

フェムト秒 X 線回折法による

P42

鉄鋼材料の転位挙動・炭素拡散の動的観測

Dislocation dynamics in steels using femto-second X-ray diffraction

米村 光治 yonemura.4k8.mitsuharu@jp.nipponsteel.com

日本製鉄株式会社

1.はじめに

基幹産業である鉄鋼分野の研究開発は、新しい機能性材料や構造材料の商品化に見られるように、鉄鋼材料の高性能化、新合金や製造プロセスの開発等、ますます盛んである。なかでも重要なプロセス因子である熱処理過程では、非平衡状態の組織変化が金属物性に大きく関わり、製造プロセスにおいて、極めて重要な役割を果たしている。しかしながら、速い組織変化での物理的かつ速度論的理解は、原子拡散や組織形成過程のその場観察の難しさから著しく遅れている。

組織形成や変形に関わる最も重要な格子欠陥が転位である。転位密度の減少(回復)、転位組織からの結晶粒の核生成・成長(再結晶)そして α' 相から高温相である γ 相への変態(相変態)の過程は、実験室レベルで緩加熱(数 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$)の挙動は観測されているが、炭素が長距離拡散不可能な $10^4^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 以上の極限的な温度変化で生じる組織変化は未知の領域であり、工業的な組織制御や基礎学術の観点からも新たな可能性を秘めている。例えば、冷間圧延後に回復・再結晶が起きず炭素拡散も抑制され、加工無しでの細粒化で従来鋼の範疇を超える機械的性質の可能性もある。この急速に変化する温度場における非平衡過程を、原子濃度変化や転位運動の微視的な視点から「その場観察」することは大変意義があり、世界初の試みでもある。

2.X線自由電子レーザーによるフェムト秒 X 線回折

極限的な温度変化に伴う組織変化を定量的に観測するために、X線自由電子レーザー(X-ray free electron laser:XFEL)施設 SACLA(SPring-8 Angstrom Compact Free Electron Laser)のBL3でフェムト秒 X 線回折を実施した。本研究のターゲットである $1\mu\text{sec}$ 以下の時間分解能の実現には、放射光の 10^4 倍以上のパルス強度を持つXFELが唯一のプロブである。また、独自設計の制御系でXFELからのトリガー信号を用いて、試料の温度を高速でモニターし、時間だけでなく温度の関数として構造変化の観測に成功した。測定した二次元回折像はリング方向積分でラインプロファイル化し、転位密度や転位性質を解析し加熱速度の大小による組織変化を評価した。得られた $10^4^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 以上の転位密度および炭素濃度変化の結果に基づいて、加熱速度の大小によるマイクロ組織変化の推

定モデルを図1に示す。通常の緩加熱($10^{\circ}\text{C}/\text{s}$)では、まず $\theta\text{-Fe}_3\text{C}$ が析出し凝集粗大化する。そして回復・再結晶し、原子の長距離拡散によって γ 相へ変態し粗大化する。一方、急速加熱($10^3\sim 10^4^{\circ}\text{C}/\text{s}$)では、 $\theta\text{-Fe}_3\text{C}$ の析出と成長が抑制され、微細に分布する。転位密度は大きな減少を伴わず、原子の短距離拡散による Massive 変態により不規則なパッチ状の γ 相を形成し、高密度転位の微細な γ 相が形成される。これが組織微細化の主要因と推察される。

3.今後の展開

XFEL施設 SACLAの最先端の設備で加熱速度 $10^4^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 超のその場観測に成功し、0.1秒間の転位密度と炭素濃度の動的変化を捉えた。本研究により、 $10^4^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 以上の極限的な温度変化(加熱・冷却)での鉄鋼材料組織の速度論的な理解と、更には鉄鋼材料の高性能化、新合金または製造プロセスの開発等への展開が大きく期待される。

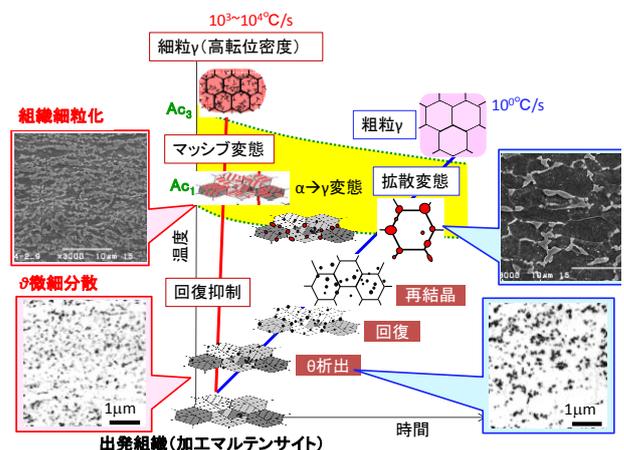


図1 ミクロ組織変化の推定モデル。

【参考文献】

[1] M. Yonemura et al. Sci.Rep., 9, Article number: 11241 (2019).

【関連WEB】

[1] 鉄鋼材料の開発で、世界で初めて超急速加熱過程での転位の瞬間的な動きの観測に成功(プレスリリース)

https://www.nipponsteel.com/news/20191107_100.html