 MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2016PM0001 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) 2016 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.

<p>1. 実験目的(Objectives of experiment)</p> <p>金属構造材の力学特性、破壊、さらに成形性などの巨視的な材料特性を支配するのはそれを構成する結晶構造であり、同時に結晶構造に由来した転位や集合組織などの微視的構造形成が材料機能を高度化(場合により低下)させる。つまり、結晶相分率、結晶のすべり変形する際に生じる転位形成と運動、またそれに伴う集合組織形成などの微細組織の発達を可能な限り定量的に把握し、力学特性と相関づけることが材料開発の指針となる。また、多くの金属材料は高温プロセスを経て作製されるが、従来の電子顕微鏡による微細組織観察は高温プロセス中にて行うことはなし得ていない。このため、実際の金属製造プロセスをシミュレートした実験系にて、直接に微細組織観察を行うことができれば、高温下での組織形成機構の解明につながると期待される。</p> <p>以上を踏まえ、金属材料における集合組織、相分率や転位などの金属組織要素について定量的な解析法を確立し、その応用研究を進めることを目的とする。また、これらの研究成果は関連する研究テーマとの連携も目指し、シンポジウムを開催することで、産官学のユーザーを啓蒙し、その波及効果により新材料開発および製品製造技術と製品信頼性向上への展開を目指す。</p>

2. 試料及び実験方法

Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

転位キャラクター解析を iMATERIA ビームラインに実現することを目指し、以下の研究を実施した。マルテンサイト鋼や多相組織を持つ金属材料に対し、中性子回折ラインプロファイルによる転位キャラクター解析を行うための基盤研究を行う。特に、金属材料への応用展開を図る場合、圧延材が最もポピュラーな加工材となるが、その組織形成は非等方的であり、圧延板方位により、粒径、結晶方位分布、残留応力、加工応力は全く異なる。このような非等方性がラインプロファイル解析に与える影響を調査することが、産学で開発される材料の解析基盤に不可欠である。そこで、二相ステンレス鋼 NAS64 (SUS329J4L) をモデル試料とし、ラインプロファイル解析に必要な測定、解析条件を検討した。

測定されるラインプロファイル解析は、装置由来ラインプロファイルに対し、試料由来ラインプロファイルのコンボリューションとして観測される。このため、装置由来ラインプロファイルが小さいほど、転位などの結晶欠陥の解析下限、および精度が向上する。iMATERIA ビームラインは分解能の高い BS バンクを持つことが特徴の一つである。この検出器バンクを利用したラインプロファイル解析を確立する。試料に用いた二相ステンレス鋼には冷間圧延（圧下率 21%）を加えた板状試料を準備した。板状試験片は長さ 65 mm、幅 8 mm、厚さ 1.5 mm とした。背面検出器バンクに対し、散乱ベクトルを ND（圧延板法線方向）、TD（圧延板幅方向）、RD（圧延方向）に対し平行にする場合、それぞれの方向を背面検出器バンク方向、つまり入射方向に向けることで測定できる。なお、ラインプロファイル解析には CMWP(Convolutional Multiple Whole Profile)法を利用した。結晶性由来のラインプロファイルと装置由来のラインプロファイルをコンボリューションした理論プロファイルを、実験プロファイルにフィッティングすることで、パラメーターを最適化する方法である。

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.

中性子回折測定により得られるラインプロファイルは、装置由来のラインプロファイルと結晶性由来したラインプロファイルのコンボリューションであるため、装置由来のラインプロファイルを定義する必要がある。そのため、純鉄 (bcc) 及び 316L ステンレス鋼 (fcc) の焼鈍材の中性子回折プロファイルを測定し、装置由来ラインプロファイルとした。装置由来ラインプロファイルの例として、図 1 にオーステナイト 200 回折に対し、装置由来ラインプロファイルと圧延材の回折との比較を示す。圧延材の回折幅が装置由来ラインプロファイルのそれより十分に大きく、良好な解析精度を提供できることを保証している。

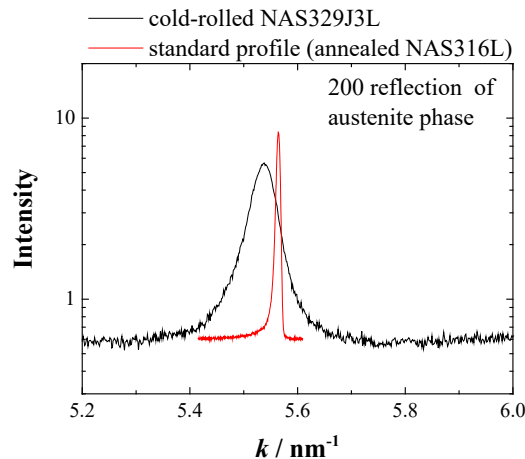


図 1 装置由来ラインプロファイル（赤線）と二相ステンレス鋼（圧下率：21%）のオーステナイト 200 回折（黒線）との比較。

解析の一例として、圧下率 21% の試料に対し、ND 方向で測定された回折ヒストグラムを図 2-1-2 に示す。

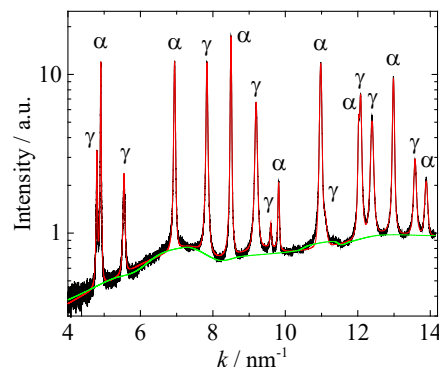


図 2-1-2 二相ステンレス鋼（圧下率：21%）の ND 方向における回折ヒストグラムとそれに対するラインプロファイルフィッティング結果。γ、α はそれぞれオーステナイト相、フェライト相を表す。

同図中に示すシミュレーションフィッティングによりオーステナイト相とフェライト相の転位密度、転位間相互作用の強さを表す転位配置パラメーター (M) が求められ、それぞれの相が示す強度予測が可能となった。

4. 結論(Conclusions)

iMATERIA ビームラインの高分解能中性子回折をもとに転位キャラクター解析に成功した。10 分程度の積算時間にて測定可能であるが、中性子源の強度が 1 MW に達した場合、本研究で開発した測定が 1 分以内に実現することも期待される。今後、集合組織解析と連携することで、金属組織解析を行う国内外の中性子施設の中でも際だった特徴を有する施設と位置づけることが期待される。