

13. 高温真空加熱炉を用いた in-situ XAFS による鋼中微量元素の状態分析

(株)コベルコ科研 (株)神戸製鋼所 渡部 孝

watanabet@kobelcokaken.co.jp

神戸製鋼所では国家プロジェクト「材料ナノテクノロジー」の中で、日本が世界をリードする技術分野である鉄鋼材料で行われるナノメタルプロジェクトに参画しており、その一環として SPring-8 で in-situ 高温 XAFS 実験を行った。鋼中のマイクロアロイの析出、あるいはそれに先駆けて起きるナノクラスターの生成過程のバルク中での現象解明を進めることにより、産業的なマイクロアロイ元素の適切な利用技術の高度化に貢献できる。また、鉄鋼材料中の微量元素 (Mo, Nb, Ti, Cu, V) で機械的性質を顕著に改善できる技術はリサイクルの観点からも注目されている。

本研究では高温真空加熱装置を BL16B2, BL38B1 に導入し、鋼の機械的性質に影響を与えるマイクロアロイの炭化物の析出挙動を評価するため、昇温～冷却過程での固溶、析出、再固溶、再析出挙動をナノスケールで解析した。

図は Fe-0.3%C-2.0%Cu-0.5%Mo-0.5%V-0.5%Ti-0.5%Nb 鋼について均熱化処理 (1573K 後に WQ) 後、室温 300K と 1023K で Cu の K 吸収端 XANES を測定した 1 例である。FEFF8 計算との比較から、通常室温で bcc の Fe 中に固溶しているはずの Cu が、特異的に fcc 構造をとっている可能性が示唆された。また、他元素の解析結果との比較から 1023K では合金化の可能性が示唆された。

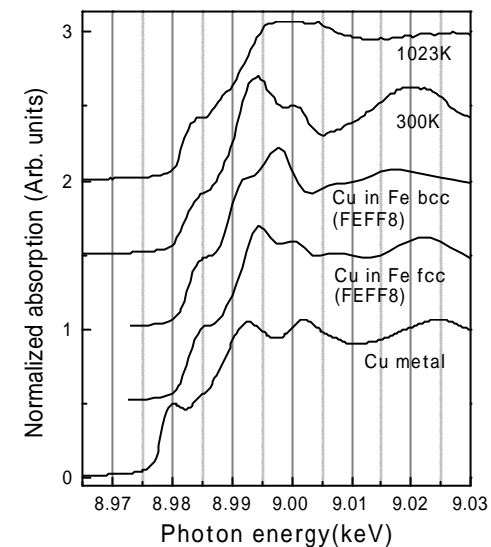


図 鋼中 Cu の in-situ XANES

高温真空加熱炉を用いた *in-situ* XAFS による 鋼中微量元素の状態分析

(株)コベルコ科研 物理解析部 表面・構造解析室

渡部 孝、稲葉 雅之

(株)神戸製鋼所 材料研究所 材質制御研究室

土田 武広、家口 浩、難波 茂信、楨井 浩一

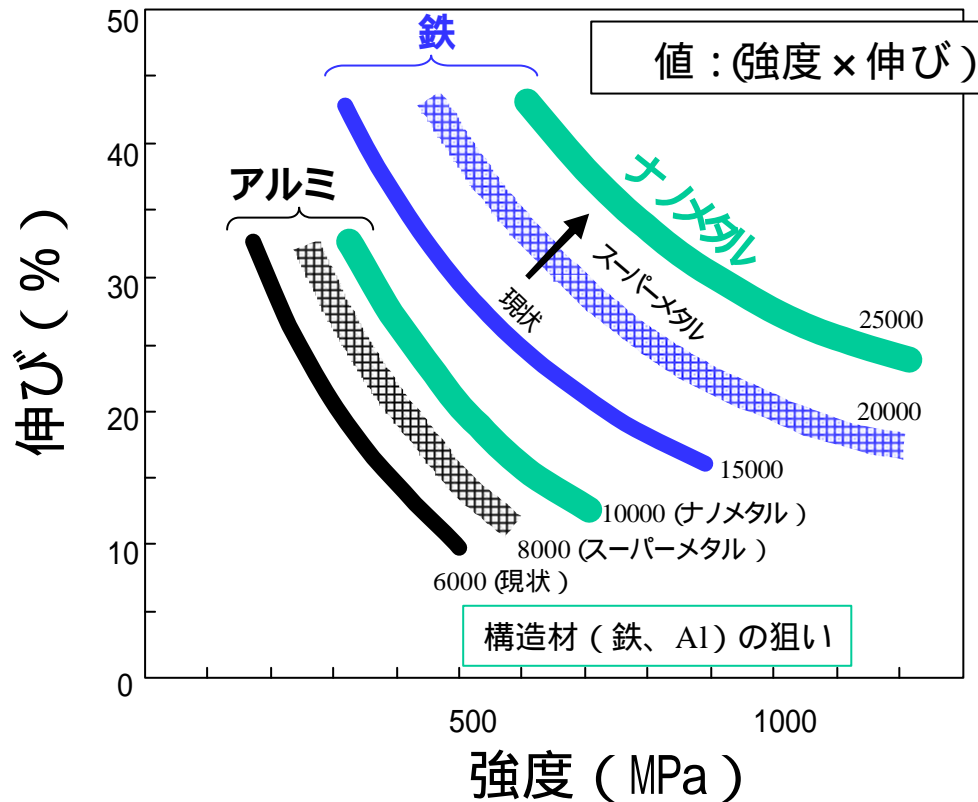
国家プロジェクト ナノメタルプロジェクト

体制

学：九州大

産：神鋼、新日鉄、NKK、川鉄、住金、日立金属

管理法人：JRCM

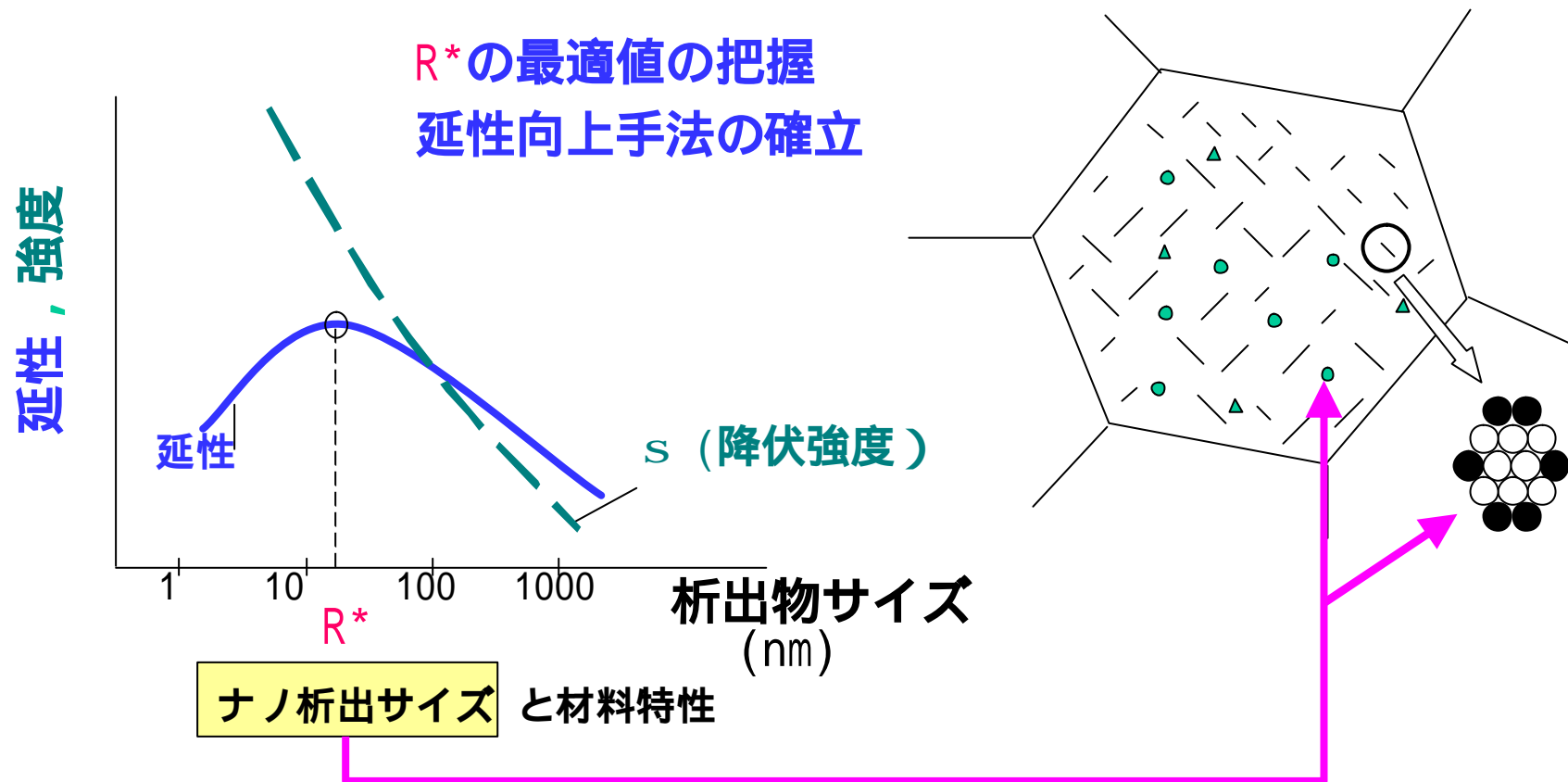


- 気候変動枠組条約第3回締約国会議 (通称COPS3) 以降、**温室効果ガスの削減**
- 自動車の**軽量化** 鋼材の**高強度化**、アルミ化
- 国家プロジェクト(**ナノメタル**)として **省合金**での高強度・高機能化
- **LCA的観点**より、**省合金化**も考慮し 超微細構造、極微量物質の形態制御
Cu: リサイクル
Ti, Nb, Mo: 省合金
- 高速・高温・高分解能 **in-situ**分析技術

ナノクラスター・ナノ析出物制御と組織予測シミュレーション
技術の体系化

ナノメタル（鉄系）の着眼点

最適クラスターサイズ、形状、分散と特性



- 従来は **トライ&エラー** - による材料創製
 ナノ・メゾ組織制御による高度な組織制御
- **構造材料の高度化**には **バルク中の高温・高速変形下での組織変化の解明が必要**
 非平衡・極微量なナノクラスター・析出形態制御
 in-situ 分析で得られた動的現象を工業プロセスと直接に関連づけ
 (≡ラボ構想)

***in-situ* 分析技術** ナノメタルの超微細化挙動の解明と微細化機構の解明

in-situ 高温 XAFS : **ナノクラスターの構造解析・析出挙動評価に適用可能か？**

in-situ 高温 XRD : **極微量析出物データベース化による産業利用可能な資料を作成可能か？**

従来法の問題点

TEM & EELS----- 局所的, 電子線による試料へのダメージ (非平衡物質が変質)

AP-FIM-----局所的、表面近傍の観察分析、バルク中の**準安定物質の構造解析困難**

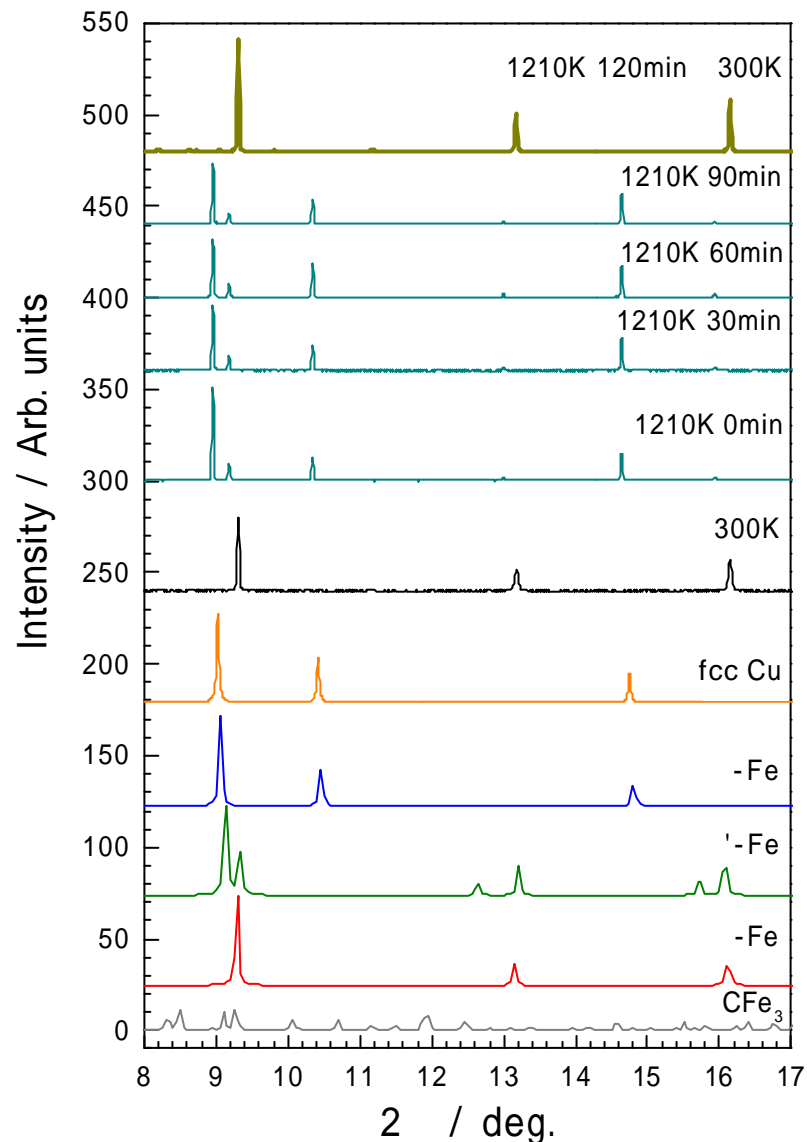
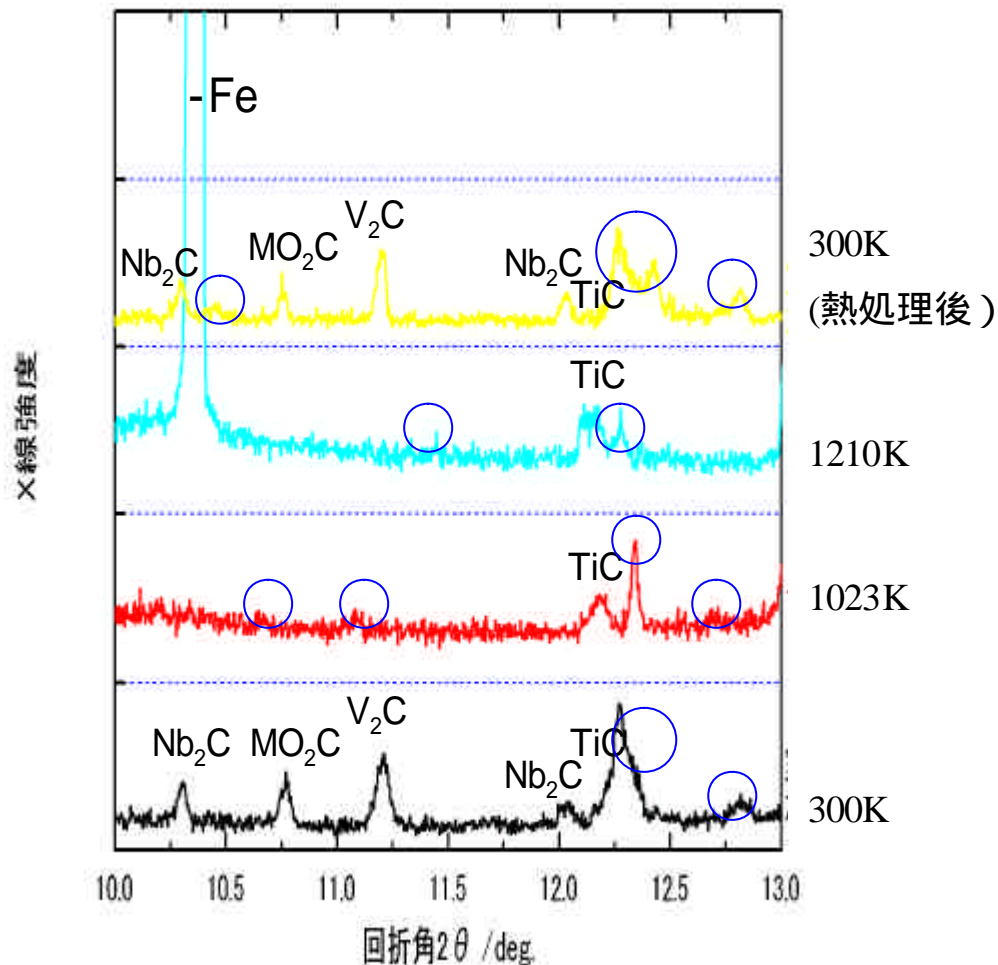
Lab. XRD-----微小ピクが確認できない(ハロ-パターンになる)

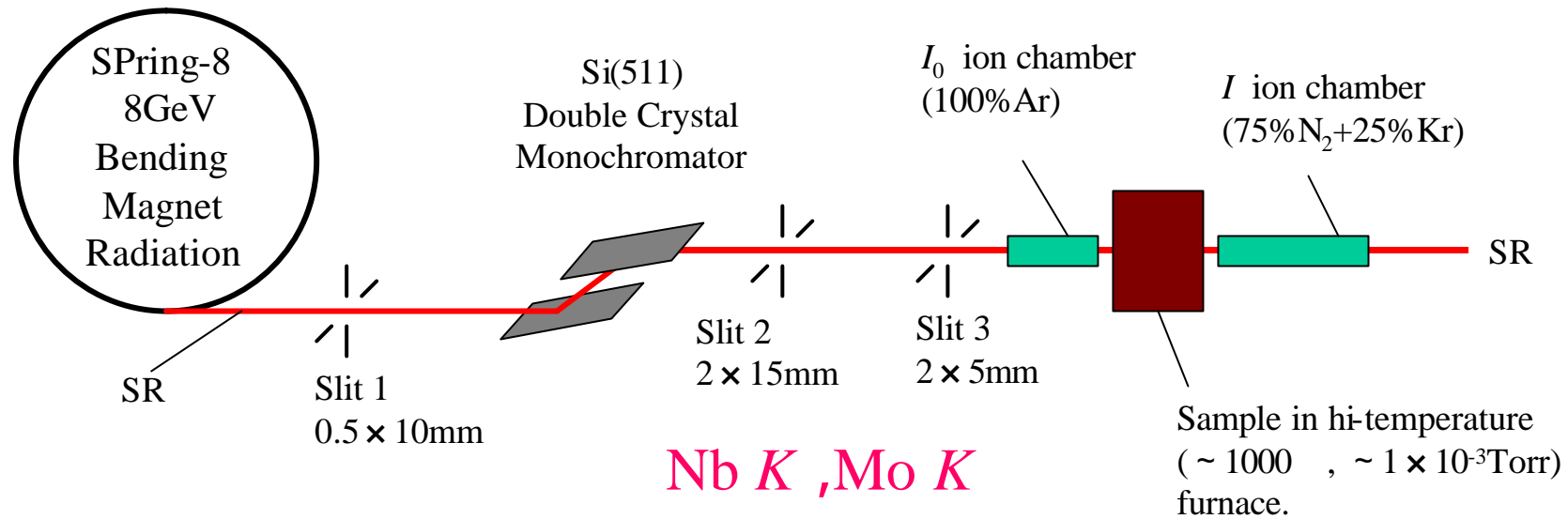
< 高温 *in-situ* XRD >

BL04B2 37.78keV, Si(111)湾曲結晶, Ge検出器

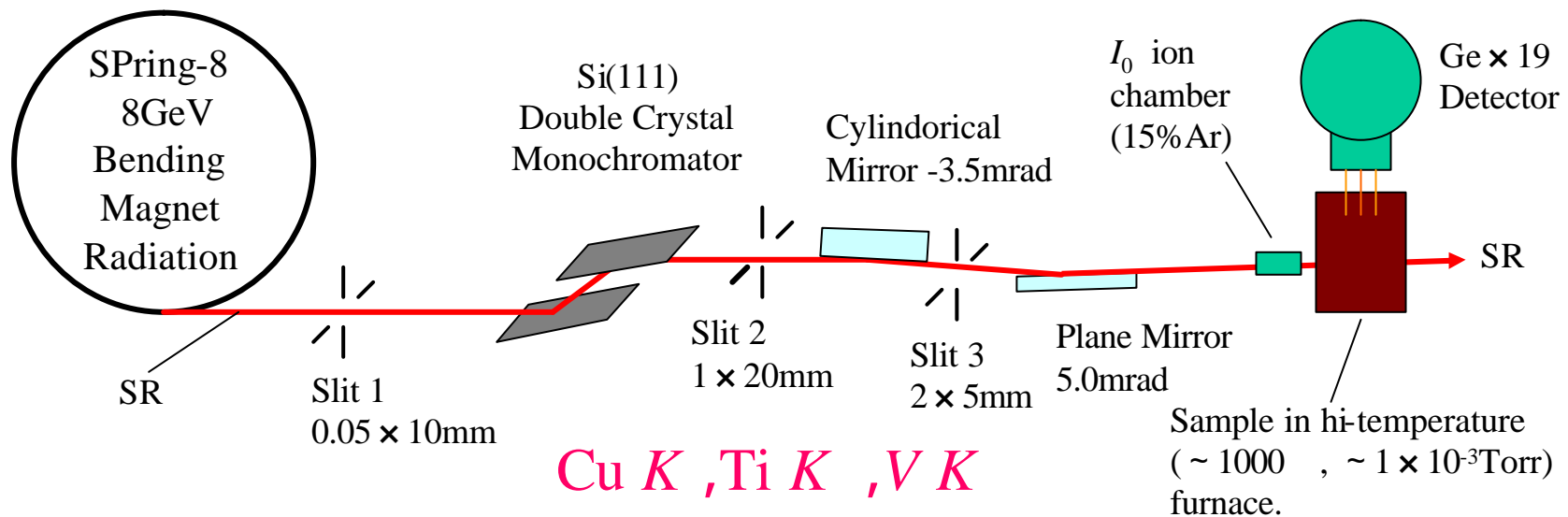
測定試料：Fe-0.3%C-2.0%Cu-0.5%Mo-0.5%V-0.5%Ti-0.5%Nb

既知の析出物 (平衡状態)とは異なる
ピークが非平衡物質(新物質)の可能性

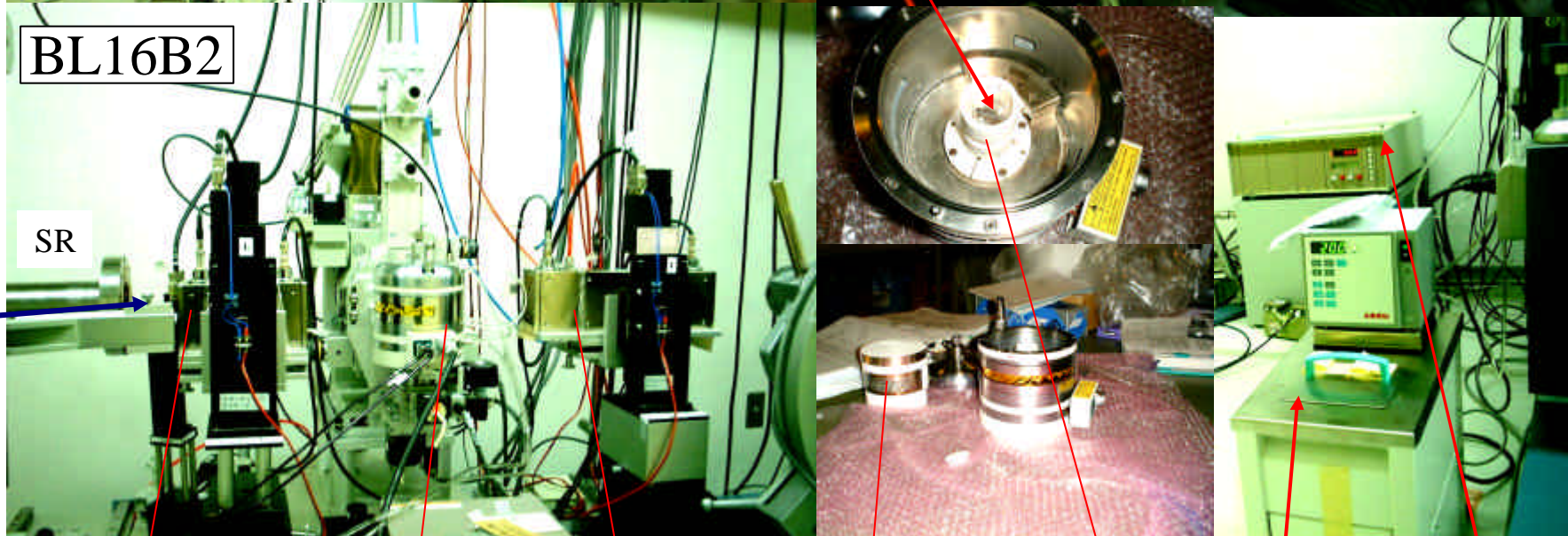
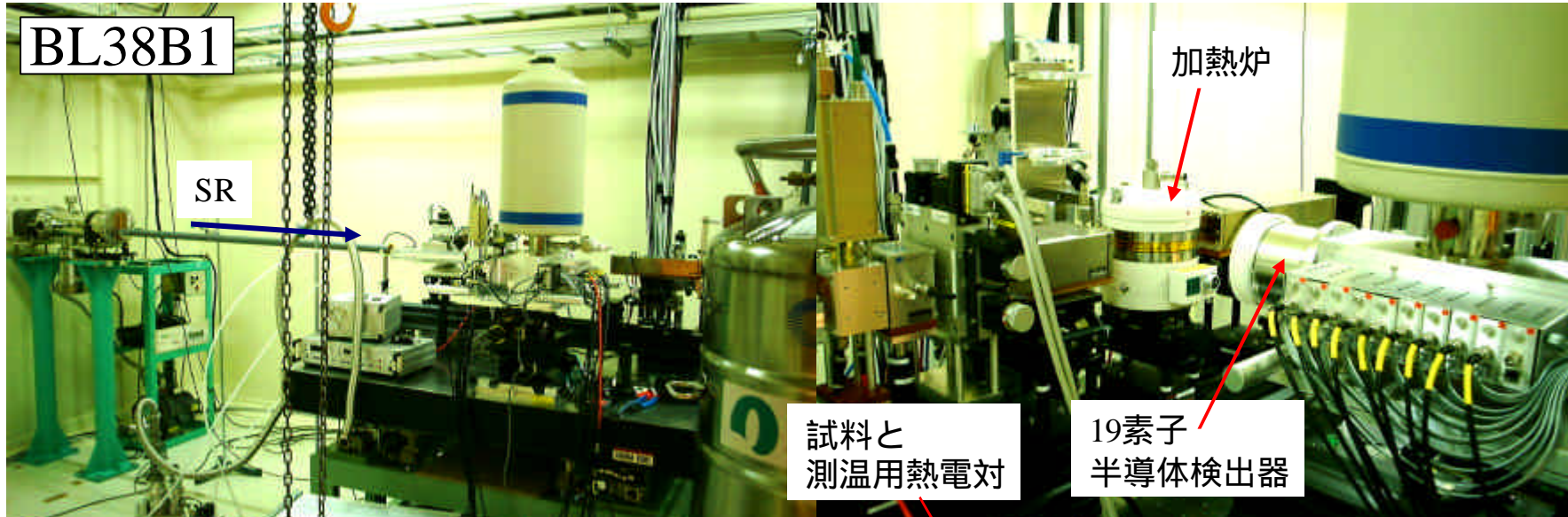




SPring-8 BL38B1 / BL16B2 透過XAFS測定の光学系の模式図



SPring-8 BL38B1 蛍光XAFS測定の光学系の模式図



BL38B1

SR

加熱炉

試料と
測温用熱電対

19素子
半導体検出器

BL16B2

SR

IO-IC

加熱炉

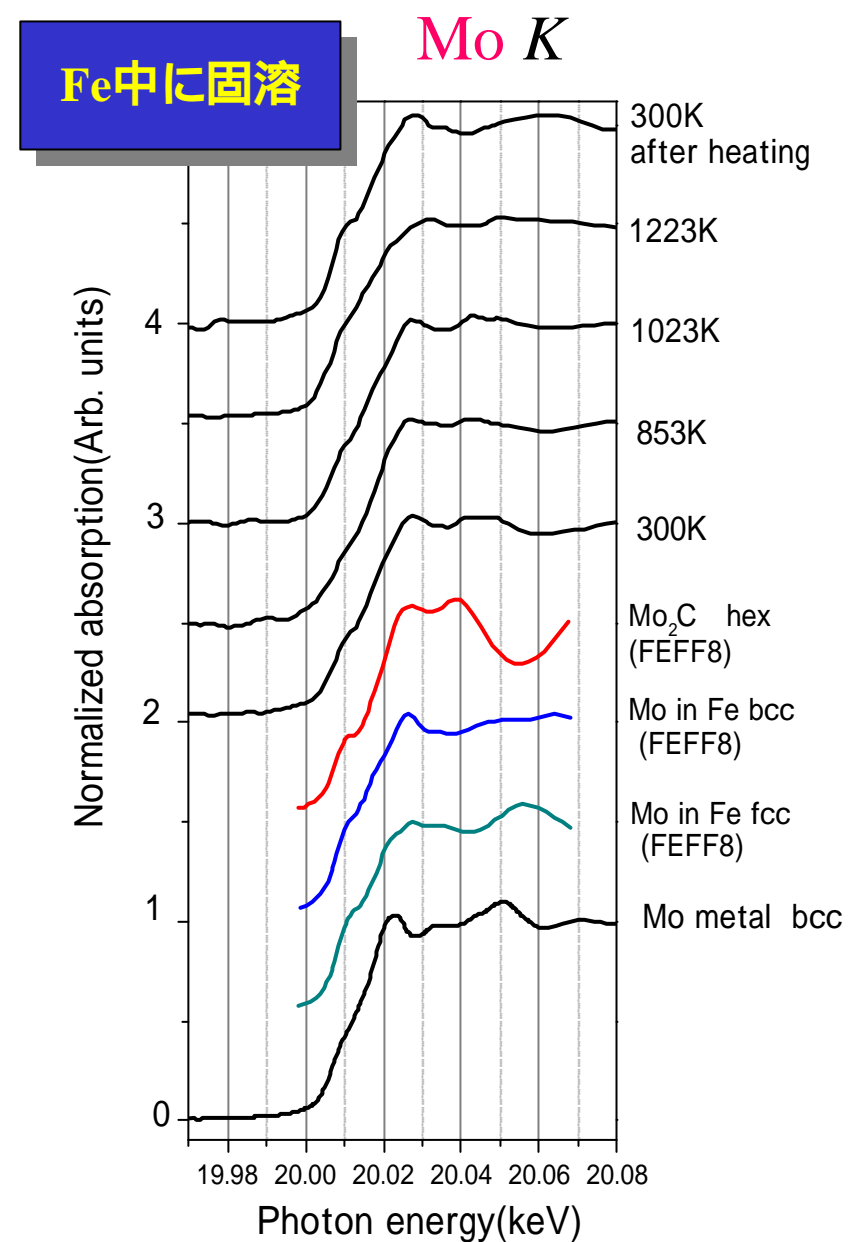
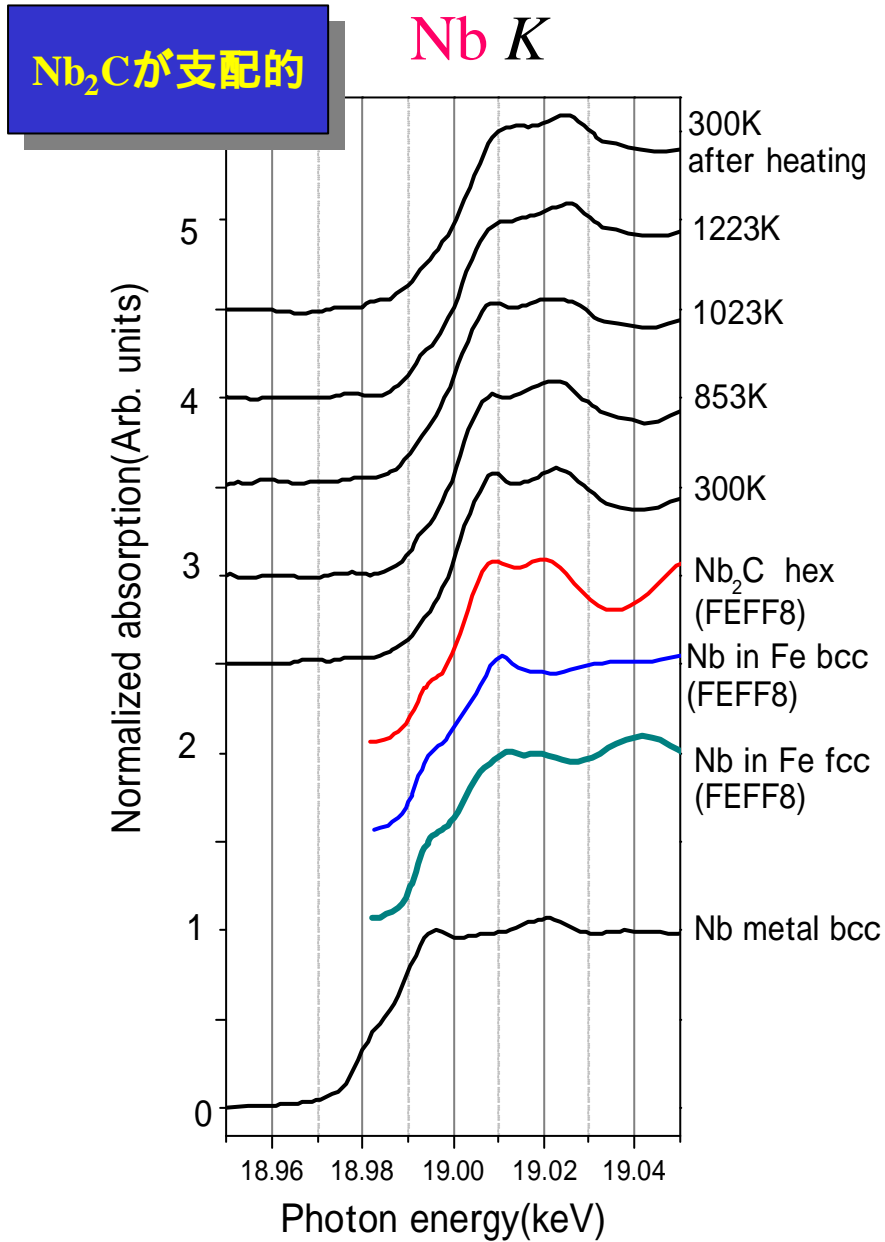
I-IC

保温筒

炉体

セラ- 温度コントローラ-

測定試料：Fe-0.3%C-2.0%Cu-0.5%Mo-0.5%V-0.5%Ti-0.5%Nb



測定試料：Fe-0.3%C-2.0%Cu-0.5%Mo-0.5%V-0.5%Ti-0.5%Nb

RTにしては特異なfcc
1023Kでは合金？

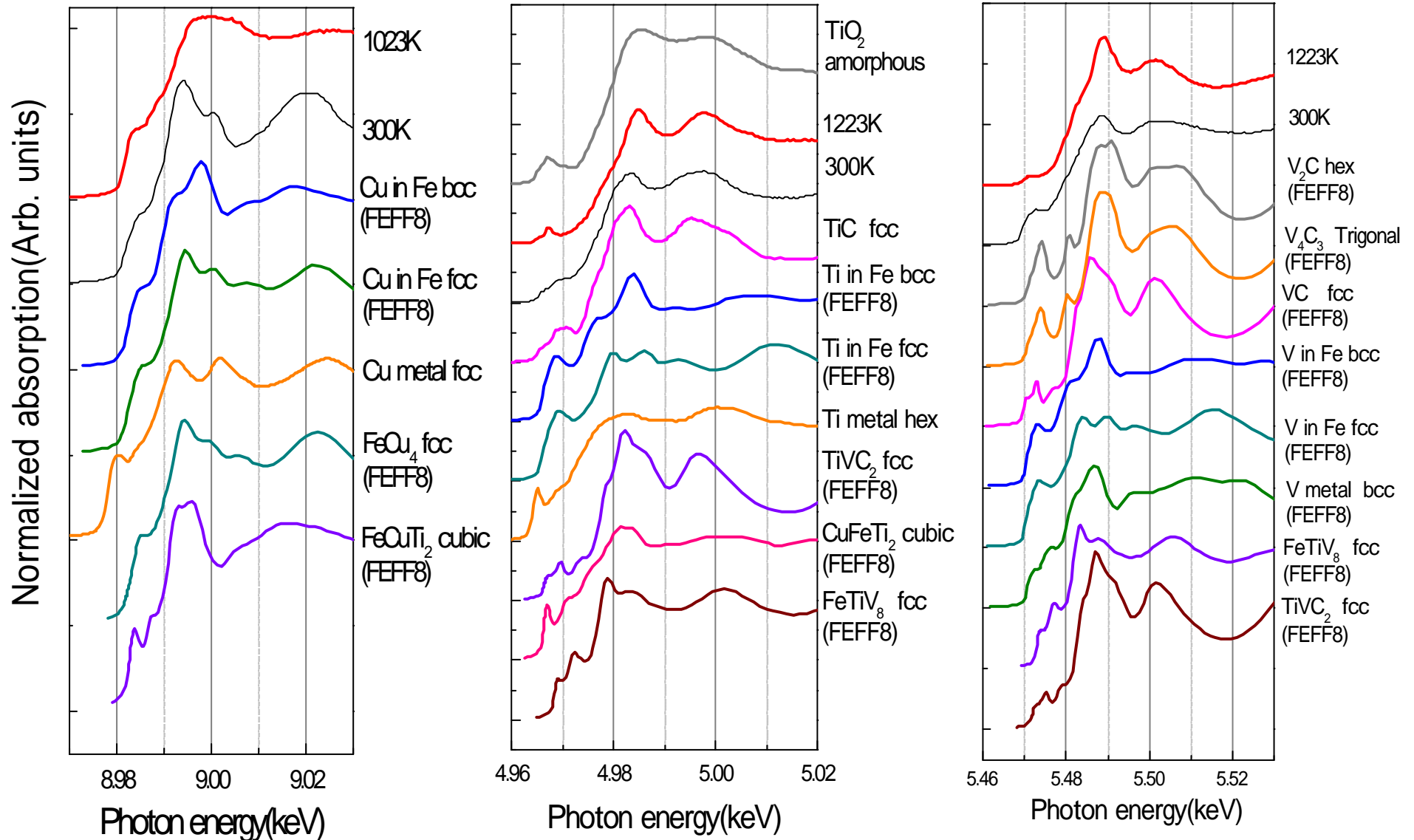
Cu K

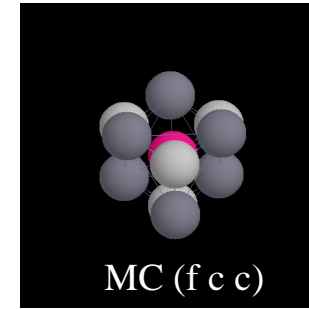
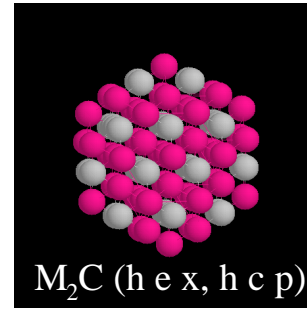
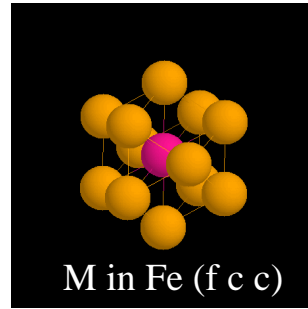
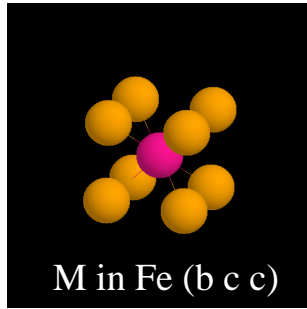
RTではTiC,
1223Kは複合炭化物？

Ti K

RTでは固溶？,
1223Kは複合炭化物？

V K





• Fe-0.3%C-2.0%Cu-0.5%Mo-0.5%V-0.5%Ti-0.5%Nb の加熱処理において
in-situ XAFS とFEFF シミュレーションの組合せにより、以下の状態変化を推定

RT(300K)

853K

1023K

1223K

300K

Nb Nb₂C ————— 炭化物が支配的 ————— Nb₂C

Mo Fe bcc固溶 ————— 固溶 / Mo₂C? ————— Fe fcc 固溶 Fe bcc固溶

Cu Fe fcc 固溶? (特異) ————— Fe-(Cu, Ti, V) 合金? ————— 未測定 —————
/ 合金(FeCu₄)?

Ti TiC ————— 炭化物が支配的 ————— Fe-(Cu, Ti, V) TiC

複合炭化物?

V Fe bcc固溶? ————— Fe-(Cu, Ti, V) 複合炭化物? ————— Fe bcc固溶
/ VC, V₂C? / VC,

< まとめ >

・SRと高温真空加熱炉、19素子Ge半導体検出器、ICの組合せでナノメタル鋼中微量添加元素 (0.5%--Nb, Mo, Ti, V, 2.0%--Cu)の*in-situ* 状態分析が十分可能であることが確認できた。

・*in-situ* XAFS より Fe-0.3%C-2.0%Cu-0.5%Mo-0.5%V-0.5%Ti-0.5%Nb の加熱処理中析出 (炭化物、合金) 固溶等、状態変化を元素別に推定することができた。特に銅原子は室温で特異的に fcc 構造をとることが推定された。現在の解釈では粒界に金属間化合物を形成しているものと推定されるが、今後の研究でこれらの構造変化と降伏強度・延性との関係を明らかにしていく予定である。