

鉄鋼材料の表層酸化物の組成および構造解析

利用者 岡田光¹、池田圭太¹、金城有紀²

所属 ¹住友金属工業(株) 総合技術研究所、²茨城大学大学院理工学研究科

1. はじめに

鉄鋼材料の製造プロセスにおいて、表面品質の制御は重要なポイントの1つである。特に自動車に使用される薄板では、熱間圧延や連続焼鈍時における酸化が表面品質に大きな影響を与える。酸化によって、鋼板表層の組織や析出物が変化するため、その状態を知ることが表面品質を制御する上で必要である。従来、鋼板表層の観察は電子顕微鏡などの直接観察法が用いられてきた。しかし、観察領域が狭く表層全体の平均的な評価は難しい。また、表層に析出物などが存在する場合、サイズや形状、深さ方向の分布状況などの平均的な評価を精度良く行うのも難しい。そこで、nmオーダーの膜厚が精度良く測定でき、かつ、中性子を用いることで表層の軽元素の存在状況などの測定が期待できる中性子反射率計を用いて、鉄鋼材料の表面酸化物が測定できないか検討を行った。

2. 実験方法

供試材に純Fe(99.99%)を用い、2t×30w×40L (mm)の試験片を作製した。この試験片を湿式研磨紙で#600から#1200まで研磨し、その後、粒径3μmおよび1μmのダイヤモンドスプレーでバフ研磨し、試験片表面を鏡面状態とした。研磨後、試験片を赤外線イメージ炉を用いてN₂雰囲気中で室温から10 /sの昇温速度で加熱し、所定温度で10秒間大気酸化を行った。酸化温度は300、400、450、500 とした。酸化後、直ちにN₂ガスで室温まで急冷した。中性子反射率測定は、JRR-3のSUIRENを使用した。PG(Pyrotic Graphit)の(200)で単色化された波長0.393nmの中性子線を用い、-2 スキャンを行い試験片表面からの反射を測定した。測定角度は0.250 2.700 [deg.]の範囲で行った。

3. 実験結果

中性子反射率計で測定した結果をFig. 1に示す。反射率プロファイルにおいて、酸化膜厚(酸化量)の違いを示すような差は得られなかった。一方、同じ試料を用いてX線反射率計で測定を行うと、酸化膜厚の差を反映しているフリンジが観測されている。中性子反射率計においてX線反射率計で観測されたようなフリンジが測定されなかった理由として、ビーム径の影響が考えられる。X線反射率計では0.05^W×5^H [mm]の照射面積だが、中性子反射率計は、0.10^W×30^H [mm]であるため、試験片の表面粗さやうねりの影響を受けて、反射率プロファイルがノイズに埋もれてしまった可能性が考えられる。今後はスリットを絞り、照射面積を小さくするとともに、試験片の表面粗さやうねりを低減して測定する必要がある。

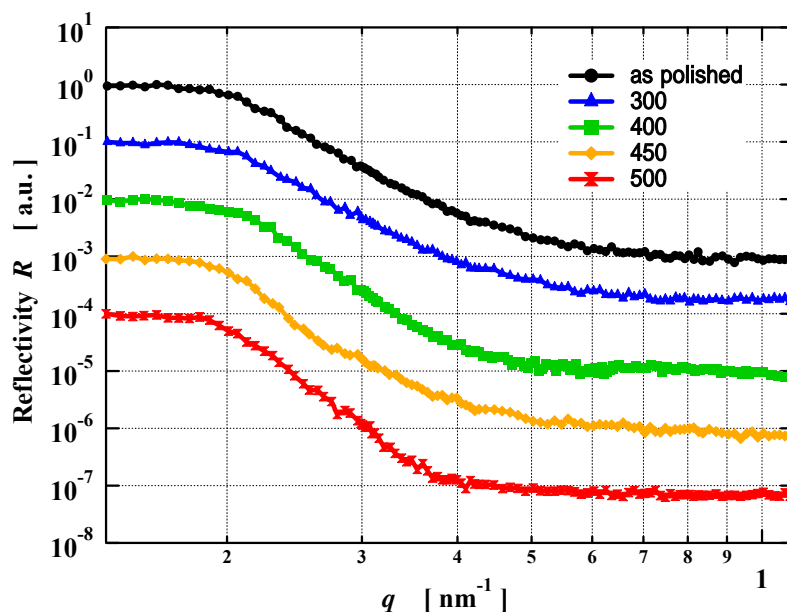


Fig.1 中性子反射率プロファイル

4. まとめ

鉄鋼材料の表面分析に対する中性子線反射率計の有効性を検討した。今回の試験では、酸化条件の差によって中性子反射率プロファイルに明確な変化は認められなかった。しかし、X線反射率計ではプロファイルに変化が得られており、反射率計を用いた測定は有効と考えられる。中性子反射率計でも測定条件(スリット幅やバックグラウンド測定時のオフセット低減)、および試験片の準備状況(表面粗さ、うねり等)を改善すれば、精度良く測定できると考えられ、今後、追加評価を行い反射率計の活用を進めたい。