

## 浸炭鉄の高分解能観察と分析

利用者：<sup>a</sup>住友電気工業株式会社, <sup>b</sup>日新電機, <sup>c</sup>筑波大学  
 日方威<sup>a</sup>, 宇都宮理佐<sup>b</sup>, 村上勝久<sup>c</sup>, 藤田淳一<sup>c</sup>

研究支援者：筑波大学 村上勝久

### 【研究目的】

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、 $\text{Fe}_3\text{C}$ （セメントイト）の形成以上に炭素が固溶することはない、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、浸炭鉄の断面の高分解能観察を行った。

### 【成果】

アセチレンによる還元浸炭処理を施した鉄箔には多くの粒が成長し、大変に壊れやすい。また、磁性を持つために、イオン顕微鏡対物レンズでの漏洩磁場による試料保持への影響と同時に、磁性粒子によるレンズの汚染も問題になる。試料をプラチナガスデポで保護し、試料粒子の飛散を防止するとともに、FIBで断面加工を施した。

図1に断面加工した浸炭鉄のSEM像を示す。断面SEM像から、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ることが分かった。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であり、コントラストの暗い部分は炭素であることが分かった。浸炭鉄の表面および内部に多量の炭素が析出しており、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いると考えられる。一般的に鉄の浸炭過程では、 $\text{Fe}_3\text{C}$ （セメントイト）の形成以上に炭素が固溶することはない炭素の析出もない。しかし、この超高純度鉄を用いた酸化鉄のアセチレン還元では鉄に過剰に炭素が溶け込んでいる可能性が考えられる。図2に剥片サンプルの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。

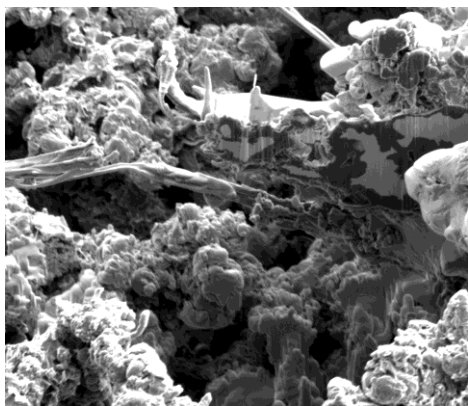


図1 浸炭鉄断面のSEM写真

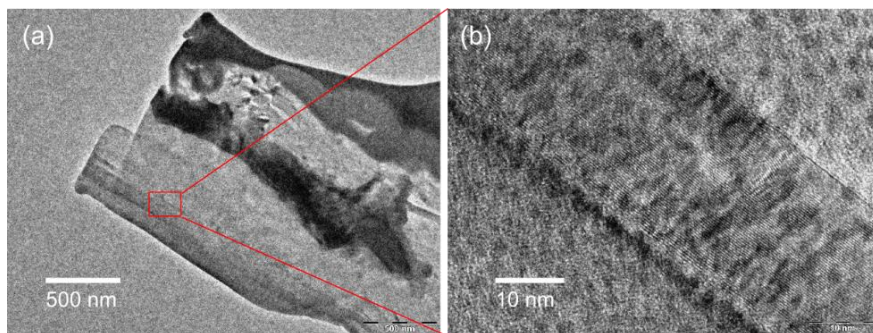


図2 浸炭鉄のTEM写真

### 【支援実施機関からのコメント】

分析試料の断面観察・元素分析・TEM剥片試料の作成と我々の保有するFIB-SEMの機能を有効に活用できた事例であった。低加速イオンビームによる最終仕上げを行うことによって、Arイオンミリング等の表面クリーニング無しで、高分解能観察に適するTEM剥片試料の作成を行った。