 MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2018PM0003 実験課題名(Title of experiment) 高強度金属材料における階層的な微細組織構造解析を指向した 中性子散乱・回折法の開発 実験責任者名(Name of principal investigator) 佐藤成男 所属(Affiliation) 茨城大学	装置責任者(Name of responsible person) 石垣徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) BL20 実施日(Date of Experiment) 2018 年度

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)
<p>鉄系形状記憶合金はビル用制震ダンパーや鉄道レールなどの大型構造材へ活用されつつあり、様々なインフラ関連構造材への展開が期待されている。この合金の形状記憶効果は、変形時の応力誘起マルテンサイト変態が逆変態することで生じるが、逆変態率が必ずしも高くはない。マルテンサイト変態は母相結晶粒の転位が拡張し、連続的に形成することで生じるが、一方、母相中の転位は逆変態の障害となる。つまり、転位の制御が形状記憶合金を制御するといつて過言でない。iMATERIAにて開発した転位、集合組織、相分率同時評価のための中性子回折測定手法を用いることで、応力誘起マルテンサイト組織形成と逆変態を定量的に取り扱い、さらにラインプロファイル解析から母相およびマルテンサイト相に形成する転位の特徴を明らかにする。本測定及び解析法を利用することで逆変態率が主に転位密度に依存し、特に GN 転位の母相粒形態の変化と SS 転位の母相粒の硬化が逆変態を抑制することを明らかにする。</p>

2. 試料及び実験方法

Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

2.1 試料 (sample(s))

鉄系形状記憶合金 Fe-27.8Mn-5.97Si-4.93Cr (mass%)

形状：板状引張試験片（ゲージ部 130 mm（長さ）× 6 mm（幅）× 0.8 mm（厚さ））

2.2 実験方法(Experimental procedure)

パルス中性子回折測定は J-PARC MLF BL20 に設置された茨城県材料構造解析装置 iMATERIA を用いて行った。中性子回折測定のリビニャーサイズは $20 \times 20 \text{ mm}^2$ とし、入射方向は引張試験片の板面法線方向、つまり引張軸に対し垂直に入射した。図 1 (a)に示すように iMATERIA では試料を囲むように BS (Back Scatter)、SE (Special Environment)、LA (Low Angle) バンクに検出器が配置されている。ラインプロファイル解析は高分解能の回折パターンが必要となる。分解能は回折角が大きいほど向上するため、ラインプロファイル解析に用いる回折パターンは背面散乱となる BS バンクの検出器を用いた。また、相分率と集合組織を求める Rietveld-texture (RTA) 解析においては各バンクの検出器を約 5° の立体角で分割し、図 1 (b)に示す 132 方位の極点図方位にて回折パターンを抽出した。なお、BS、SE、LA 検出器バンクで観測できる k ($= 1/d$ (d : 面間隔)) 領域は異なる。RTA に用いた k 領域はシングルフレームモードにて、BS、SE バンク : $4-25 \text{ nm}^{-1}$ 、LA バンク : $4-16.7 \text{ nm}^{-1}$ である。

ラインプロファイル解析には、Convolutional Multiple Whole Profile fitting (CMWP) プログラムを用い、RTA には MAUD プログラムを利用した。

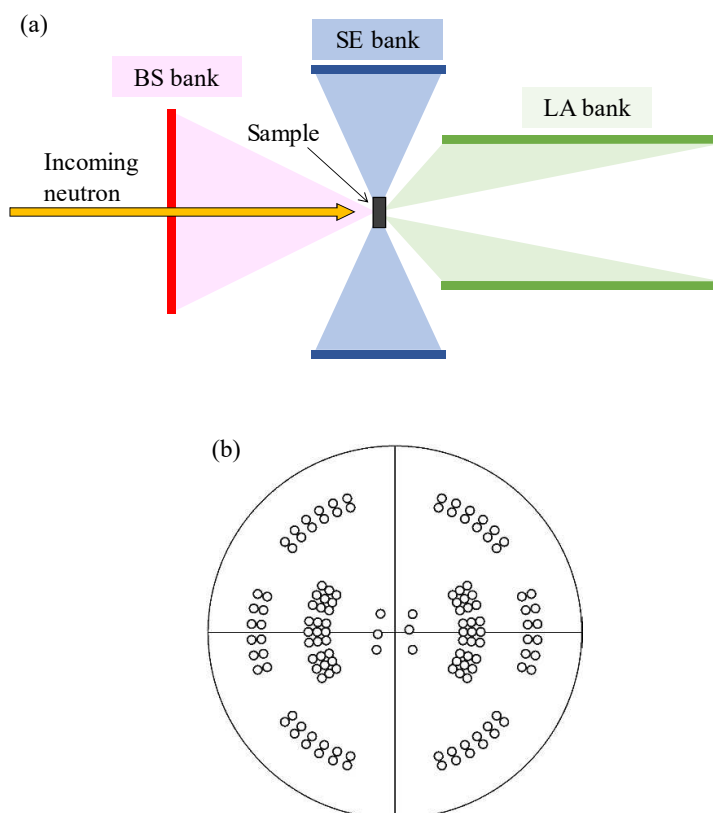


図 1 (a)iMATERIA の検出器群の模式図と(b)検出器を分割した際に観測される極点図方位。

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.

RTA から求めたマルテンサイト相分率を図2-2-1-8に示す。公称ひずみ：0.1 までに約40%がマルテンサイト変態し、それ以上の公称ひずみではマルテンサイト変態の進行が緩やかになることが確認された。加熱後のHCP相の相分率をもとに逆変態率を算出した結果を同図中に示すが、公称ひずみと共に低下することが確認された。

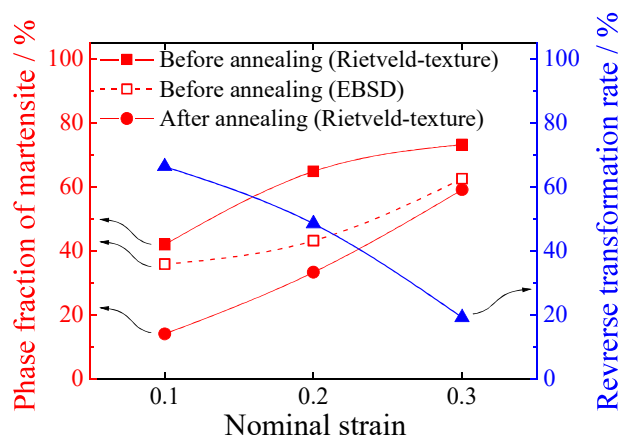


図2 RTAにより求められたマルテンサイト変態、逆変態に伴う相分率変化。

図3にラインプロファイル解析から求められた転位密度、転位配置パラメーター M 、結晶子サイズを示す。オーステナイト相の転位密度は電子顕微鏡観察から見積もられたGN転位密度より約1桁高い。中性子回折で観測された転位はGN転位に加えSS転位も含まれる。したがって、マルテンサイト変態を伴う変形において生じる転位はSS転位が占める割合が高いことが明らかになった。また、熱処理によりGN転位密度は変化しないが、SS転位密度は回復により減少することが確認された。

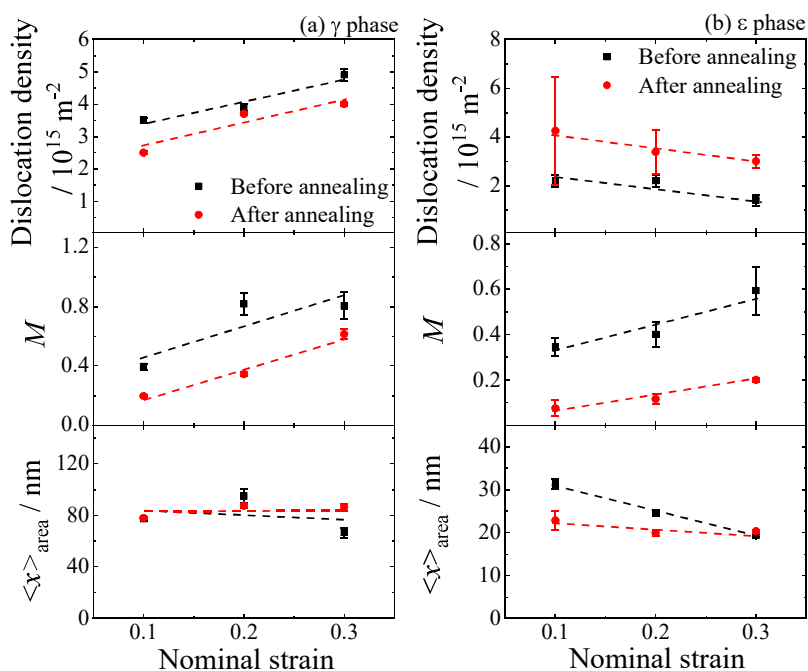


図3 ラインプロファイル解析から求められた転位密度、転位配置パラメーター M 、結晶子サイズ。

4. 結論(Conclusions)

Fe-Mn-Si-Cr 合金について引張変形に伴う応力誘起マルテンサイト変態と、その後の熱処理による逆変態に伴うマイクロ組織現象を中性子回折法から観察し、以下のことが明らかになった。

(1) 変形に伴う応力誘起変態によりマルテンサイト相分率が増加し、マルテンサイトの形成は変形が進むほど緩やかになる傾向が得られた。

(2) 中性子回折ラインプロファイル解析から求められたオーステナイト相の転位密度は電子顕微鏡観察から見積もられた GN 転位密度より約 1 桁高い。中性子回折で観測された転位は GN 転位に加え SS 転位も含まれる。したがって、マルテンサイト変態を伴う変形において生じる転位は SS 転位が占める割合が高いことが明らかになった。また、熱処理により GN 転位密度は変化しないが、SS 転位密度は回復により減少することが確認された。