報告書様式(一般利用課題·成果公開利用)

@ 茨城県 MIE Experimental Report	提出日(Date of Report)	
INILIT Experimental Report	2018 年 2 月 22 日	
課題番号(Project No.)	装置責任者(Name of responsible person)	
2017AM0016	石垣 徹	
実験課題名(Title of experiment)	装置名(Name of Instrument : BL No.)	
小角中性子散乱を用いた構造材料の初期超微細析出物の評価	材料構造解析装置 iMATERIA: BL20	
実験責任者名(Name of principal investigator)	実施日(Date of Experiment)	
草間 一徳	2017年12月5日	
所属(Affiliation)		
日鉄住金テクノロジー株式会社		

## 実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

## 1. 実験目的(Objectives of experiment)

構造材料の強度と延性・靭性のバランスを向上させるには合金元素の選択(合金設計)のみでなくミクロ組 織の高度な制御(組織設計)が必要であり、組織を定量的に評価して強度や破壊特性を検討することが重要 になる。そのため、高分解能透過電子顕微鏡観察(TEM)や3次元アトムプローブを駆使する原子レベルのナ ノ組織解析技術が発展してきたが、マクロな引張性質等の力学特性と結びつけるにはギャップが大きく、定量 的な相互関係を議論するには難があり、ナノ・ミクロ組織因子について材料試験片サイズレベルのバルク平 均値を測る新たな手法が必要になってきた。そこで、こうした金属組織の特徴を量子ビームを用いてどの程度 分析できるかを明らかとするため、BL20(iMATERIA)を用いて典型的な鉄鋼材料の中性子小角散乱実験を行 った。

## 2. 試料及び実験方法

Samples, chemical compositions and experimental procedure

2.1 試料 (samples)

次の表に示すような Ti、Nb を複合添加した低炭素鋼を真空溶解し、鍛造、圧延の後に熱処理を施した、超微細炭化物の析出状態の異なる3つの一辺 11.5mm、厚さ 1.5mm の板状試料である。

mass%	С	Si	Mn	Ti	Nb
試料1	0.15	0.20	0.80	0.05	0.05
試料2	0.15	0.20	0.80	0.05	0.10
試料 3	0.15	0.20	0.80	0.05	0.15

## 2.2 実験方法(Experimental procedure)

BL20(iMATERIA)に試料自動交換機用に適合するよう製作したネオジム磁石による横磁場印加ホルダ (0.5 T)に上記の板状試料をセットし、8×8 mm 及び 5×5 mm に成形したパルス中性子を入射し、散乱された 中性子を小角バンク及び低角バンクで測定した。 3. 実験結果及び考察(実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。)

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.



図 1 試料 2 の小角バンク(左)及び低角バンク(右)の中性子散乱強度の散乱ベクトル依存性(バックグランド 補正前) 多重回折の影響を避けるため、小角バンクでは 4.5 Å以上の波長の中性子のみの強度を示してい る。実線は直径 2 nm の球状散乱体の形状因子を示している。



図2 小角バンクの中性子散乱強度の散乱ベクトル依存性(バックグランド補正後, 波長 4.5 Å 以上)

多重回折の影響を避けるため、4.5 Å 以上の波長の中性子のみの強度から小角バンクの散乱強度を計算 すると、低角バンクのプロファイルとの間にデータがない空白域が現れる(図1)。これは、観察を目指した超微 細析出物からの特徴的な振舞が期待できる領域に相当する。観測できた、この領域より小さな散乱ベクトル の範囲(0.1 Å<sup>-1</sup> 以下)の散乱強度には明確な特徴的構造は見出せず、またニオブ濃度に依存しない。

4. 結論(Conclusions)

計測できた散乱ベクトルの範囲では、散乱強度プロファイルに明確な特徴的構造は現れず、またニオブ濃度に依存しないことがわかった。今後、時効熱処理により析出物を粗大化させるといったモデル試料の検討や、異なる散乱ベクトルの範囲をカバーする装置の併用等の検討を進める。