

SANSによる様々な金属中の析出相の解析

中性子産業利用推進協議会 金属材料研究会 佐々木宏和 (古河電気工業)

1. Introduction

中性子産業利用推進協議会における研究会の将来ビジョンとして、中性子利用のための実験施設・新規装置や解析手法を新規に提案・開発することで、新規産業分野の開拓や既存産業分野の飛躍に貢献することを掲げている。研究会の一つである金属材料研究会では、従来、金属材料に適応されてこなかった中性子の解析手法を金属の未知構造解析応用することを目指している。具体的には、中性子を用いた解析手法を用い、金属材料の機械的・化学的特性などのマクロ現象発現のメカニズムを微視的に解き明かし、新しいサイエンスに根差した金属材料開発に寄与し、これらの結果を各企業が製品開発に活用することを目的としている。しかしながら、中性子の各種解析手法は、全てが一般化しているとは言えないため、各企業が独自で解析ノウハウを構築することは容易ではない。そこで、金属材料研究会では、鉄鋼・非鉄金属分野の参画企業が試料を準備し、共同で中性子測定を行い、目的に応じた測定方法やデータ解析方法を検討することを計画した。今回、中性子小角散乱法に着目し、金属中の析出相の解析を実施した。本研究では、鉄鋼、アルミニウム、銅合金の3種類の金属を各企業が準備し、中性子小角散乱測定を行った。尚、本課題は神戸製鋼所、JFE スチール、日本製鉄、古河電気工業、豊橋技術科学大学で実施した。

2. Experiment

鉄鋼については、鉄鋼中のセメンタイト、V 添加鋼、Mo 添加鋼中の析出相の分析を実施した。アルミニウムについては、6000 系アルミニウム合金中の Mg-Si 析出相を測定した。銅合金については、コルソン合金中の Ni-Si 析出相及び Cu-Fe 合金中の Fe 析出相の測定を行った。それぞれの試料で、あらかじめ異なった析出条件で、様々な大きさ・形状の析出相を形成した材料を準備し、BL20 iMATERIA において、中性子小角散乱測定を行った。鉄鋼及び Cu-Fe 合金は、核散乱と磁気散乱分離のため、0.5T の永久磁石磁場ホルダを用いて測定した。また、ブラッグエッジによる影響を排除するため、ブラッグエッジ領域を含まない $4.5\sim 9.5\text{ \AA}$ の波長を用いて次元化を行った。

3. Results

鉄鋼試料については、小角検出器バンクで得られた二次元像について、ホルダの磁場方向に対し $0^\circ/180^\circ \pm 15^\circ$, $90^\circ/270^\circ \pm 15^\circ$ の角度範囲を積算して、次元プロファイルを求めた。Fig.1 に時効時間の異なる MoC 析出モデル鋼の核散乱成分の SANS プロファイルを示す。尚、これらのプロファイルは、核散乱成分を抽出するため、磁場印加方向の角度範囲から積算している。時効時間が長いほど、散乱強度が増加する傾向が得られ、析出量増加と対応した結果が得られた。溶体の散乱強度は時効試料とは異なる傾向を示し、残留オーステナイトによる散乱の影響が示唆される。

今後、絶対強度化と、散乱プロファイル解析により析出相サイズ分布などを求め、析出相の電解抽出結果や TEM 観察結果と比較検証を行う。一部の試料は JRR-3 でも中性子小角散乱測定を実施しており、そちらとの比較も今後行う。なお、2 検体については析出量が少なく散乱強度が他の $1/1000$ 程度で解析困難であったことから、厚みを $6\sim 8\text{ mm}$ にし、BL15 大観での測定を検討したい。また、一部の二次元画像は磁場に対して非対称な様相を示した(Fig.2)ことから、印加磁場が不十分であった可能性がある。こちらについても BL15 大観で、印加磁場 1T で測定を行い、比較検証を行いたい。

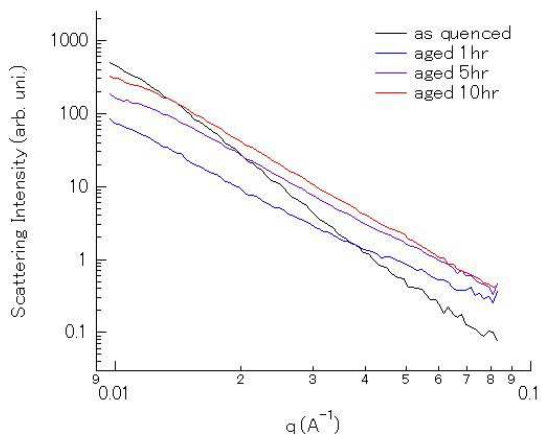


Fig.1 時効時間の異なる MoC 析出モデル鋼の散乱プロファイルの例

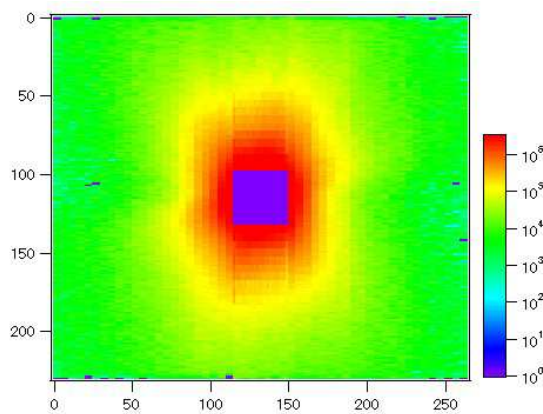


Fig.2 磁場が水平方向の磁場ホルダを用い取得した二次元プロファイルの例

Fig.3 には、Cu-Ni-Si 合金の SANS プロファイルを示す。溶体化材と比較して、時効熱処理した試料は、 $q = 0.03 \sim 0.1 \text{ \AA}^{-1}$ の領域にショルダーが確認された。この結果から、数 nm の Ni-Si 析出相が十分に析出していると考えられる。今後、この析出相からのショルダーを用いて、フィッティング解析を行い、析出相の大きさ、数密度、体積分率などを解析する。一方、Cu-Fe 合金については、明確なショルダーが得られなかった。その理由として、Fe 析出相が少なく、今回の測定時間では、バックグラウンドに埋もれた可能性がある。

次に Al-Mg-Si 合金の結果を Fig.4 に示す。溶体化材と比較して、ピーク時効材は $q = 0.03 \text{ \AA}^{-1}$ 以上の領域にショルダーが確認された。このショルダーは $q > 0.1 \text{ \AA}^{-1}$ の領域に続いているが、今回の測定では計測できなかったので、フィッティング解析することが困難である。尚、通常の SAXS では、Al 中の Mg_2Si 相の計測は困難ではあるが、今回の測定により SANS を用いれば Mg_2Si 析出相からの散乱を得られることが確認できた。

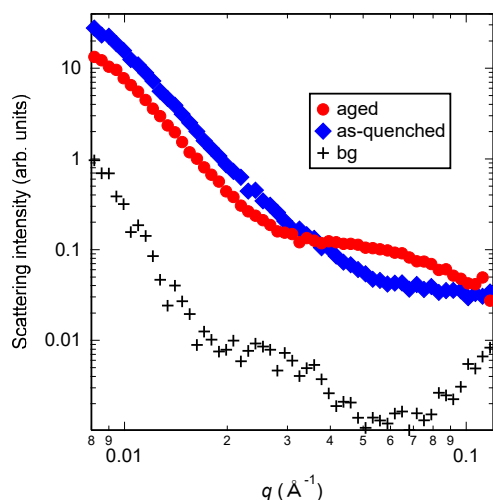


Fig.3 Cu-Ni-Si 合金の SANS プロファイル

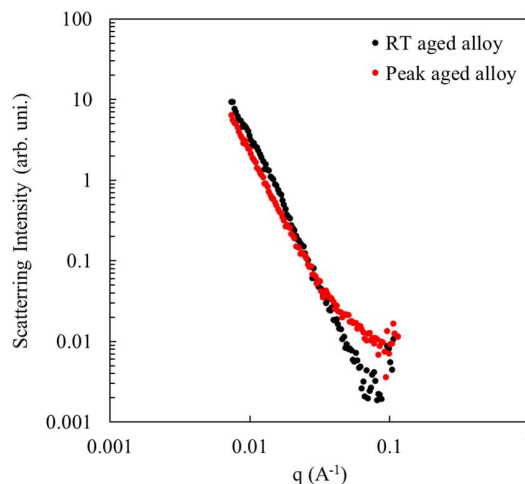


Fig.4 Al-Mg-Si 合金の SANS プロファイル

4. Conclusion

鉄鋼、アルミニウム、銅合金の 3 種類の金属について、中性子小角散乱を行い、それぞれ明瞭なプロファイルを得ることができた。十分なデータが得られた結果については、解析を進め、析出相のサイズ分布などを解析する。