



## 鉄鋼材料の X 線小角散乱測定

齊藤元貴<sup>2</sup>、Iesari Fabio<sup>1</sup>、岡島敏浩<sup>1</sup>

1 あいちシンクロトロン光センター、2 名古屋大学工学研究科

キーワード：鉄鋼，析出物，小角散乱，SAXS

### 1. 背景と研究目的

鉄鋼材料は構造材料や機械部品等に幅広く利用されている。鉄鋼材料の強度向上のためには結晶粒の微細化が有効であるが、高温の熱処理過程で結晶粒が粗大化し機械的特性が低下する問題がある。材料中に析出物を微細分散させると、これらが結晶粒界をピン止めして結晶粒が微細化されるため、材料中の析出物の粒子径や分散状態の理解が重要となる。従来行われてきた透過型電子顕微鏡(TEM)法による析出物観察は、析出物の形状や組成、析出位置の同定に大変有用であるが、観察用試料作製に時間と労力を要し、観察領域が限られるため、統計的に十分な視野の観察が必要であった。これに対して近年では X 線小角散乱(SAXS)法による析出物の定量評価が行われている<sup>[1,2]</sup>。SAXS 法は照射した X 線の散乱強度分布から析出物の平均的な構造を分析する手法であり、TEM 法に比べて測定体積が大きく試料作製が簡便である。本測定では、炭素鋼を用いて試料厚みと熱処理が SAXS 測定に与える影響を調査した。

### 2. 実験内容

サンプルとして、機械構造用鋼(三菱製鋼株式会社様ご提供)を用いた。約 10 mm 角の鋼板を 20~70  $\mu\text{m}$  の薄さまで機械研磨し、アセトンで洗浄した。試料厚みはマイクロメーターで測定した。測定はあいちシンクロトロン光センターのビームライン BL8S3 において、入射 X 線波長 0.92  $\text{\AA}$ 、カメラ長 3971 mm、アパチャー径 2 mm の条件で測定した。検出器にはイメージングプレート X 線検出器 R-AXIS IV++ (Rigaku)を使用し、露光時間は 1 サンプル 20 分とした。

### 3. 結果および考察

試料厚みの影響を調査した結果、厚みが 70 $\mu\text{m}$  の X 線の透過率は約 6%、30 $\mu\text{m}$  では約 25%であり、試料が薄いほどより多くの信号が得られることがわかった。Fig.1 はサンプルの SAXS プロファイルを示す。高温で熱処理後に水冷した水冷材は TEM 観察から析出物はほぼ存在せず、SAXS プロファイルにも析出物に対応したピークは現れなかったが、析出熱処理を施した場合は析出物に対応するピークが現れ、熱処理温度が高いほど、ピークは粒子径が大きくなる方向にシフトした。これは高温で析出物が粗大化した影響と推察される。解析から得られた粒子径は 10~30 nm であり、この結果は TEM 観察結果ともよく一致した。

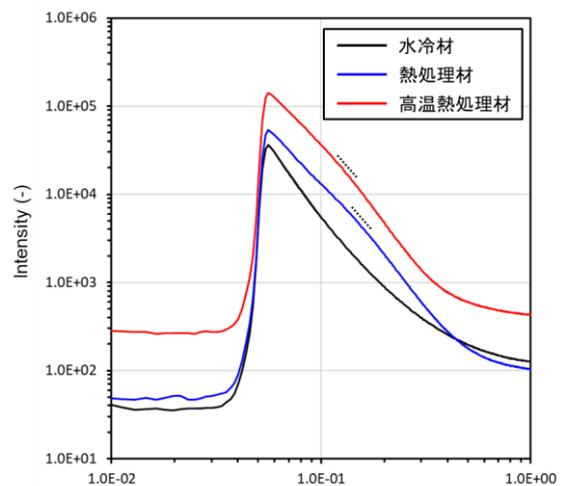


Fig.1 サンプルの SAXS プロファイル

### 4. 参考文献

1. N. Kamiya, Y. Tanaka, R. Ishikura, AIN Particle Size on Abnormal Grain Growth During Carburization, *DENKI-SEIKO [ELECTRIC FURNACE STEEL]*, **89** (2018) 3-11.
2. T. Tanaka, Y. Toji, P. Kozikowski, M. Ohnuma, M. Nagano, Quantitative Analysis of Precipitates in Ti Added Low Carbon Steel by SAXS and TEM, *Tetsu-to-Hagane*, **105** (2019) 965-974.