

C K端X線吸収分光を用いた

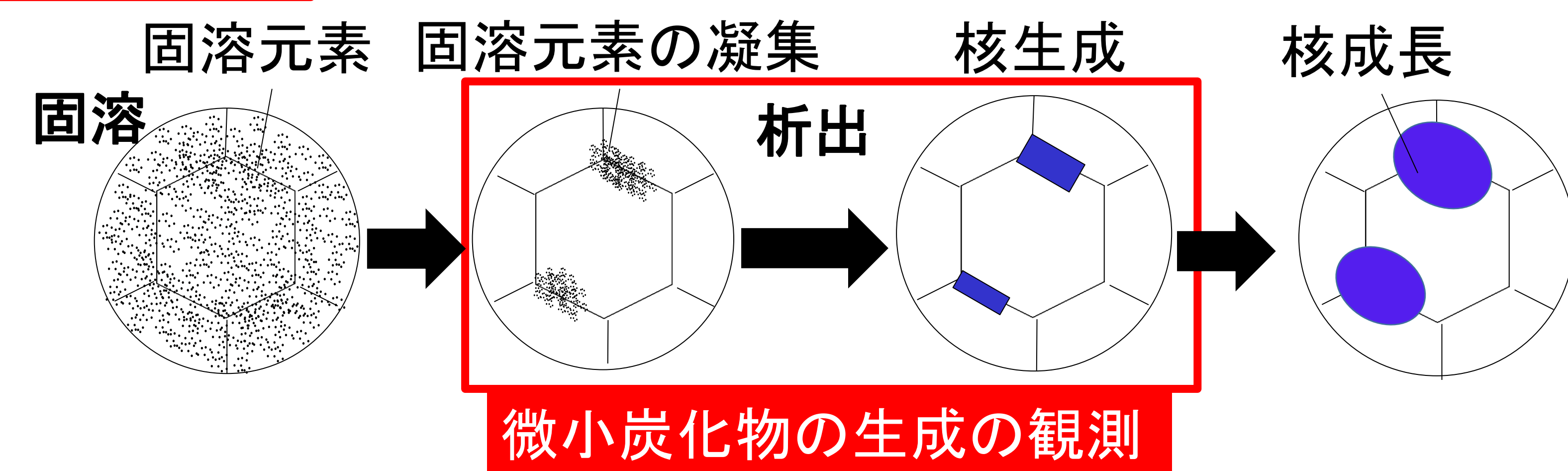
鋼中固溶炭素と炭化鉄中炭素の結合状態測定

 米村 光治¹, 吉本 有輝¹, 高倉 将一², 仲武 昌史²
¹新日鐵住金株式会社先端技術研究所, ²あいちシンクロtron光センター

Abstract: Fe-0.79mass%Cマルテンサイト鋼とパーライト鋼の炭素の結合特性と局所構造をC K端X線吸収分光法(XAS)とフルポテンシャル実空間多重散乱計算を用いて調査した。実験と計算の比較により、マルテンサイト鋼およびパーライト鋼のC K端XASスペクトルは、それぞれ283および288 eVに特徴的なピークを有し、固溶炭素と θ -Fe₃C中炭素の局所結合状態への帰属が確認された。また、 θ -Fe₃C構造におけるC:Fe組成比の影響を調査した結果、 θ -Fe₃C特有のピークは炭素凝集に起因したC-C結合の寄与であることが判明した。

Introduction

研究の狙い



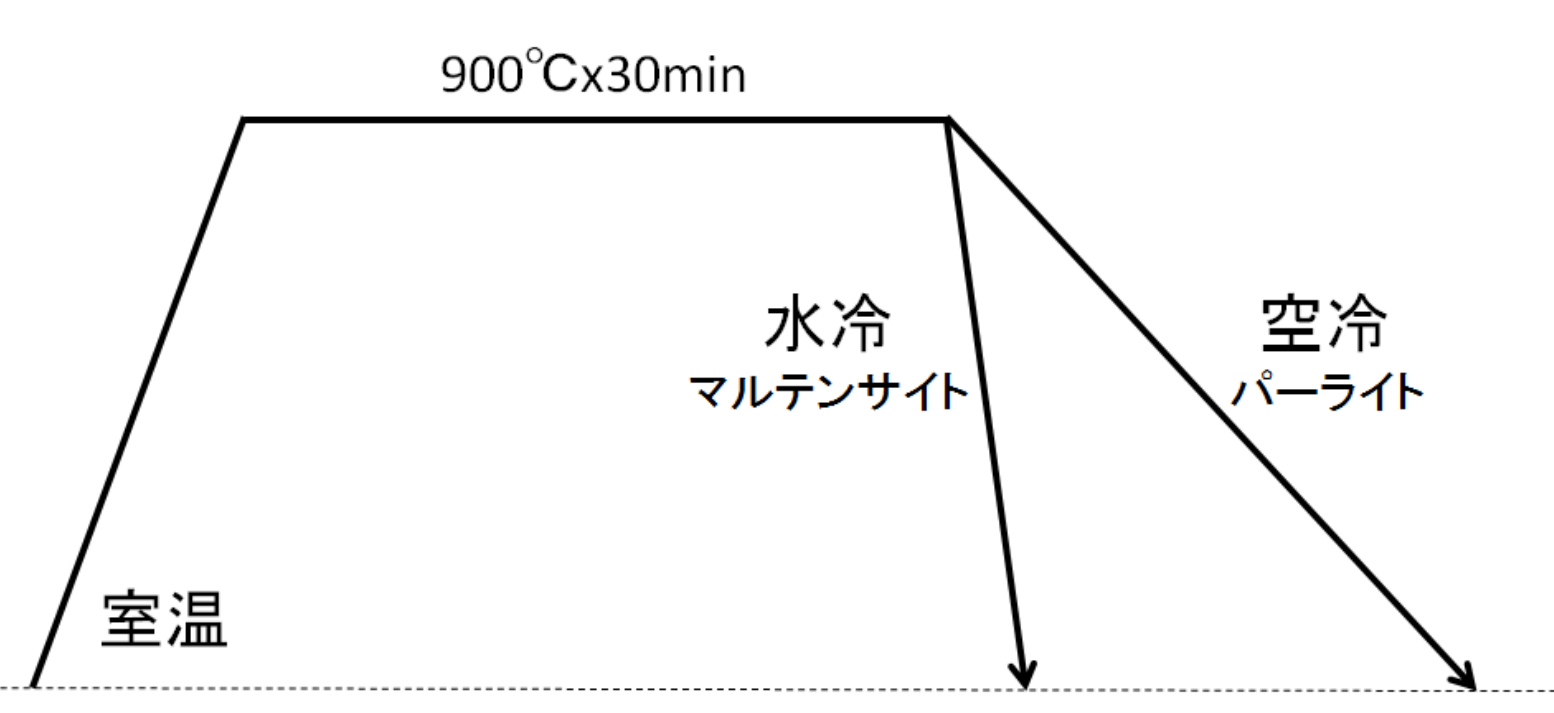
鉄鋼材料: 炭素の析出で強度制御→炭化物の析出メカニズムの理解が必要。
析出物に関する既存知見: 電気抵抗測定、回折、3次元アトムプローブ等
→微小析出物と固溶の識別困難。元素選択性+バルク敏感なXASが有効?

まずはXASで固溶炭素と炭化物が識別できるか検証。

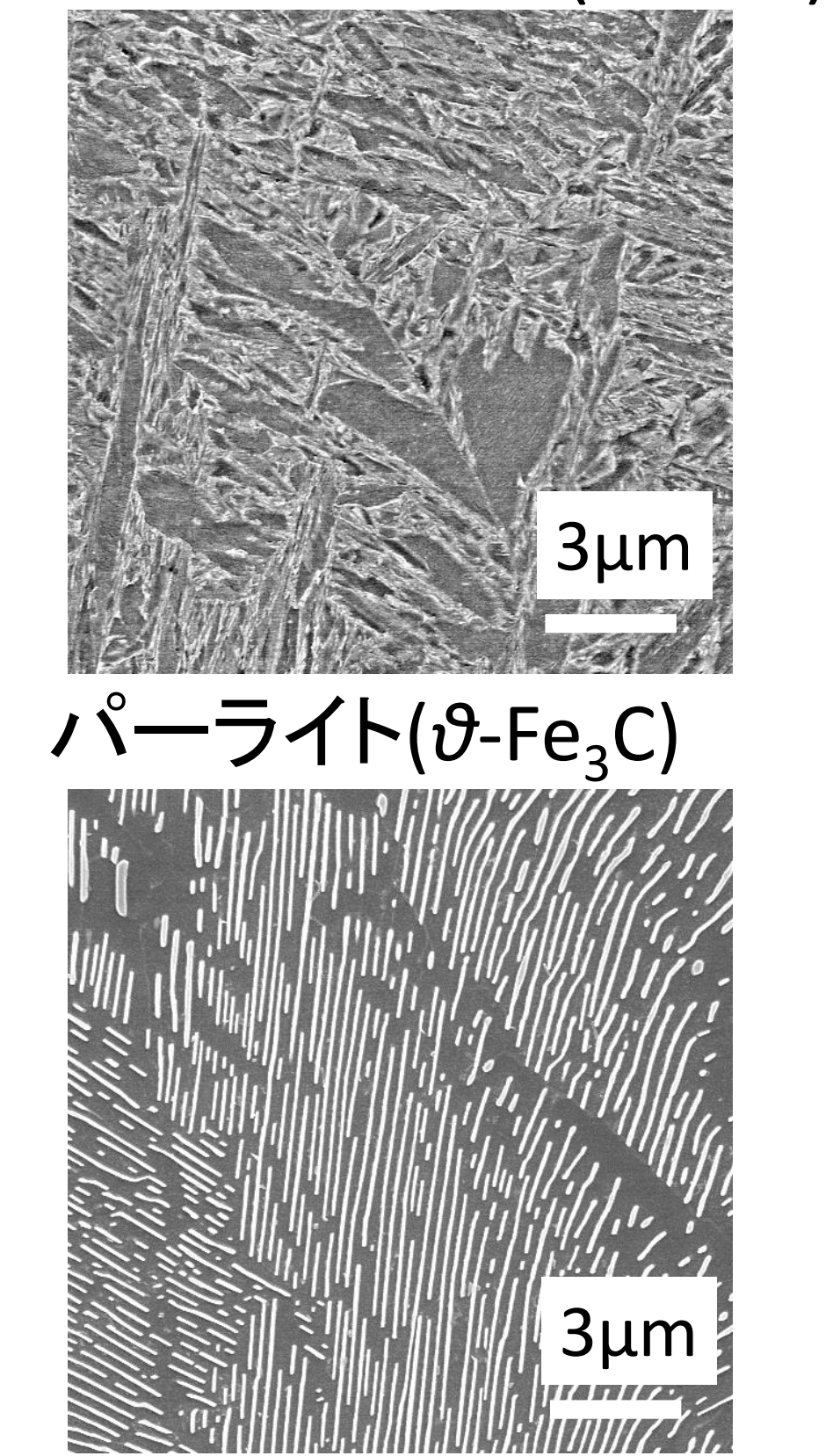
Materials & Methods

サンプル加工条件

- 組成: Fe-0.79mass%C
- 熱処理前プロセス:
 casting → forging → hot rolling (1150°C)
- 測定面加工:
 mechanical grinding + colloidal silica polishing
 → smooth surface acquisition + removal of processing marks

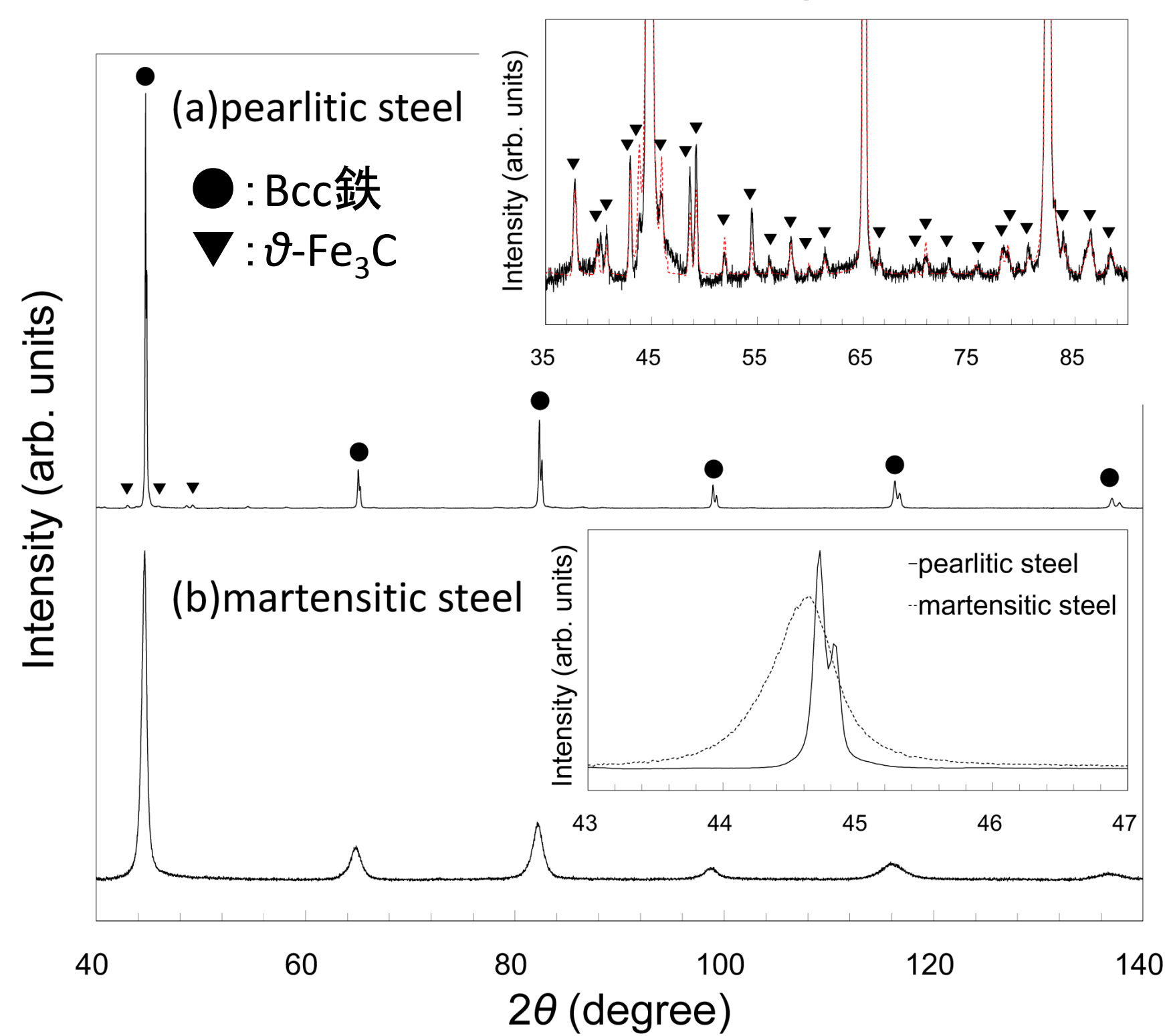


組織形態(SEM像)



相同定(X線回折)

- 集中法、Cu K_α線源
- 回転ステージにより配向の影響低減



XAS/XPS測定条件

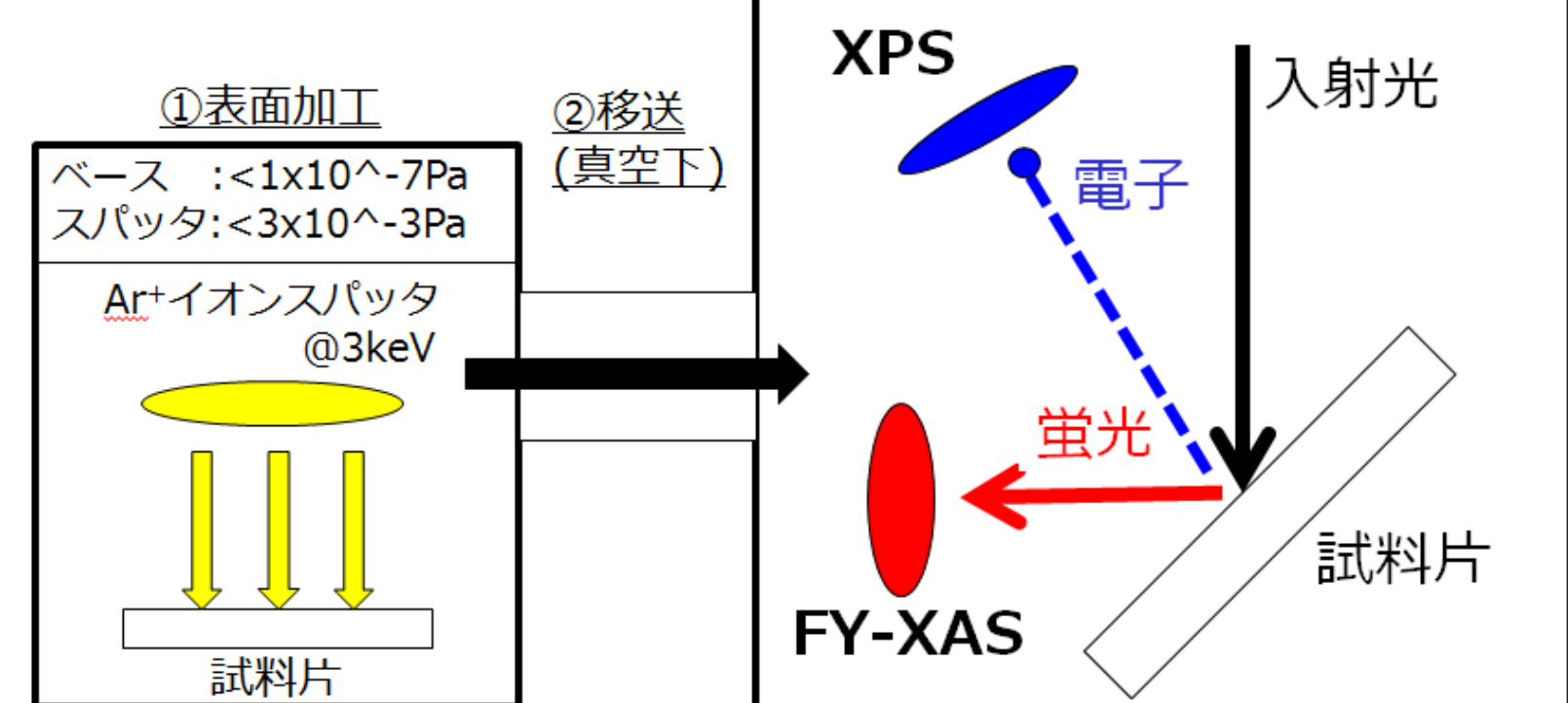
XPS測定条件

- 0.5eVステップ(O1s, Fe3p)
- 0.1eVステップ(C1s)

XAS測定条件

- 0.1eVステップ(280-295eV)
- 0.5eVステップ(295-310eV)
- 10sec/ステップ
- 入射光: 垂直入射
- 散乱光: 45° 出射

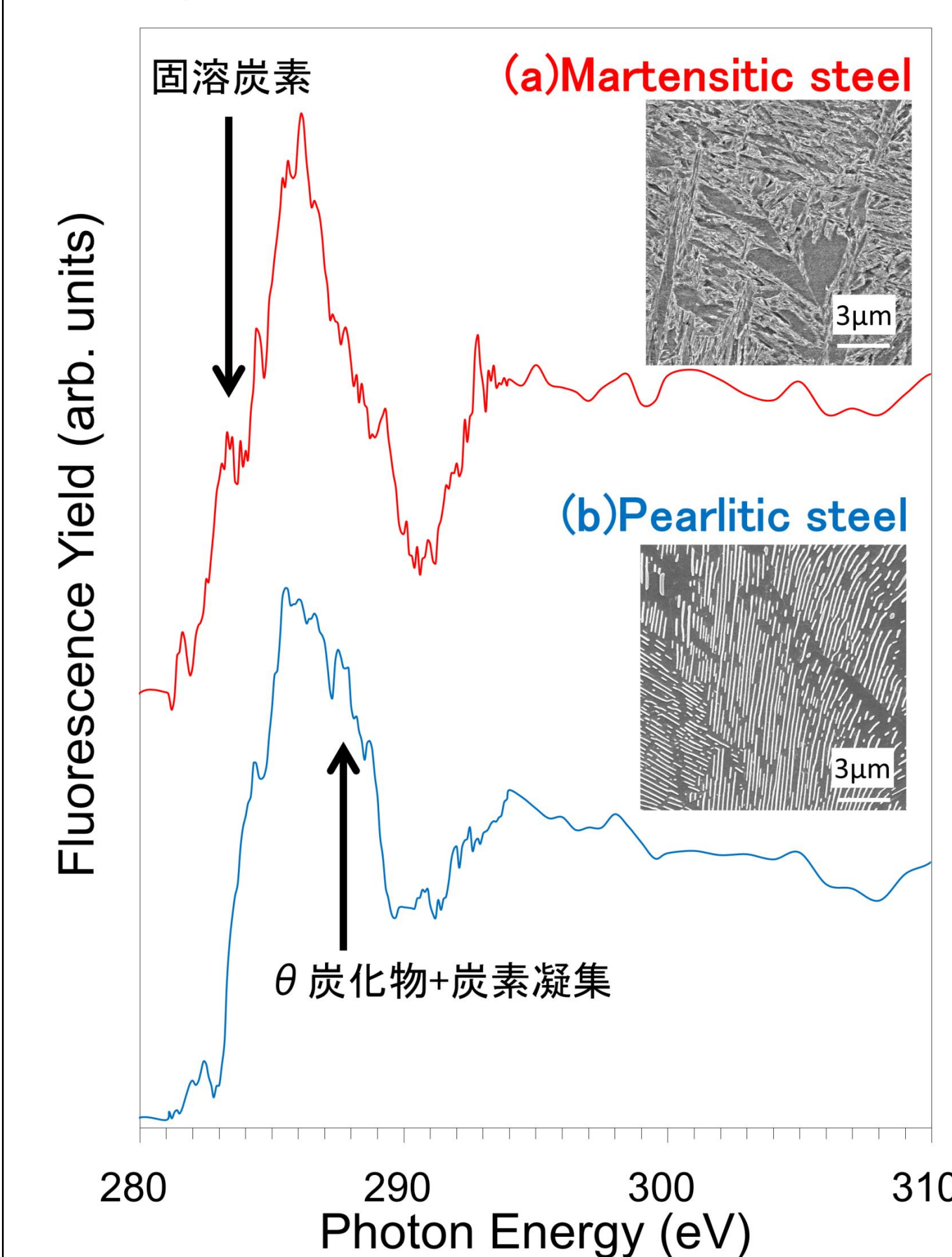
BL7U@あいちSR

 入射光:
XPS=400eV (C 1s)
or 650eV (O 1s, Fe 3p)
XAS=270eV~350eV (C K)


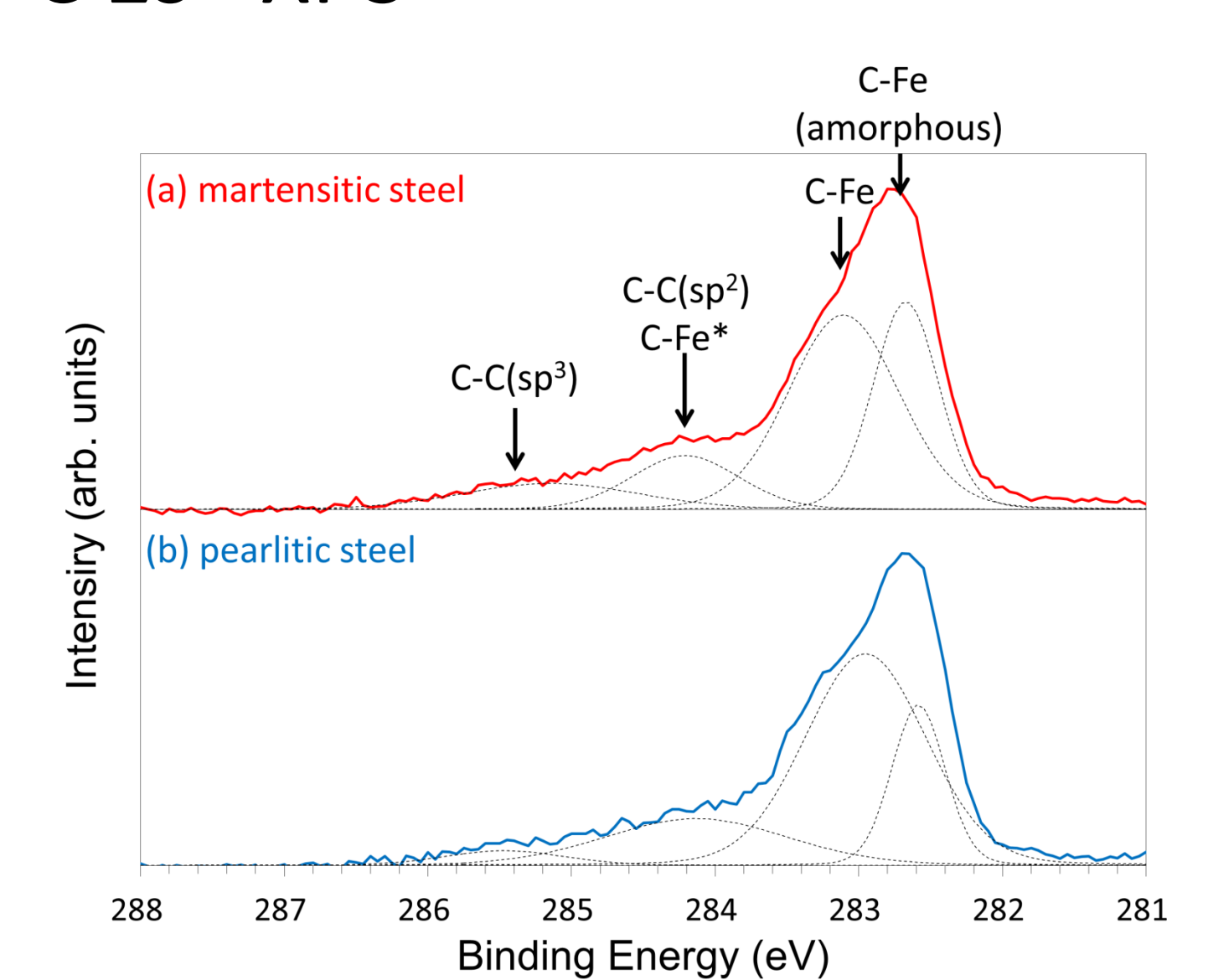
XPS: 表面の酸化物と有機物の除去を評価
XAS: バルク中炭素の化学状態を評価

Results & Discussion

C K端 TFY-XAS



C 1s XPS



C1s XPS

- 最表面で有機物除去。一方で、...
- Cはアモルファス炭化物として残存(~20mol%)

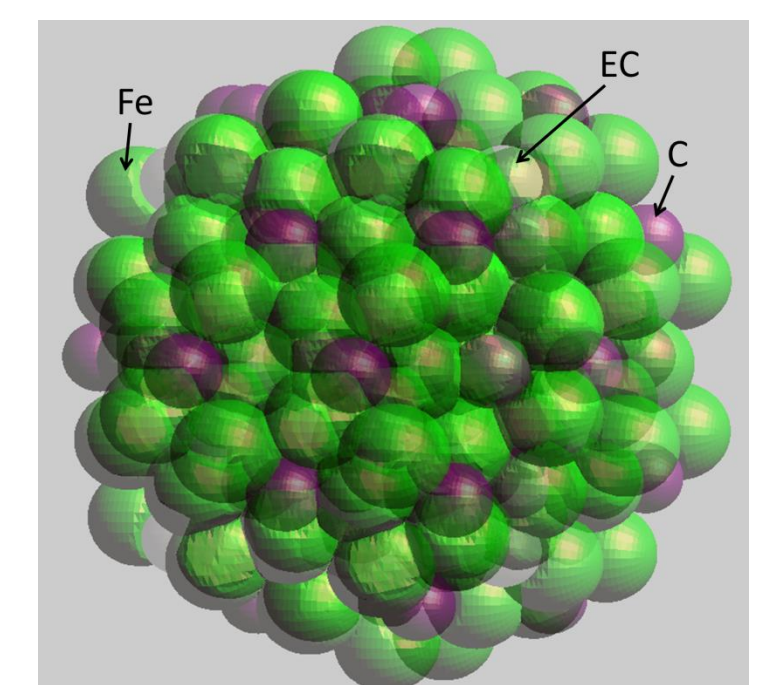
C K端XAS

- 283eV、288eVに特徴的のピーク有

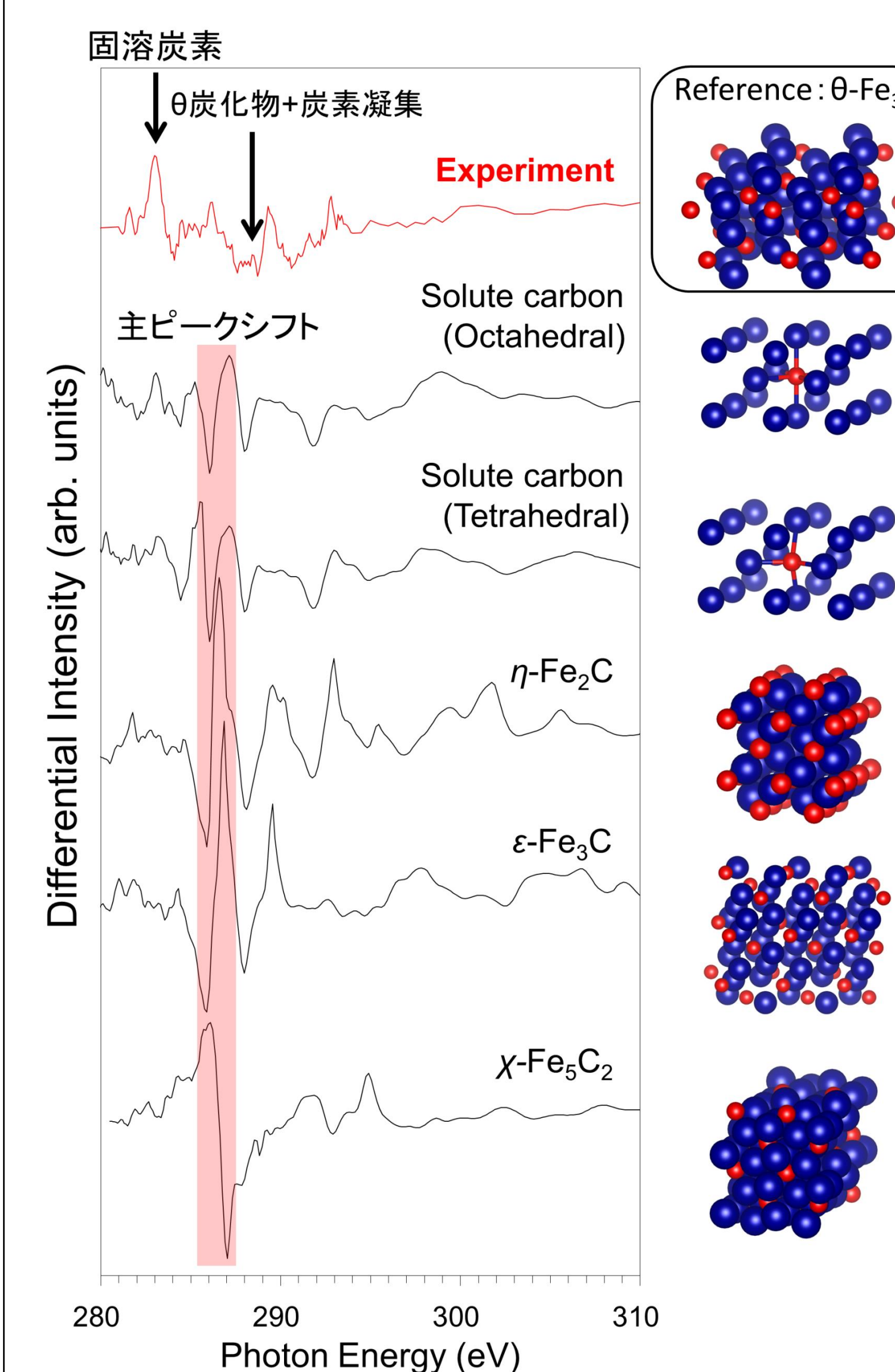
ピーク帰属をシミュレーションで検証

XASスペクトルシミュレーション

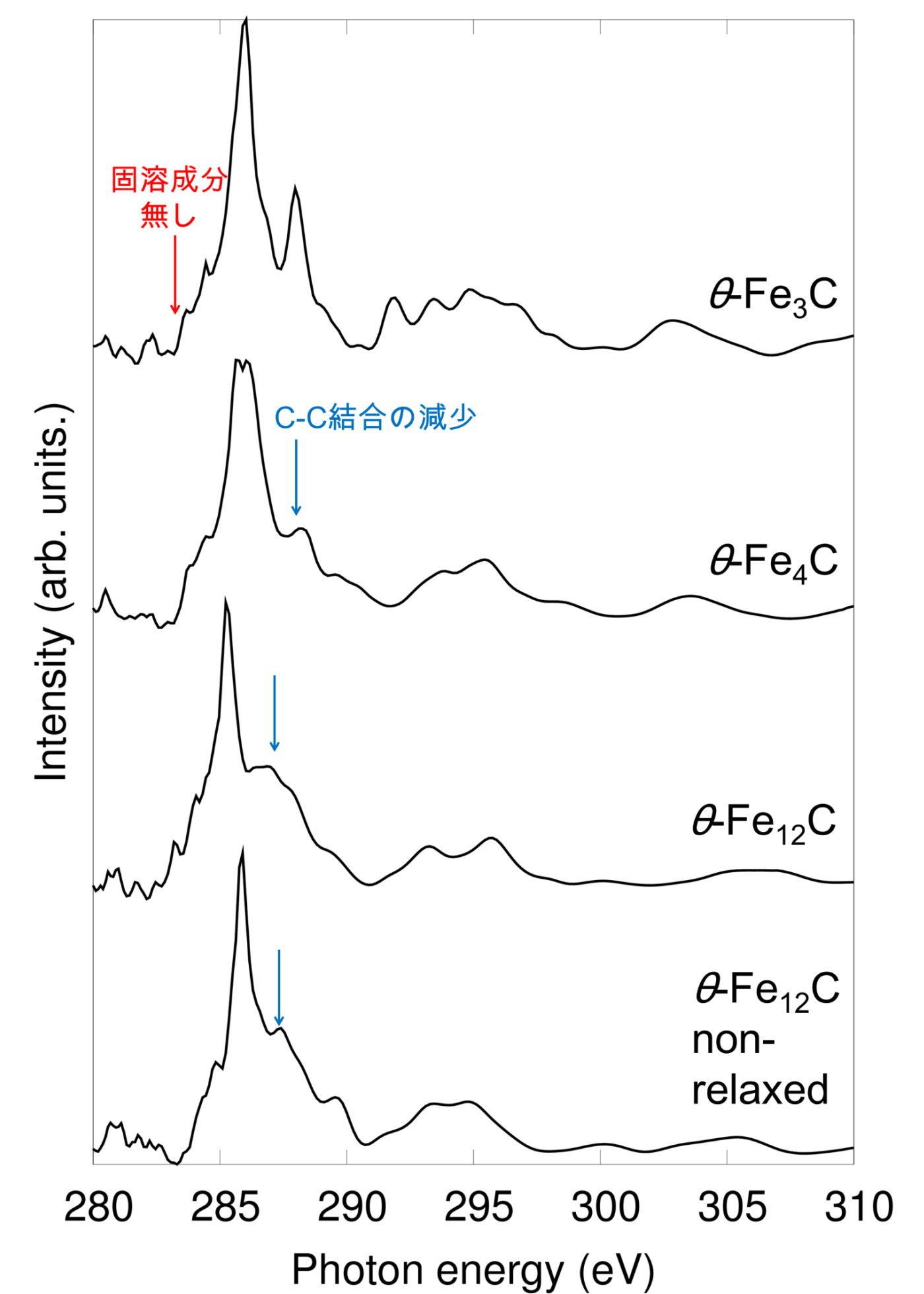
- 構造緩和→多重散乱計算でスペクトル取得。
- 構造緩和: PAW-PBE(VASP[1,2,3])で実施。
- 固溶炭素:
4x4x4Bcc鉄超格子中に炭素を孤立させた系で計算。
- 多重散乱計算: フルポテンシャル法(FPMS[4])で実施。
クラスターサイズ=8 Å (300-350原子)


 FPMSで用いたクラスター例(θ -Fe₃C)

構造依存性(差分スペクトル)



C:Fe組成比との関係



- 炭素量減少で、288eVのピーク減衰 → 炭化鉄中C-C結合と相関 (2p電荷密度分布解析でも現象確認)
- 283eVと288eVでのピーク強度比が 固溶炭素との差分スペクトルと良い一致 → 固溶炭素、 θ 炭化物の特徴と推定可能。
- 構造緩和に因らずC-C結合ピーク減衰 → 結合距離ではなく炭素凝集と相関
- 主ピークシフト: 浅いコアホール再現課題?

Conclusions

- 炭素鋼中炭素の結合状態の識別の為、XASを実施。
- C K端XASにおいて、固溶炭素と θ -Fe₃Cが識別可能。
- θ -Fe₃C特有のピークは炭素凝集に起因したC-C結合が寄与。