 MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2019PM3001 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) 2019 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>鉄鋼の加熱、冷却に伴う相変態を中性子回折により追跡するニーズは高い。鉄鋼材料の高温下におけるミクロ組織観察には、中性子回折を用いた Rietveld texture 解析が有効である。ただし、Rietveld texture 解析における、多数の解析パラメータを適切に処理し、解析精度を保証するための測定データの条件は明確には定義されていない。Rietveld texture 解析では回折強度をもとに相分率や集合組織を解析することができるが、回折強度は原子の熱振動をパラメータとする等方性温度因子 (Biso) により変動し、Biso の解析精度が相分率、集合組織解析に影響すると考えられる。本研究では、鉄鋼の中性子回折測定結果をもとに Rietveld texture 解析における Biso の相分率、集合組織解析への影響を調査する。</p>

2. 試料及び実験方法

Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

2.1 試料 (sample(s))

中炭素鋼 (0.53C-0.19Si-0.73Mn (mass%)) を冷間圧延した板材

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。中性子回折測定のビームサイズは $20 \times 20 \text{ mm}^2$ 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。iMATERIA における TOF 型中性子回折より集合組織、相分率解析を行う場合、全ての検出器が使用される。このため、ヒーター等の構造材が中性子の光路を妨げないようにする必要がある。図 1 に新たに開発した急速加熱冷却試験装置を含めた測定環境のレイアウトを示す。中性子光路を確保しつつ加熱速度を大きくするため、試料に対し 4 方向から赤外線 (IR) ヒーターによる加熱を行った。あわせて、試料冷却用に He ガス噴射ノズルを設置し、冷却機能を付与した。He ガスは液体窒素で冷却した銅管内を通過させることで冷却能を高めた。なお、試料に溶着した R 型熱電対により試料温度をモニターした。

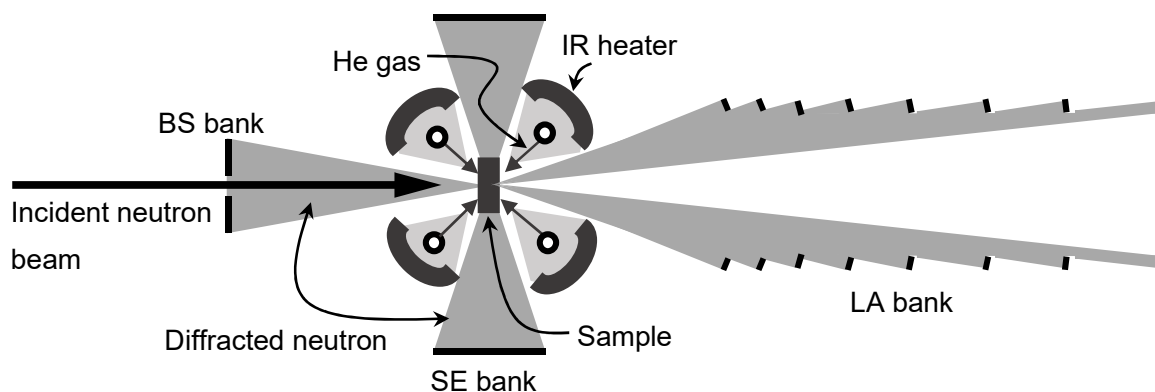


図 1 iMATERIA の検出器群と急速加熱冷却試験装置の模式図。

中性子回折を行った際の試料の昇温条件は図2の通りである。室温のフェライト相から 1073 K に昇温しオーステナイト変態させ、その後、フェライト相が安定となる 673 K まで冷却し保持した。目的温度に対し、 $\pm 5 \text{ K}$ 以内にて制御を行った。

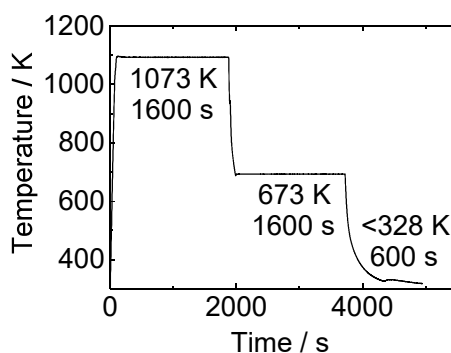


図2 中性子回折実験時の試料昇温条件。

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.

Rietveld texture 解析から得られた Fe の等方性温度因子： B_{iso} 解析値に対し、Fe の B_{iso} 理論値を比較した結果を図 3 に示す。温度変化に伴う B_{iso} 解析値は理論値と概ね一致した。低次から高次の回折を十分な回折強度で観測したため、良好な B_{iso} 解析値が得られたと考えられる。なお、中炭素鋼の合金元素量は少ないため解析値は Fe の B_{iso} 理論値とおおよそ一致したが、合金元素を多量に含む場合、合金元素による B_{iso} への影響を考慮し、比較参照する必要がある。Fe の B_{iso} 値による相分率解析への影響を調査した結果を図 4 に示す。セメンタイト相の回折強度は弱く、十分な精度で B_{iso} 値を得ることは困難だったため、セメンタイトの B_{iso} 値は Fe の B_{iso} 理論値を利用した。図 4 において、フェライト相の B_{iso} が大きくなると解析されるセメンタイト相分率は小さくなる傾向が認められた。フェライト相の B_{iso} を大きくすると、フェライト相の高次回折ピークの理論強度は小さくなる。理論回折強度を実験回折強度に合わせようとする、フェライト相分率を高くする必要がある。この影響によりフェライト相の B_{iso} が大きくなると、セメンタイト相分率が小さくなる傾向を示したと考えられる。

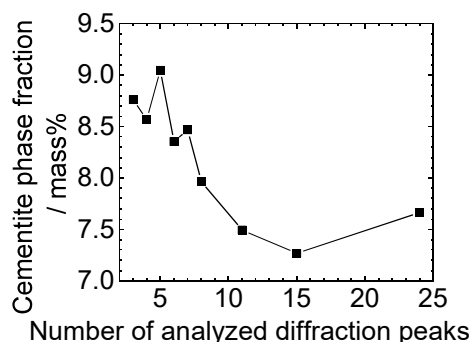
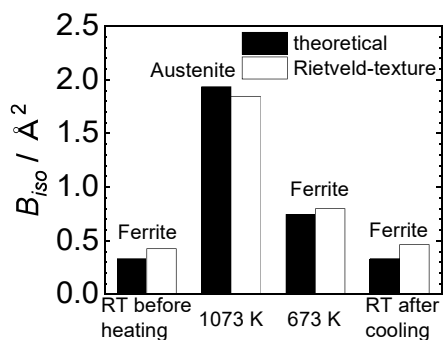


図 3 Fe の温度因子の理論値と測定値の比較。 図 4 鉄の B_{iso} によるセメンタイト相分率の変化。

積算時間の異なる回折パターンから B_{iso} を精密化した結果を図 5 に示す。積算時間が短くなると、 B_{iso} が大きくなる。高次回折の回折強度は低いため、積算時間が短くなると観測しにくくなる。図 6 は解析に用いた回折ピークの本数に対する相分率解析結果の変化である。なお、積算時間 1000 秒の回折パターンを用いた。Rietveld texture 解析からフェライトの B_{iso} を正しく見積もり、相分率を得るためには 11 本以上の回折ピークを検出し、解析に用いる必要があることが確認された。

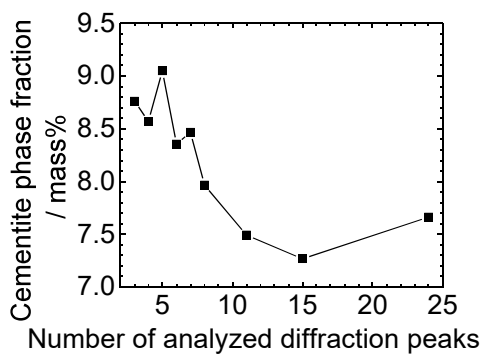
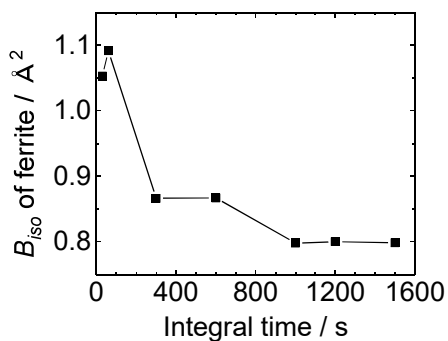


図 5 積算時間による B_{iso} の変化。

図 6 解析回折ピーク本数に対する相分率の変化。

4. 結論(Conclusions)

TOF 型中性子回折データに対して Rietveld texture 解析を行う際の等方性温度因子 B_{iso} のばらつきの影響、また、適切な B_{iso} を求めるために必要な回折指数領域を調査した結果、以下の知見が得られた。

(1)温度変化に伴う回折パターンの変化から相変態現象を確認できる。高温になるにつれ B_{iso} の増加による高次の回折ピーク強度の減衰が確認された。

(2)Rietveld texture 解析で精密化した B_{iso} 解析値は、 B_{iso} 理論値と概ね一致した。同じ中性子回折データに対して B_{iso} を変えて Rietveld texture 解析を行った結果、集合組織解析結果は B_{iso} の影響をほぼ受けないが、相分率解析結果は B_{iso} によって変化することが示された。

(3)フェライト相とセメントイト相が共存する回折パターンに対し相分率解析を行う場合、フェライト相の Fe 原子に対し、適切な B_{iso} 解析値を得る必要がある。そのためには低次回折から高次回折までのピークを 11 本以上観測する必要があることが確認された。