

2021/4/30 材料計測学3 課題3内容 + 配布資料3

(1) YouTube で材料計測学3の動画(13:32)を視聴し、復習してください。

<https://youtu.be/KNb6xMcTJOs>

(2) WebClassの確認問題(5問、100点満点)を解き、

5/13(木)23:59までに100点をとってください(制限回数は10回)。

注: 答えは1つとは限りません。

(3)YouTube で材料計測学4の動画(13:03)を視聴し、予習してください。

<https://youtu.be/XxVvboOtud4>

(4)参考動画を見て、勉強してください。

講義で使った動画

①原子の立体配置が見える！ 4:06

<https://www.youtube.com/watch?v=-dlwS1wgdEA>

②A journey to the nanoworld 2:56

https://www.youtube.com/watch?v=WfFgwB_BADE

講義で使わなかった動画

③2014 Update: EBSD explained, Scenario of a crack, Bruker, Animation 3D Agentur Berlin 3:41

<https://www.youtube.com/watch?v=q1QZyMfbIxU>

④HOW TO サイエンス (5)原子を見て操る方法 28:58 特に 8:45-12:10 4min 探針をつくる

<https://www.youtube.com/watch?v=ZhNhsxFZL08> 12:10- 17:45 5min STMのしくみ

21:07-24:22 3min AFM

材料計測学

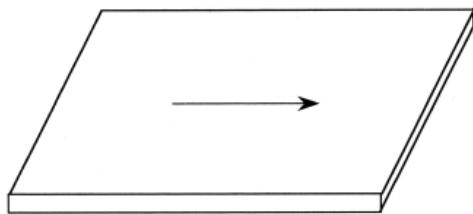
- ①: 組織・構造(1)(光顕・電顕)
- ②: 組織・構造(2)(回折1:XRD, TEM)
- ③: 組織・構造(3)(回折2:EBSD + 原子の観察)



担当: マテリアル鎌田

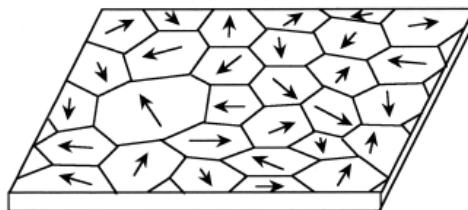
●結晶方位の分布の評価

(a) 単結晶



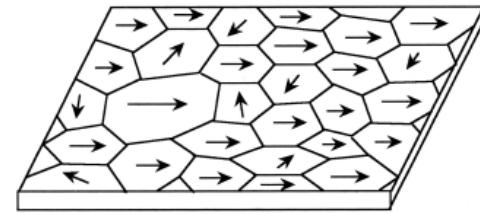
(矢印:結晶の向き)

(b) 多結晶



ランダム

(c) 多結晶(集合組織)



ある特定の方位

特性の向上



(例) ● Fe-Si合金(電磁鋼板)



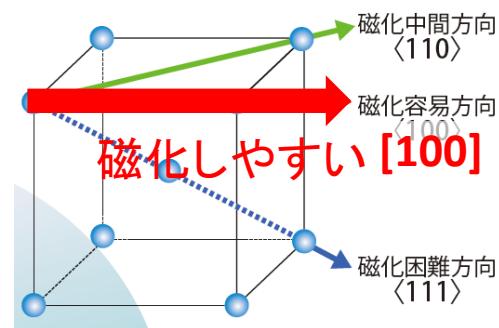
変圧施設のトランス



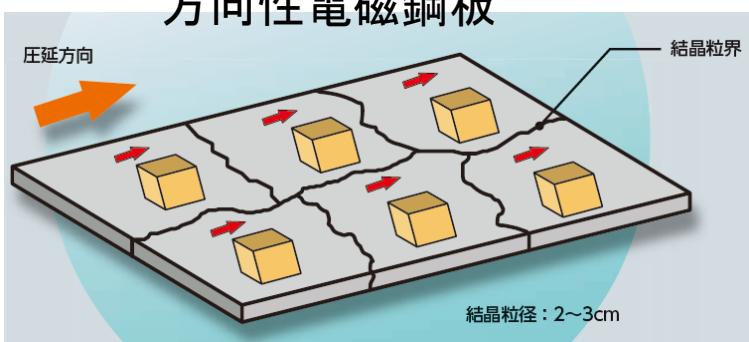
電力損失減、低騒音



巻き鉄心



磁化しやすい [100]



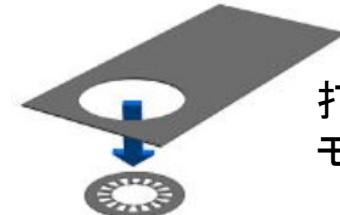
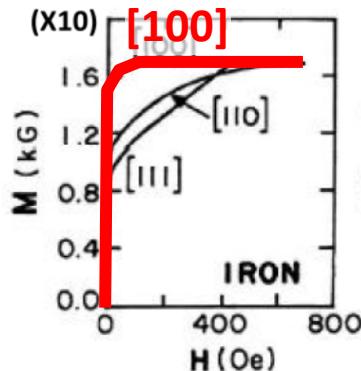
方向性電磁鋼板

結晶粒径: 2~3cm



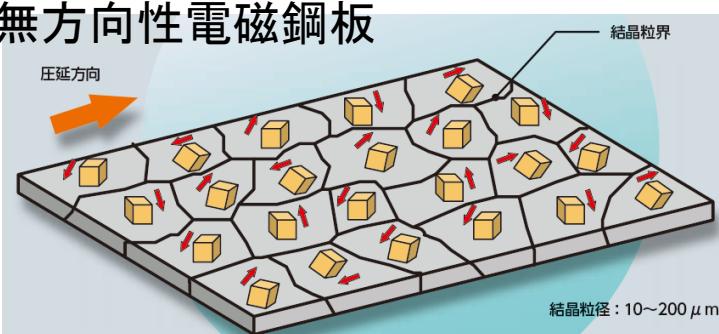
プリッド車駆動系の一例

高効率・高トルク・高回転



打ち抜き
モーターで

無方向性電磁鋼板



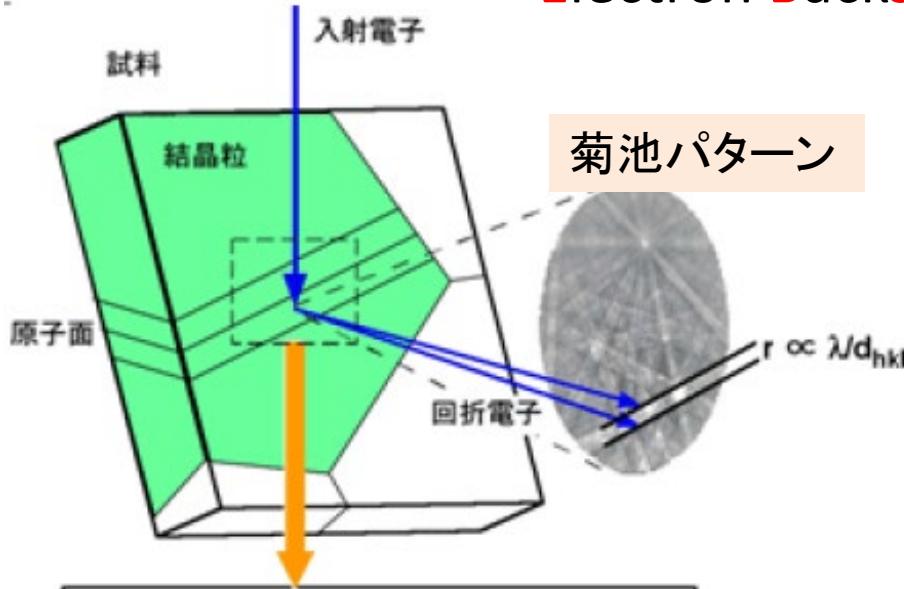
結晶粒径: 10~200 μm



- XRD X線の照射面積が広く、平均情報。×結晶粒個々の情報
- TEM 局所領域の観察。×広域観察

●EBSD(電子後方散乱回折)

Electron Backscatter Diffraction



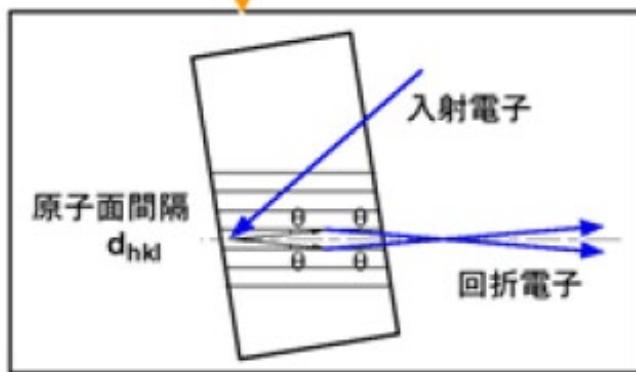
SEMと組み合わせて、電子線を走査して、各場所の**菊池パターン**を解析する

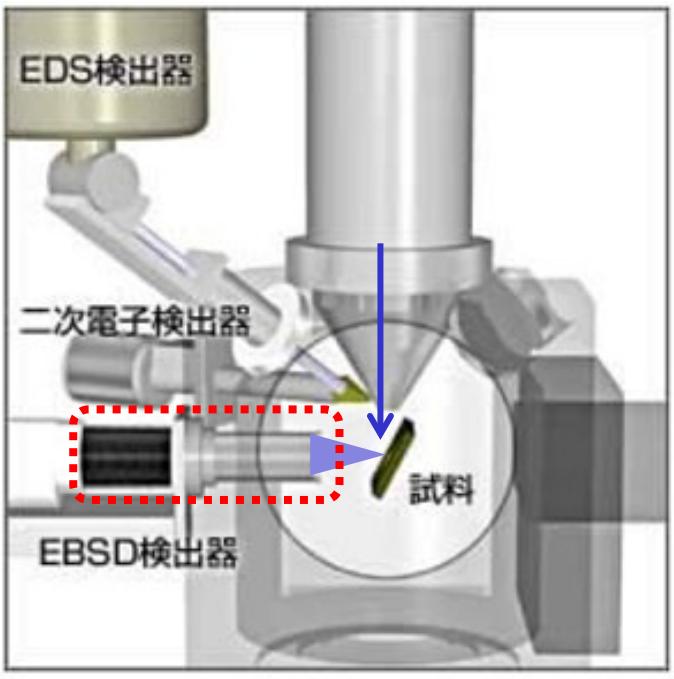
反射電子が試料中の原子面で回折され
生じるバンド状パターン

対称性→**結晶系**、位置→**方位**
間隔→原子面間隔

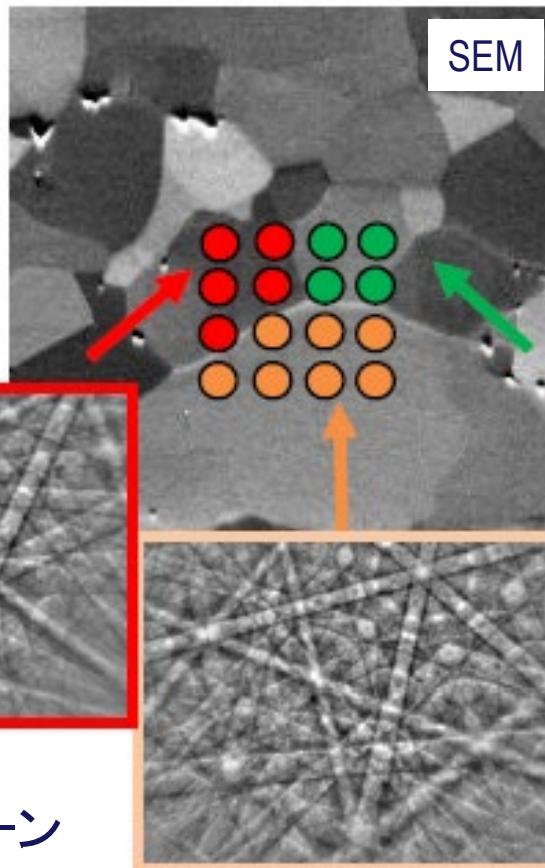
結晶粒毎の情報が得られる

http://www.jfe-tec.co.jp/analysis/main05_07.html



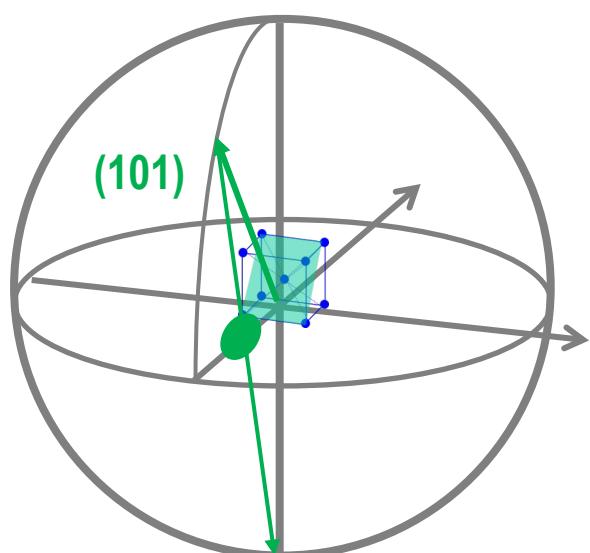
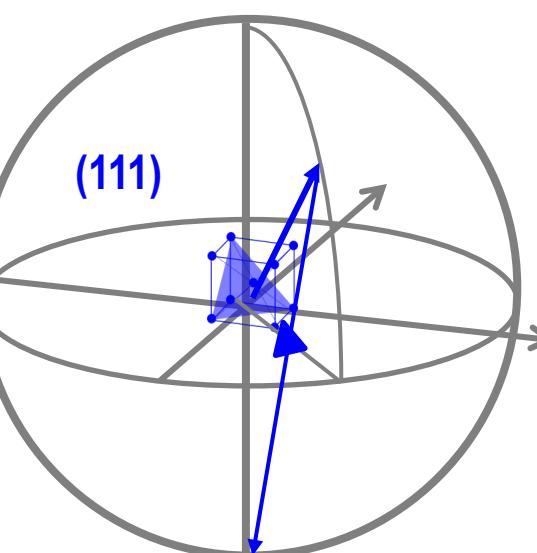
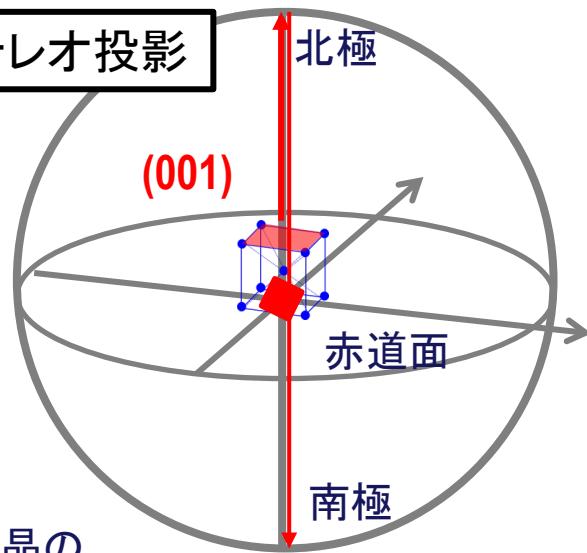


電界放出型SEM(FE-SEM)に取付
けることで高分解能観察が可能
集合組織を高効率に定量評価

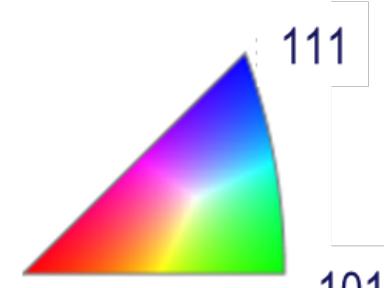
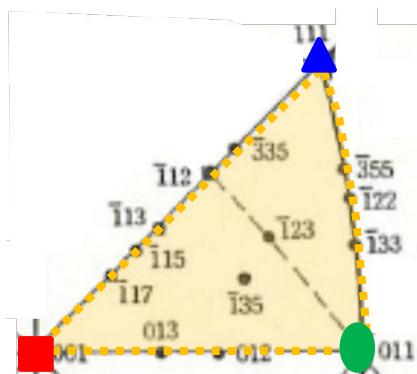
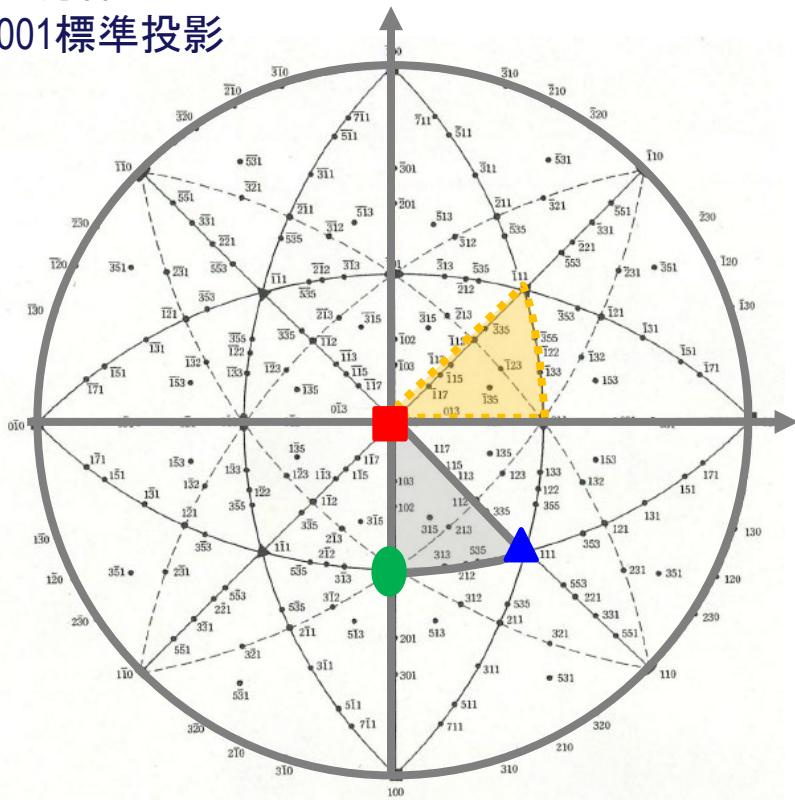


各点での菊池パターン

ステレオ投影



立方晶の 001標準投影

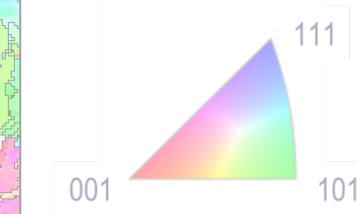
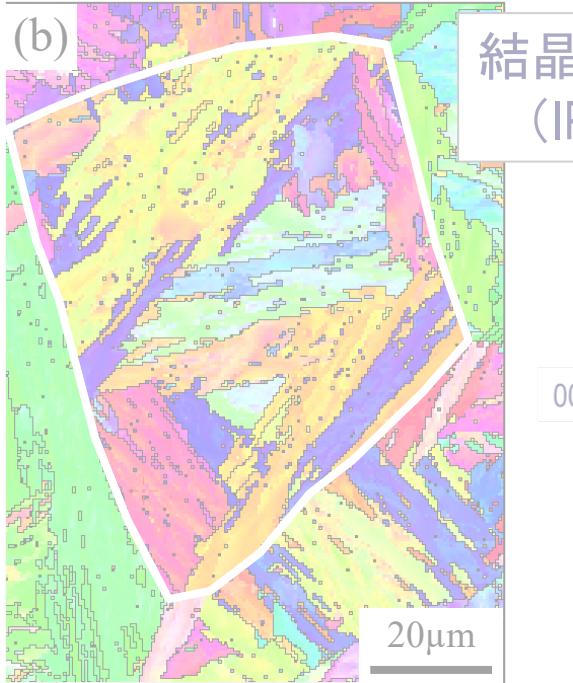
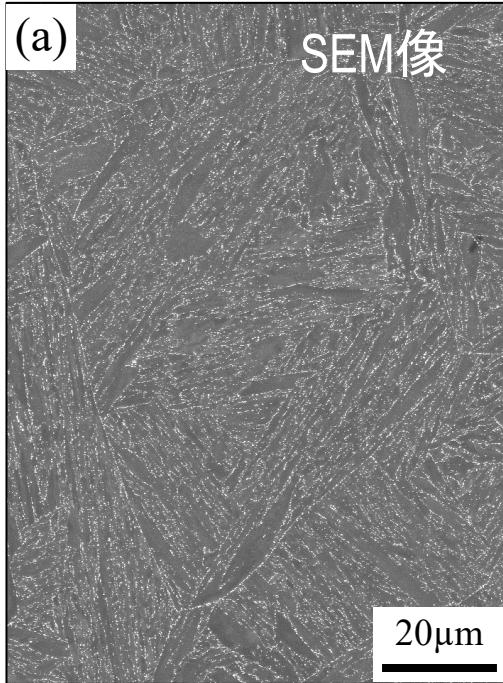


逆極点図

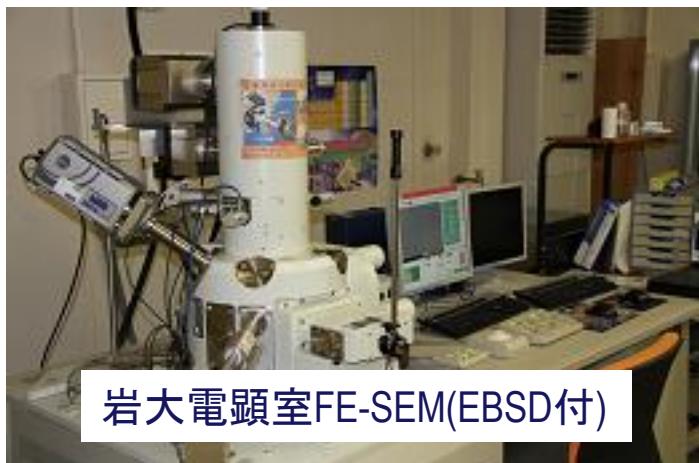
この色で
結晶の方位を表現



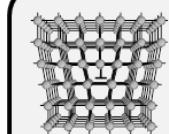
(例) F82H鋼(核融合炉用Fe-Cr合金)の焼き戻しマルテンサイト組織



複雑な階層構造



格子欠陥

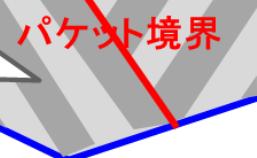


転位
析出物

旧オーステナイト粒界



ブロック境界



マイクロ～ミリ
領域

ラス境界

サブマイクロ

ナノ領域

TEM

EBSD



●原子の観察に成功した3つの方法

★電界イオン顕微鏡 (Field Ion Microscope : FIM)

人類が初めて原子を観察 → ★3次元アトムプローブ
1951年に開発 (進化)

透過型電子顕微鏡

1970年に原子像の観察に成功

★走査型トンネル顕微鏡

(Scanning Tunneling Microscope : STM)

鋭い探針を利用。1980年代初頭に開発。

→ 仲間の総称: ★走査型プローブ顕微鏡
(Scanning Probe Microscope : SPM)

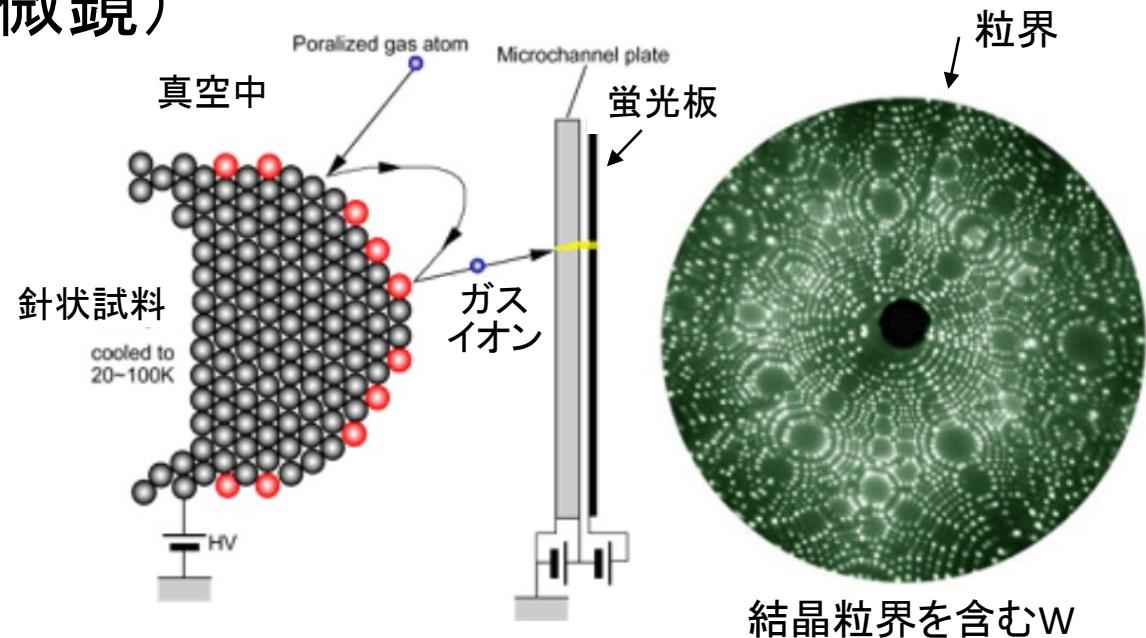


● FIM(電界イオン顕微鏡)

針状試料に高電圧を印加

結像ガス(He、Ne)が原子
が突き出た部分(局所的に
高電界)でイオン化し、スク
リーン上に投影する

レンズ無…収差の影響無

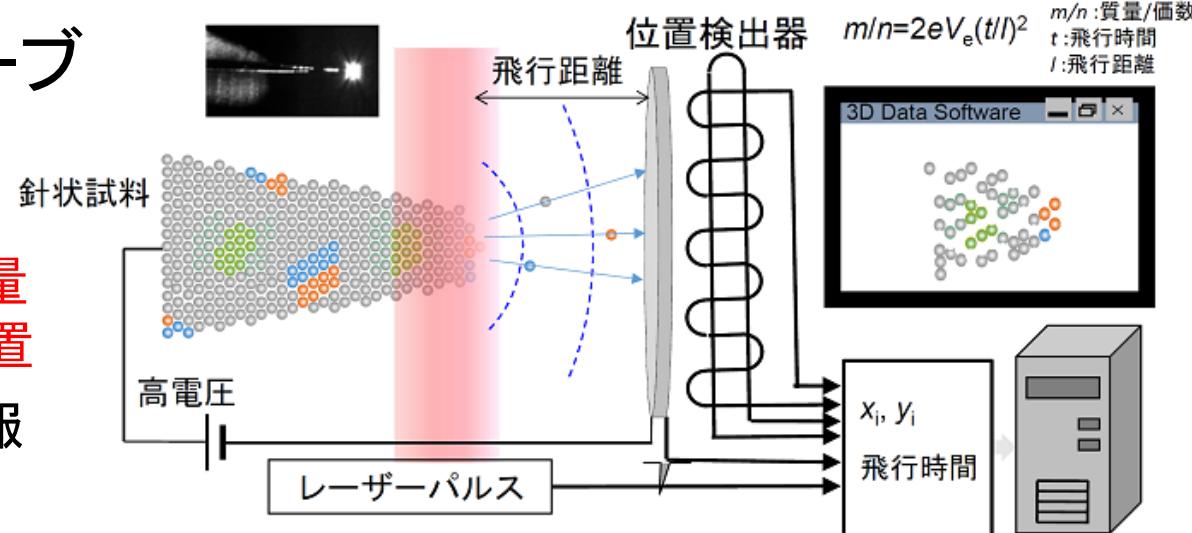


● 3次元アトムプローブ

表面で原子を電界蒸発

検出器までの飛行時間→質量
検出器上での座標→元の位置

連続的に収集…3次元情報



集束イオンビーム (FIB)による 試料作製

日本金属学会誌
74, 191(2010)
土肥ら

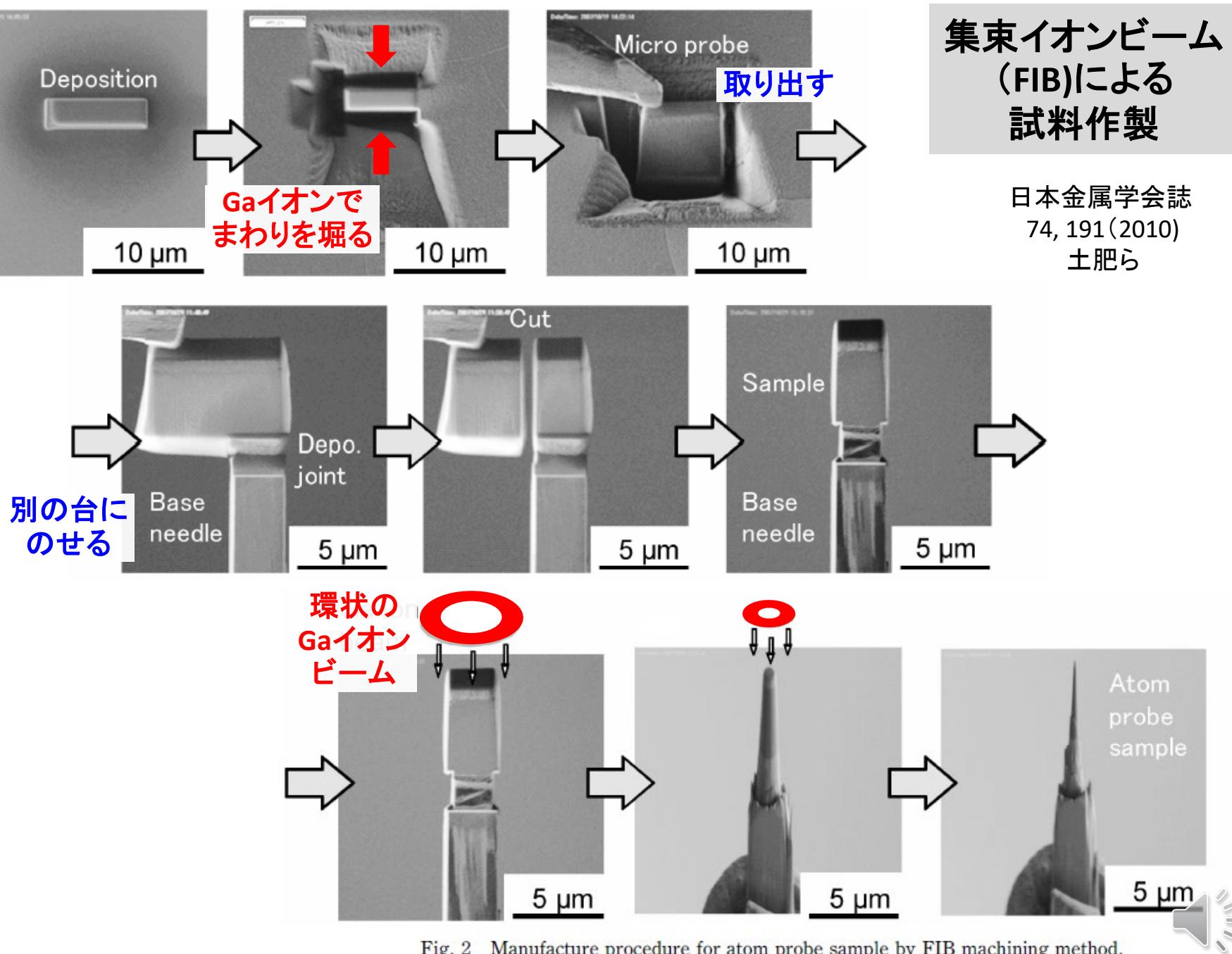
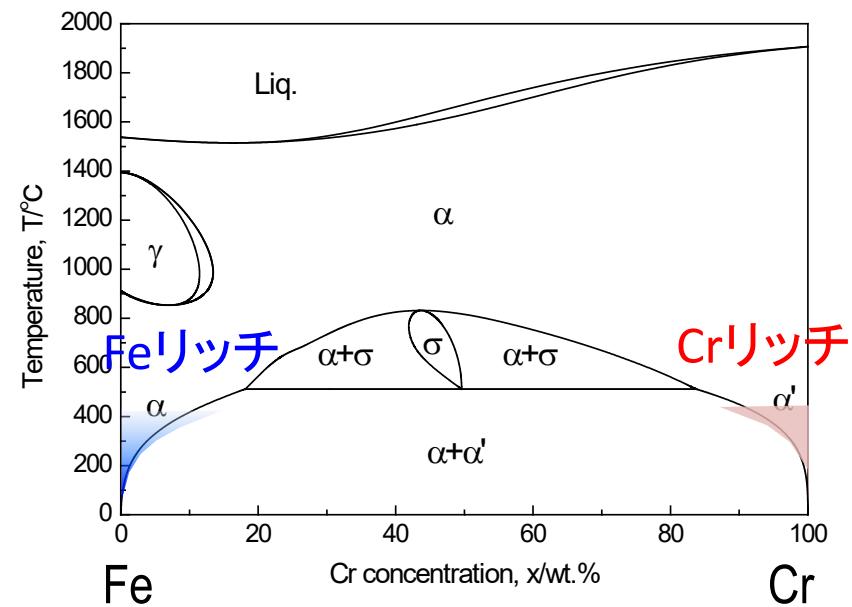


Fig. 2 Manufacture procedure for atom probe sample by FIB machining method.

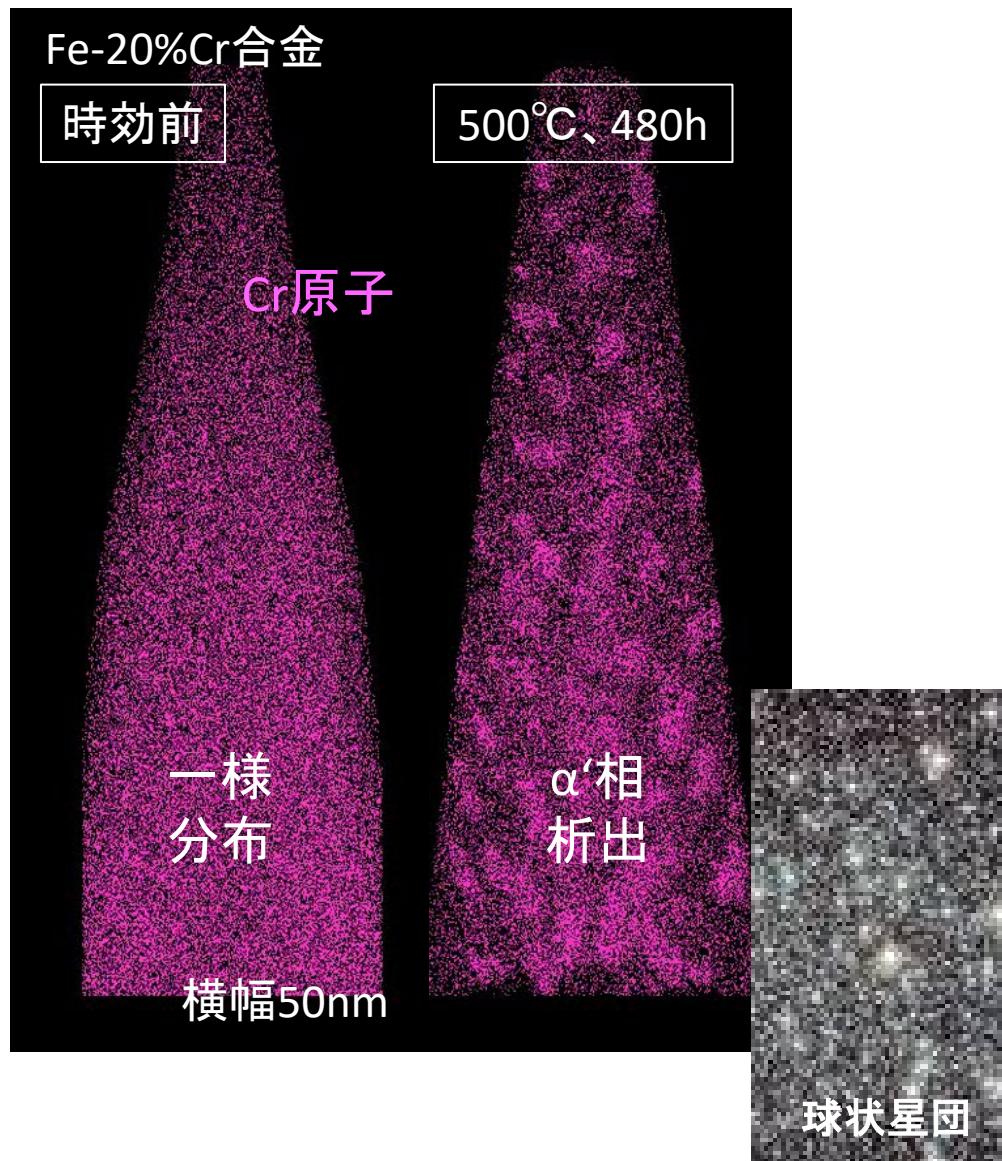
(例) Fe-Cr系合金の脆化

強度・耐食性に優れている
しかし、高温保持で脆くなる



350-500°C: 二相分離 (475°C脆性)

700-900°C: σ相形成 (σ脆性)

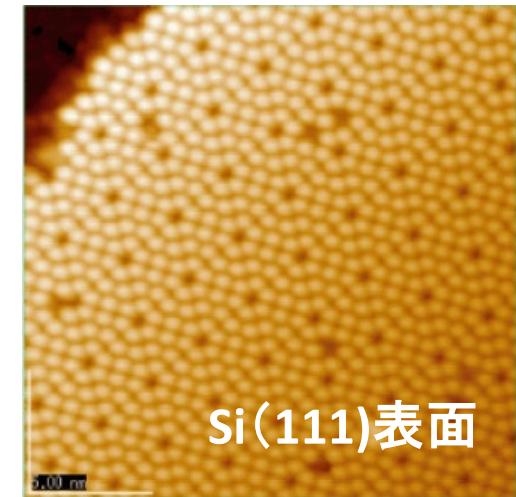
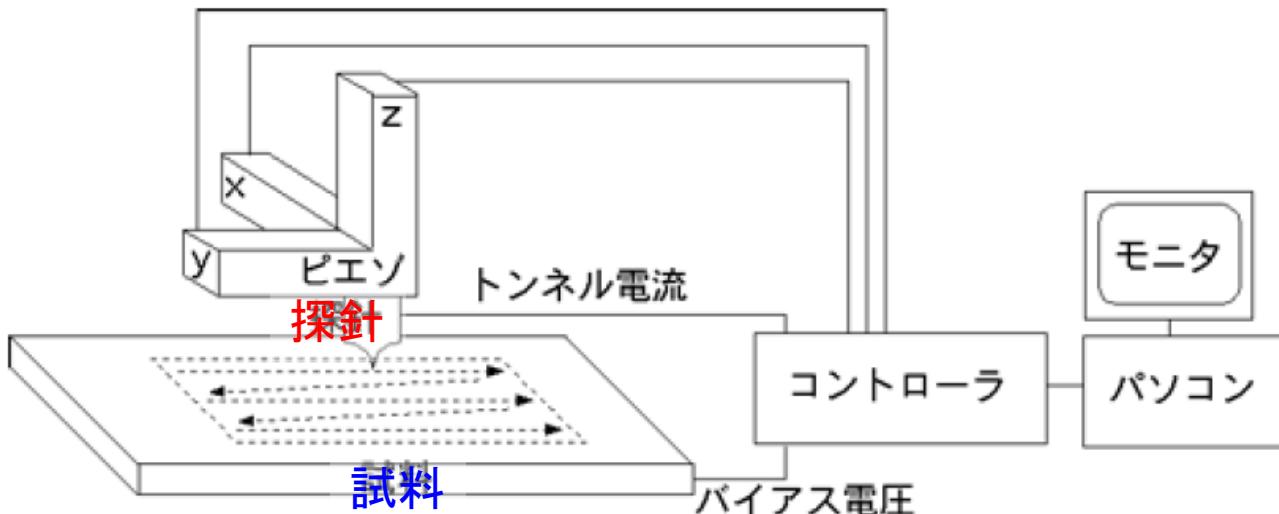


(参考動画) <https://youtu.be/-dlwS1wgdEA>

NIMS 高性能磁石材料開発



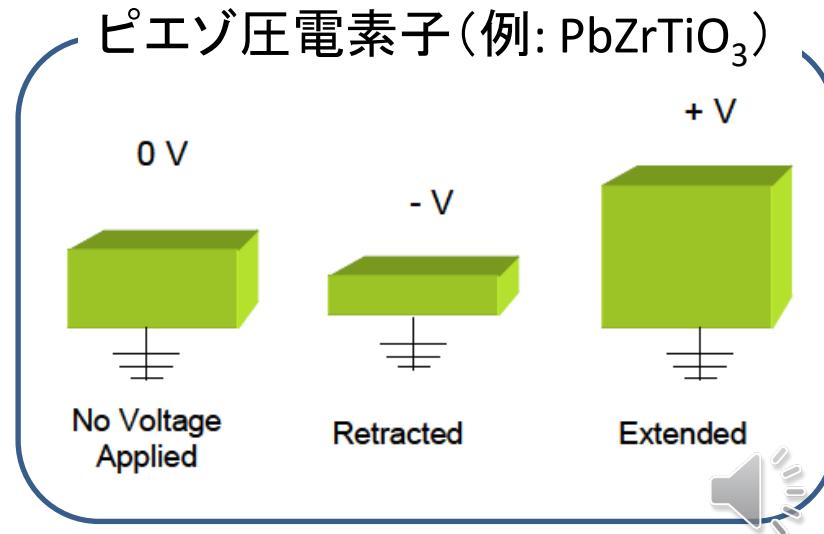
● STM(走査型トンネル顕微鏡)



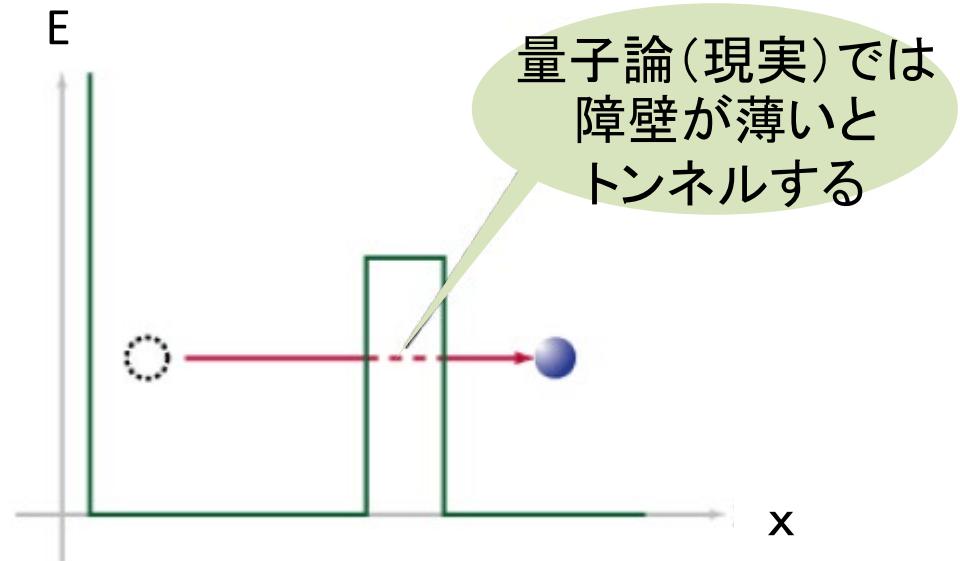
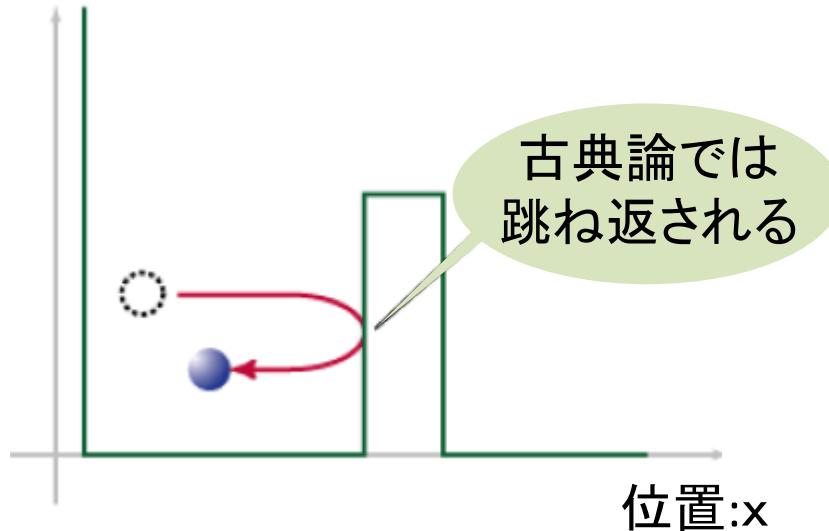
鋭い探針を近づけ、電圧を印加
探針-試料間のトンネル電流を利用

探針を走査して画像化

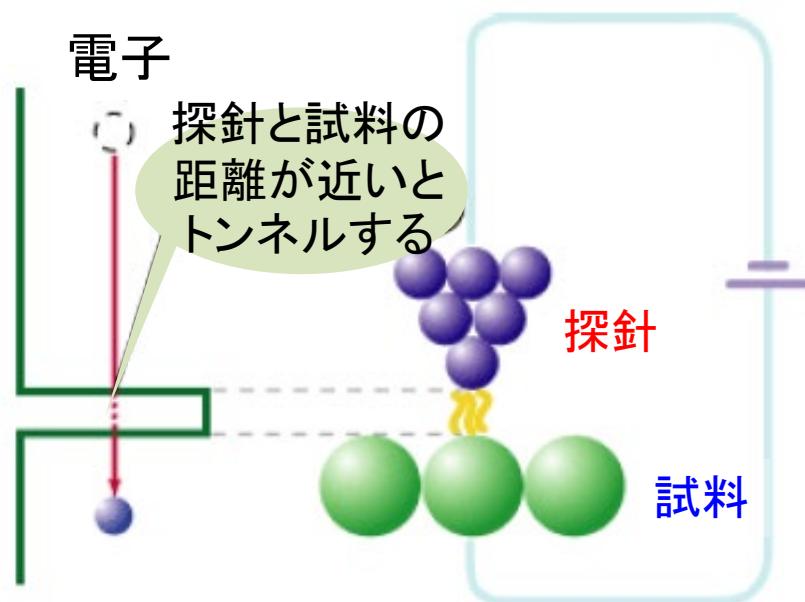
- ①トンネル電流値
- ②ピエゾ電圧値



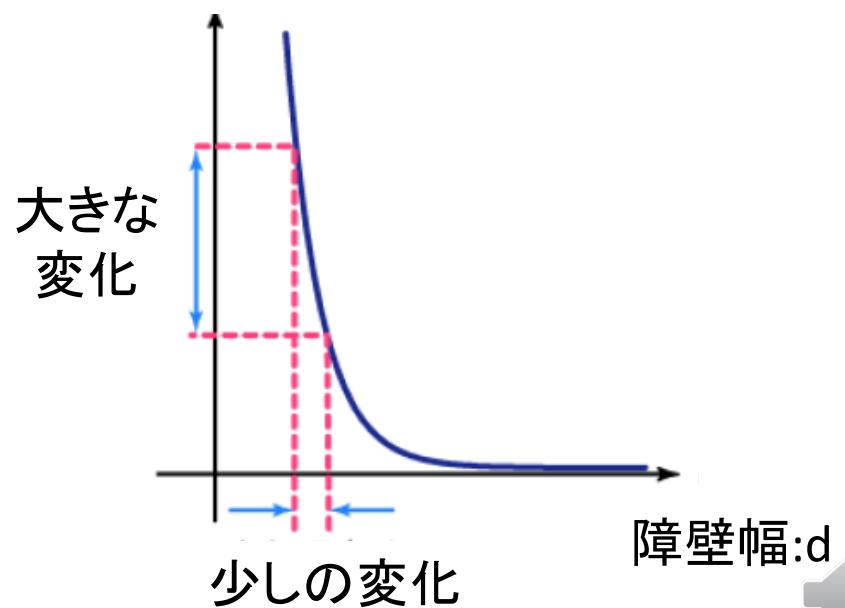
エネルギー:E



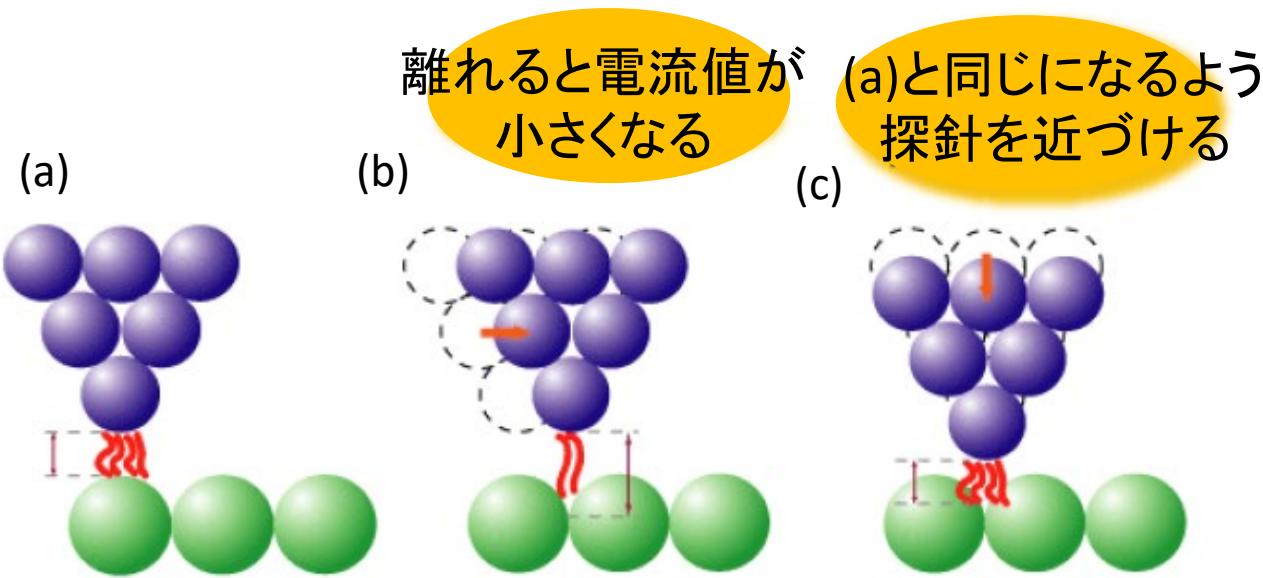
電子



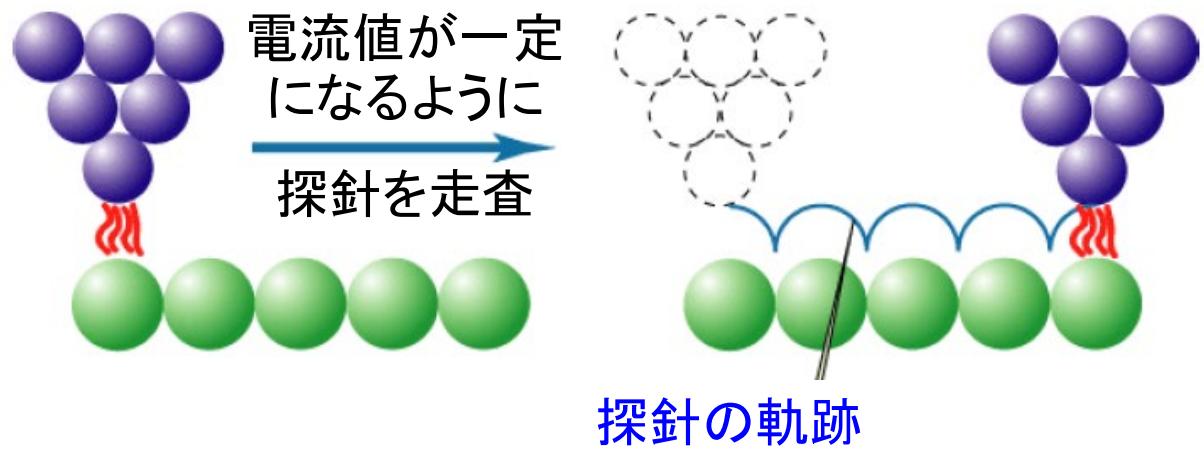
トンネル確率:P



①トンネル電流値



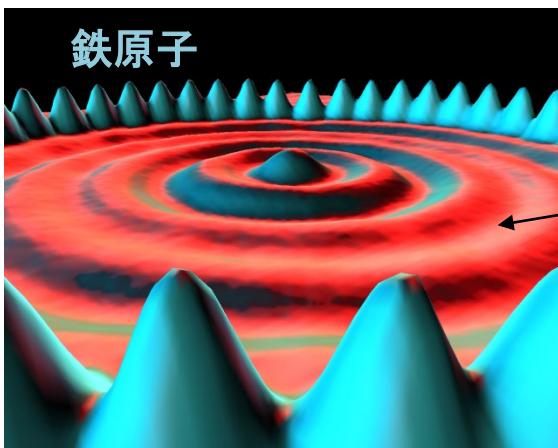
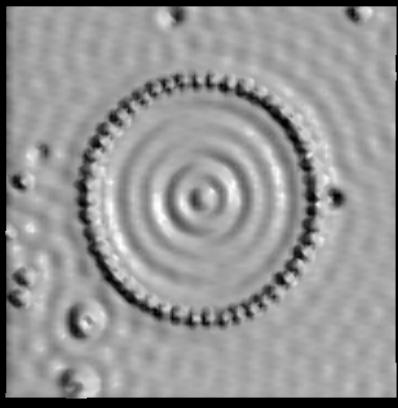
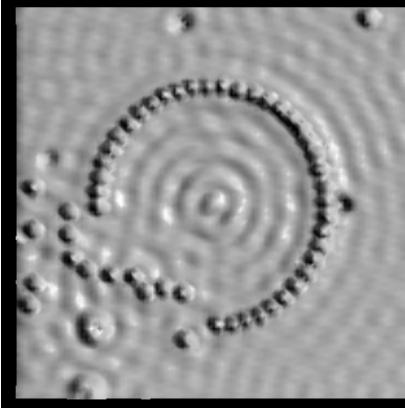
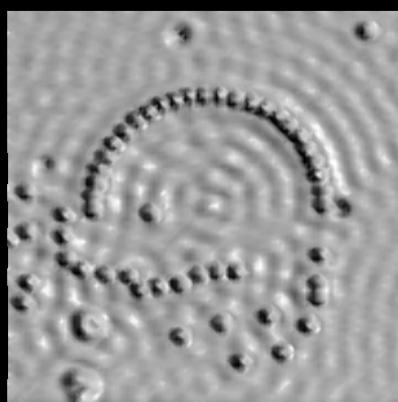
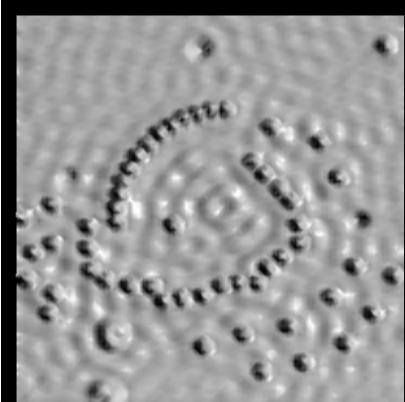
②ピエゾ電圧値



注: 絶縁体はダメ

得られる画像は電子状態と関係。実際の凹凸とは異なる場合がある。





●原子マニピュレーション

Title : Quantum Corral 量子の囲い

Media : Iron on Copper (111)

The discovery of the STM's ability to image variations in the density distribution of surface state electrons created in the artists a compulsion to have complete control of not only the atomic landscape, but the electronic landscape also. Here they have positioned 48 iron atoms into a circular ring in order to "corral" some surface state electrons and force them into "quantum" states of the circular structure. The ripples in the ring of atoms are the density distribution of a particular set of quantum states of the corral. The artists were delighted to discover that they could predict what goes on in the corral by solving the classic eigenvalue problem in quantum mechanics -- a particle in a hard-wall box.

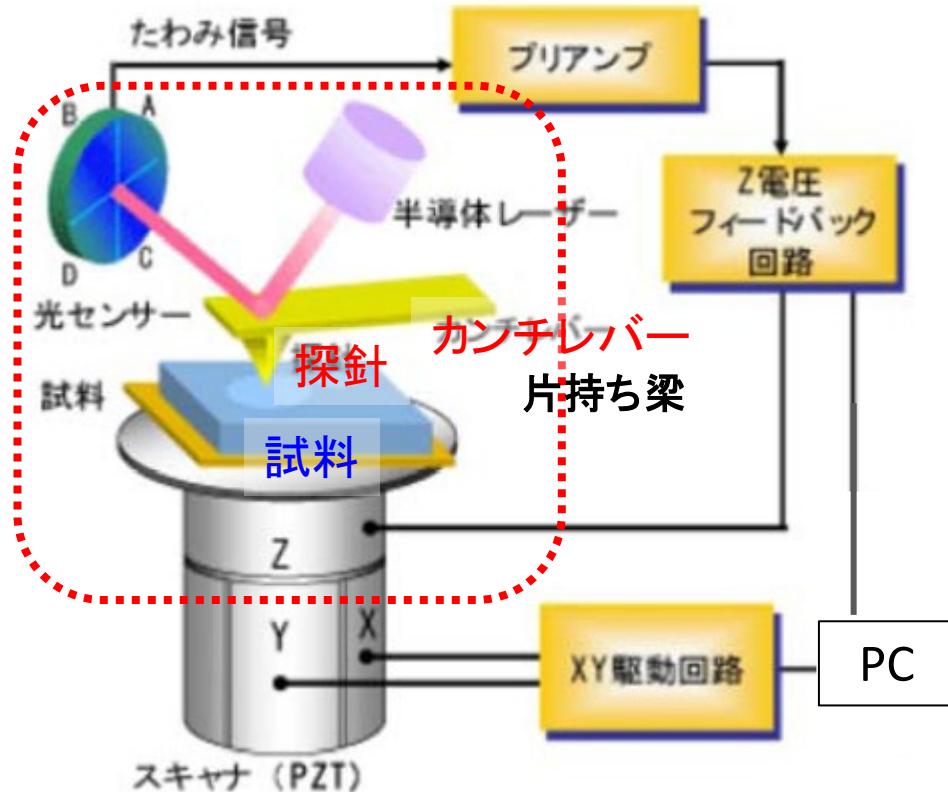
<https://science.sciencemag.org/content/262/5131/218>



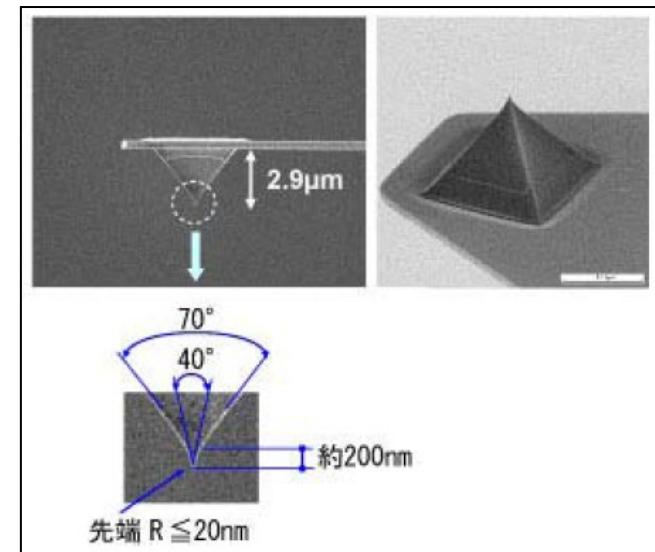
●仲間をまとめて：SPM(走査型プローブ顕微鏡)

原子間力顕微鏡 (AFM: Atomic Force Microscope, 1986開発)

- ・探針と試料に作用する原子間力を検出
- ・絶縁体も観察可



(例)窒化ケイ素のカンチレバー



磁気力顕微鏡 (MFM: Magnetic Force Microscope)

- ・磁性探針と試料磁界との磁気的作用を検出。

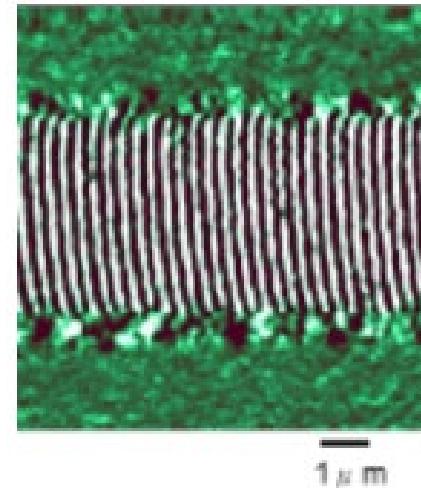
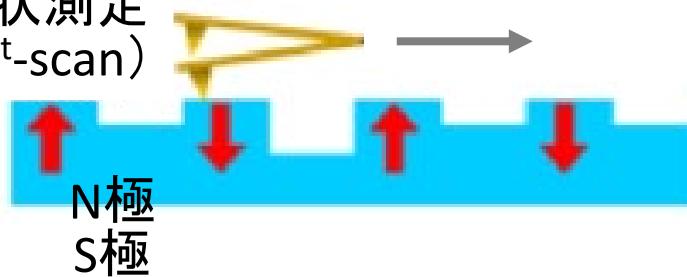
磁気力測定(2nd)

引力

斥力

形状測定
(1st-scan)

N極
S極



ハードディスクのMFM像

その他：

表面電位顕微鏡、静電気力顕微鏡、
SQUID顕微鏡、近接場顕微鏡.....etc

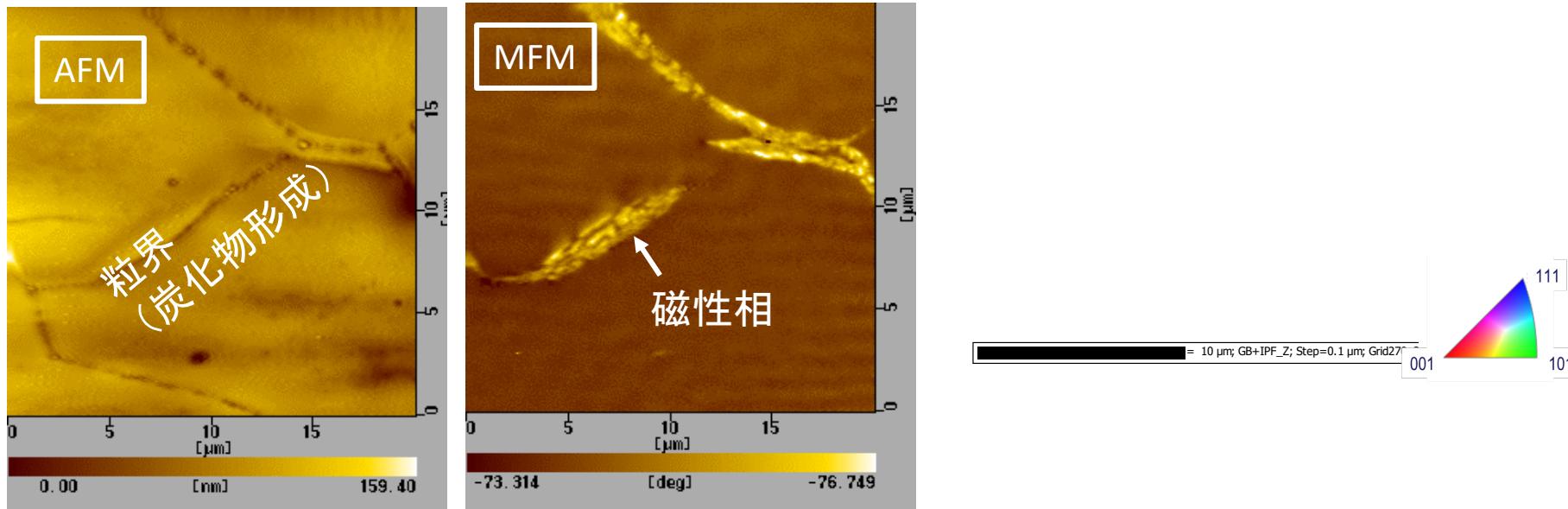
https://www.hitachi-hightech.com/jp/science/technical/tech/microscopes/spm/mode/11_mfm.html



(研究例) 304ステンレス鋼の観察

オーステナイト系ステンレス鋼を高温で保持すると耐食性が低下する

SUS304 650°C, 50h



粒界に Cr_{23}C_6 が析出し、近傍のCr濃度が減少して、マルテンサイト変態した(**強磁性BCC相の形成**)
Cr濃度の低下…耐食性の低下

赤:fcc 青:bcc

= 10 μm; Phase; Step=0.1 μm; Grid270x200

(参考動画) <https://www.youtube.com/watch?v=ZhNhsxFZL08>

8:45-12:10 4min 探針をつくる
12:10- 17:45 5min STMのしくみ
21:07-24:22 3min AFM

