

## 種々の電子線イメージング技法によるCu-Al-Mn合金 ベイナイト変態の多次元解析

本村, 俊一

<https://doi.org/10.15017/1654920>

---

出版情報：九州大学, 2015, 博士（工学）, 課程博士  
バージョン：  
権利関係：全文ファイル公表済

氏 名 : 本村 俊一  
論文名 : 種々の電子線イメージング技法による Cu-Al-Mn 合金ベイナイト変態の  
多次元解析  
区 分 : 甲

## 論 文 内 容 の 要 旨

ベイナイト変態は無拡散変態と拡散変態双方の特徴を有する相変態として知られている。この変態は鉄合金や貴金属基合金系(Cu, Au, Ag)で起こることがわかっている。これまで、ベイナイト変態の機構解明に向けた研究が多く行われているが、その変態機構についての統一的な見解が得られているとは言い難い。近年、走査電子顕微鏡(SEM)や透過電子顕微鏡(TEM)等の電子顕微鏡技法が発達し、従来の拡大像による二次元観察に加えて、微細組織の三次元形態や温度変化、時間経過による組織変化、歪み、組成などの種々の情報を取得し、材料を多次元的に解析することが可能になってきている。

本研究では、種々の電子線イメージング技法をCu-17Al-11Mn(at. %)合金におけるベイナイトの多次元解析に応用することで、ベイナイトの組織や変態機構の理解に資する新たな情報を得ることを目的とした。

第一章では、序論としてベイナイト変態に関する先行研究や種々の電子線イメージング技法について述べる。

第二章ではベイナイトの核生成箇所や、その後の成長挙動を調査するために、その場加熱観察を行った結果を述べる。観察装置には SEM を利用した；光学顕微鏡(OM)よりも分解能が高く、TEM のように試料を薄膜にすることなくバルク試料のまま観察できるためである。まず、ベイナイト相を観察するのに適した観察条件および試料作製条件を検討した後、SEM 内で 503 K に加熱後保持し、ベイナイト相の生成・成長の観察を行った。その結果、ベイナイト相は母相の結晶粒界で優先的に生成した後、その周囲に導入された弾性歪みを緩和するために粒内でもベイナイト相が生成する。ベイナイト相は板状または針状で、変態の初期と後期で成長様式が異なる。初期では長手方向へ、後期では厚さ方向へ成長し、長手方向への成長速度は時間とともに緩やかになる。その場観察の結果から測定したベイナイト相の長さの変化は、すべて加熱保持時間の平方根に比例することから、ベイナイトの成長は拡散律速であることが示唆された。また、比較実験として、同合金に対して SEM 内その場冷却実験を行い、マルテンサイト変態の変態挙動を観察した。その結果、ベイナイト変態が生成したバリエーション同士の隙間を埋めるようにして進行するのに対して、マルテンサイト変態は生成したマルテンサイト相と隣り合うようにして次のマルテンサイト相が生成しながら、変態が進行することが明らかになった。

第三章ではベイナイト変態に無拡散変態、すなわち剪断変形過程が含まれていることを確認するために、ベイナイト周囲の母相に対して電子線後方散乱回折(EBSD)法を応用した弾性歪み解析を行った結果を述べる。この手法は EBSD 測定時に得られる菊池パターンを無歪み点との画像相関によって比較し、弾性歪み量及び結晶格子の回転量を各テンソルに分けて算出するもので、A.

J. Wilkinson らによって開発されている。変態初期過程のベイナイトそうに対して歪み解析を行ったところ、ベイナイト周囲の母相には、最大で 0.5 %程度の弾性歪みが晶癖面に集中していることがわかった。さらに、弾性歪みが集中している領域では同時に結晶格子の回転も生じていた。したがって、弾性歪みが残留しているものの、ベイナイト周囲の母相は変態時の歪みを緩和するために結晶格子が回転していると考えられる。上記の結果から、ベイナイト相の成長初期段階は無拡散変態における特徴を有していることが明らかになった。

第四章では、時効条件を変化させて生成させたベイナイトの三次元形態を調査した。解析には、集束イオンビーム(FIB)による研削と SEM 像取得を繰り返すシリアルセクションニング法を採用し、そのためにシリアルセクションニングへの応用を目的に開発された直交配置型 FIB-SEM を使用した。従来の二次元的な観察からさまざまな形態が報告されていたベイナイトの三次元形態は薄板であり、時効時間の経過とともに晶癖面の平行性が失われレンズ状へと変化することが明らかになった。ベイナイト板は母相の結晶粒界で核生成し、生成したベイナイト板は他のベイナイト板を貫通するようにして成長する。時効温度が高くなると、同じ時効時間であっても形態はレンズ状へと変化することもわかった。また、三次元再構築像と EBSD を組み合わせた三面トレース解析を行うことで、Cu-Al-Mn 合金におけるベイナイトの晶癖面方位は、同じ Cu 基合金である Cu-Zn 合金とは異なりおよそ {9 3 -2} であることも明らかにした。

第五章では、エネルギー分散 X 線分光(EDS)を用いて、ベイナイト変態における組成変化を調査した結果を述べる。分析には、空間分解能を維持しながら、X 線の計数効率を高めるため大口径のシリコンドリフト検出器を 2 基装備した走査透過型電子顕微鏡(STEM)を使用した。変態初期過程のベイナイト相の内部は周囲の母相に比べて、Cu 濃度が最大 1.0 at. %ほど高くなっており、ベイナイト相と母相の間には 5 nm 程度の濃度低下領域が存在する。一方で、Al、Mn はベイナイト相内部で 1.0 at.%程度低くなっており、ベイナイト周囲の Cu 濃度が低下した領域では Al および Mn 濃度の上昇が見られた。また、ベイナイト相の成長端では組成変化は見られなかった。以上の結果から、ベイナイト変態では晶癖面を経路として Cu と Al および Mn の相互拡散が生じていることが示唆される。

第六章では、第二章から第五章をまでの結果を整理し、ベイナイト変態機構について考察した。また、種々の電子線イメージング技法による他の金属材料の組織解析に関する今後の展望を述べ、本研究のまとめとした。