡 JEM-2100M（名古屋大学 未来材料・システム研究所 武藤研究室）時間利用

#### ●利用分野

ナノテクノロジー・物質・材料

#### ●利用目的

高クロム鑄鉄中に含まれる  $M_6C$  カーバイド相に対し Beam Rocking EDS 実験を行って、Mo 等の添加元素位置情報を得ることを目的とする。

カーバイドを含む高クロム鑄鉄は、耐摩耗性、耐熱性、耐食性に優れた材料であり産業的にもきわめて重要である。これまで電子顕微鏡観察により機械的特性と微細組織の相関は詳細に調べられてきたが、熱処理特性・機械特性改善のため添加される、添加元素の結晶学的位置情報は不明であった。これは、この材料が鉄とカーバイドの多相系でありサブミクロンサイズのグレインを持つこと、カーバイドが単位胞の大きい複雑な結晶構造を有し、かつ多数の添加元素が用いられることなどにより、従来の X 線回折による結晶構造解析法が困難なためである。本研究では、Beam rocking EDS 法を適用して、高クロム鑄鉄中のカーバイド添加元素の結晶学的位置・占有サイトの情報を明らかにして、材料物性との相関を調べる。

#### ●利用結果

TEM 用薄片試料は電解研磨法により作製した。実験は、名古屋大学 未来材料・システム研究所、武藤研究室の電子分光透過型電子顕微鏡 JEM-2100M を用いて加速電圧 200 kV で行った。入射電子の方

向（角度）を2次元的に rocking して、Energy-Dispersive Spectroscopy (EDS) 検出器を用いて、Si, Mo, Fe, Cr, C の特性 X 線強度を測定し、各入射電子角度に対する特性 X 線強度の依存性を2次元角度マップとして取得した (Beam Rocking EDS 実験)。その際、試料の単グレイン内の数百 nm 程度の領域を選択してデータを取得した。

Beam Rocking EDS 実験では、電子線の試料への入射角度（方位）に依存して、動力学回折（多重散乱）に基づく電子のチャンネルング効果が変わり、試料中の高速電子の通過する位置（電子密度分布）が変化して特性 X 線強度に影響を受ける。この方法の特徴は、回折法による結晶構造解析では困難な、同じ原子サイトに位置する異なる元素を、EDS の元素選択性を利用して分離し、それぞれの原子位置情報を独立に得ることができる点である。また、電子線を利用して試料の数百 nm 程度の領域を選択できるため、今回のような多相試料においても単相・単グレイン領域からデータが得られる点も有利である。

今回の実験では、種々の結晶方位でそれぞれの元素に特徴的な特性 X 線角度マップが得られ、元素ごとに特定のサイトを占有する傾向があることがわかった。種々の  $M_6C$  構造モデルを用いて、動力学回折理論に基づく特性 X 線強度角度分布のシミュレーションを行い、実験を再現するモデルを構築する作業を行っている。

## ●成果公開について

本利用報告書を 2023 年 4 月に公開する

- 
- 受付番号 : C22P0024-H
  - 受理日 : 2023 年 5 月 3 日
  - 受付担当者 : 岸