

静電浮遊法と高速 2 次元ピクセル検出器を用いた Fe-C 合金融体の凝固過程の in situ 測定

In-situ observation during solidification of Fe-C melts using two-dimensional pixel detector and electric static levitation method.

米村 光治¹⁾ 岡田 純平²⁾ 渡辺 康裕³⁾ 石川 毅彦²⁾
Mitsuharu YONEMURA Junpei OKADA Yasuhiro WATANABE Takehiko ISHIKAWA
七尾 進²⁾ 菖蒲 敬久⁴⁾ 豊川 秀訓⁵⁾
Susumu NANAÔ Takahisa SHOBU Hidenori TOYOKAWA

¹⁾住友金属総研 ²⁾宇宙航空研究開発機構 ³⁾東大生産研 ⁴⁾日本原子力研究開発機構
⁵⁾高輝度光科学研究センター

(概要)

鉄鋼材料の本質的な組織形成過程を捉えるため、これまでの検討を基に⁽¹⁾、静電浮遊法⁽²⁾による無容器溶融凝固過程を高速 2 次元ピクセルアレイ検出器⁽³⁾にて、広角散乱と小角散乱の同時観測を実施し、Fe-C 合金の実質均質核からの詳細な凝固過程のクラスター観測によって、温度による変化を捉えた。

キーワード：静電浮遊法，時間分解 X 線回折，小角散乱，鉄鋼材料，凝固

1. 目的

鉄鋼材料の凝固・固相変態などの組織形成過程は、フェーズフィールド法などの計算科学的手法により理想的に推測可能となってきた。また、その組織形成シミュレーションから機械的性質を予測する試行もすすめられている。しかしながら、実時間での組織予測には、計算パラメータとして動的係数が必要であり、非平衡状態かつ均質な組織形成を実験的手法により観測する必要がある。本研究は、工業的に重要な Fe-C 融体の凝固過程を微視的視点から解明するために、無容器溶融凝固可能な静電浮遊溶解装置を BL22XU へ設置し、フォトンカウンティング型高速 2 次元ピクセルアレイ検出器(PILATUS)を用いて凝固過程のクラスターサイズと相分率の変化を高速時間分解測定することを目的としており、本申請では、小角散乱(Small Angle X-ray Scattering; SAXS)と X 線回折(X-ray diffraction; XRD)の併用により液相と固相の二相域における液相中固相クラスターサイズの観測を実施する。

2. 方法

静電浮遊溶解装置 (Electro-Static Levitator; ESL) を BL22XU 二軸回折計に設置し、二次元検出器 PILATUS を ESL 近傍に設置し、広角の回折を観測した。基本的な光学系は、菖蒲⁽⁴⁾らの実験と同様である。また 4000mm 程度離れた位置に、二台目の PILATUS を設置し、SAXS を観測した (FIG.1)。試料サイズは直径 2mm の球状 Fe-C であり、本実験では、小角散乱を主体としたため、小角散乱の空間分解能と吸収の観点から 37KeV の入射 X 線のエネルギーであり、入射側スリットは、0.1x0.1mm、小角散乱のカメラ長は、4017mm であった。

まず静電浮遊により浮遊した供試材(2mmφ 程度)を加熱用半導体レーザー (波長 975nm, 200W) にて溶解した後 X 線を照射し、レーザー出力を低下させながら、XRD および SAXS 高温その場同時観測を実施した。

3. 研究成果

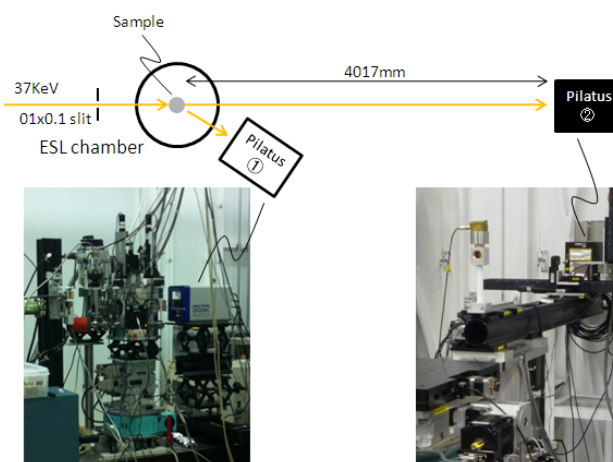


FIG.1 Experimental setup

あらかじめ昇温・冷却によりリカレッセンスを確認し、その後再溶解し、1200℃、1175℃、1135℃で60秒間保持して測定した(FIG.2)。ここで、実験データの相関をふまえると温度補正が必要であるが、本報告では補正前の値を用いている。その結果、温度の低下と共に、ハロー強度は低下し、FCCの回折が先鋭化する(FIG.3(a))。一方で小角散乱は、温度低下と共にショルダーの位置が低角側へ移動し顕著化する傾向が観測された(FIG.3(b))。これらの現象は、液相が減少し晶出相FCCが形成され粗大化する過程をとらえている。回折データでは、ハロー強度が γ_{200} と比較して極めて大きいことから、前回の実験(課題番号2010A-E05)から得られた知見⁽⁵⁾もふまえると、1200℃以上の現象であることが分かる。一方、 γ 相の回折強度は弱いながらも明瞭に観測されるため、高温でありながらリカレッセンス後の状態であり、再溶解で析出核が残存していた可能性が考えられる。したがって平衡状態図に則した組織変化が観測されていると推察される。このように、広角・小角散乱によってFe基合金の凝固過程の同時観測を実現し、クラスターサイズの変化を捉えることに成功した。

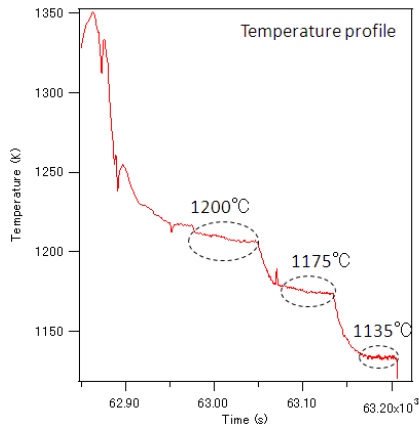


FIG.2 Temperature profile

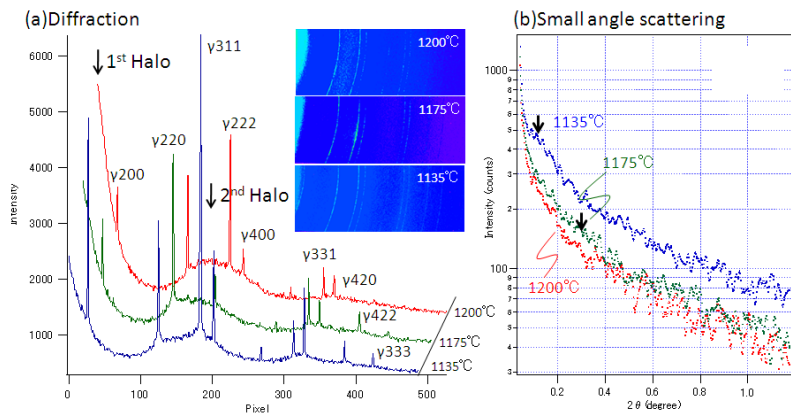


FIG.3 Simultaneous observation using XRD and SAXS

(a)XRD、(b)SAXS

4. 結論・考察

ブランク処理したデータでは、信号強度が小さくノイズも大きい、前回の実験結果と照合しながら、 γ 相の粒子径の変化を定量化した(FIG.4(a))。Feの液相と固相の二相モデルで、結果として二山分布を仮定した解析を実施したが、分布量が極めて大きな小さい粒子径に着目した。その結果、温度低下に伴って、粒子径分布が粗大粒子側へ広がり、増加する傾向が得られた(FIG.4(b))。以上によって、本手法に因るクラスターサイズ観測の可能性が得られ、今後のブレークスルーにより、更なる観測の高精度化が期待される。

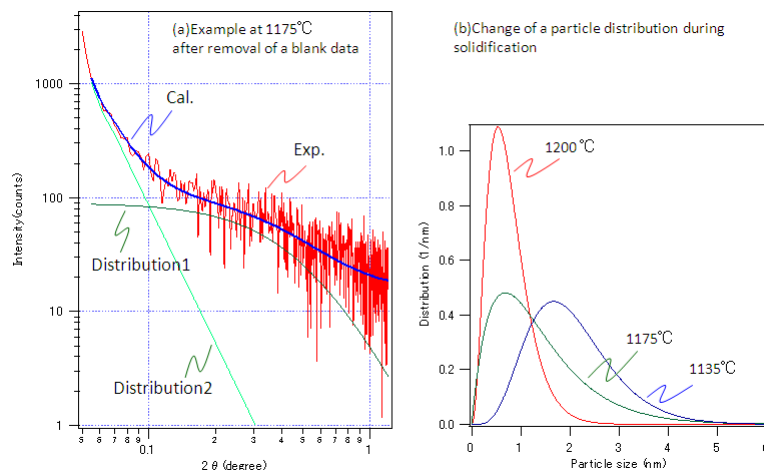


FIG.4 Particle size distribution analysis

5. 引用(参照)文献等

- (1)米村光治ほか, Mater. Trans., 47, 2292. (2006)
- (2)岡田純平, 2009 年秋物理学会, シンポジウム招待講演
- (3)豊川秀訓, X線分析の進歩, 42, 95-110, 2011
- (4)菖蒲敬久ほか, 第2回 SPring-8 合同コンファレンス
- (5) Mitsuharu Yonemura et. al, to be published in Chinese Journal of Physics (2012)