 MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2019BM0009 実験課題名(Title of experiment) TOF 型中性子回折を利用した圧延鋼板における集合組織成分による転位分布解析法の確立 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) 2020 年

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>鉄鋼の結晶方位制御は力学や磁気などの諸特性制御に不可欠である。結晶方位制御は主に圧延、再結晶プロセスによりなされるが、再結晶で形成される結晶方位は圧延プロセスで形成された集合組織に依存する。集合組織の分布は、圧延条件、合金組成により変化し、また、複数の集合組織成分をもつことが多い。再結晶は集合組織成分ごとに不均一に進行するが、その一因として集合組織成分ごとの転位密度の差異が影響していると考えられている。</p> <p>転位密度は X 線/中性子回折ラインプロファイル解析により精度良く評価可能である。一般的なラインプロファイル解析では組織内の転位密度が均一であると仮定している。したがって、集合組織成分ごとの転位密度を求めようとした場合、CMWP 法とは異なる解析アプローチが必要となる。</p> <p>転位密度を求める場合、同一結晶面に対する複数の回折、例えば 200、400 回折を測定すれば良い。その結果をもとに Warren-Averbach 法、または弾性定数補正を加えた Williamson-Hall 法にて転位密度を求めることができる。申請グループは X 線回折法により、圧延した純銅の 200-400 回折を測定し、集合組織成分ごとの転位密度を算出した実績がある。試料を回転、傾斜し、集合組織成分に対応する X 線回折を測定したが、試料傾斜によるデフォーカスの影響の解析補正は非常に煩雑であり、また、集合組織の弱い回折方位では 400 回折が微弱となり、測定に極めて長時間を要した。このため、X 線回折は特定の集合組織成分の評価は可能であるが、結晶方位が連続的に変化する集合組織成分の評価は不可能であった。</p> <p>一方、TOF 型中性子回折は X 線回折における課題を克服することができる。角度走査が必要ないため、一度に 200-400 回折を取得可能であり、微弱な 400 回折も比較的容易に測定できる。また、試料回転によるデフォーカスの影響を考慮する必要がない。そこで、本申請では TOF 型中性子回折を用い、集合組織成分による転位密度の分布を評価する測定法、解析法を確立する。その技術を用い、圧延鋼板における集合組織成分ごとの転位密度分布を評価することを目的とする。</p>
--

2. 試料及び実験方法

Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

2.1 試料 (sample(s))

純鉄および Fe-3%Si の圧延鋼板

2.2 実験方法(Experimental procedure)

圧延鋼板を中性子回折測定に供する際、複数枚切り出し重ねて測定する必要がある。測定試料は図 1 のように複数枚切り出す。その際、RD から TD 方向に対し切り出し方向を 15° ずつ傾けた試料を準備する。試料長手方向を iMATERIA の試料吊り上げ方向とする。中性子回折実験は試料を 10° ずつ回転し、中性子回折測定を行う。 15° ずつ傾けて切り出した試料を 10° ステップの回転を行った中性子回折測定することにより図 3 の極点図領域で測定が実施される。Rietveld-texture 解析による集合組織解析は BS, SE, LA バンクの回折データを用い、ラインプロファイル解析は SE バンクの中心部の検出器から得られる回折データを用いる。ラインプロファイル解析には 110-220、200-400、211-422 回折を用いた、また、ラインプロファイル解析は弾性定数補正を加えた Williamson-Hall 法により実施する。

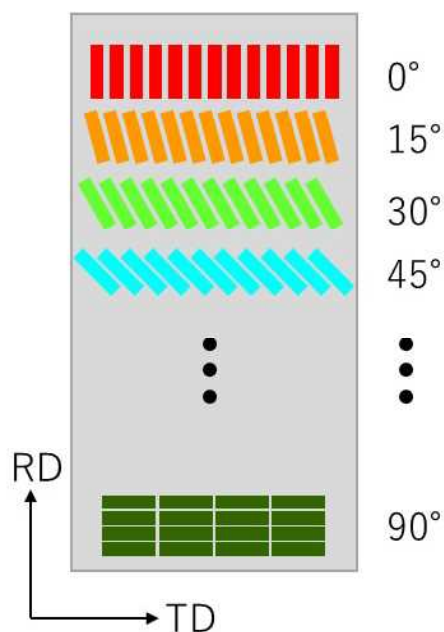


図 1 中性回折測定試料の圧延鋼板に対する切り出し方向。 15° ずつ傾けて試料を切り出す。

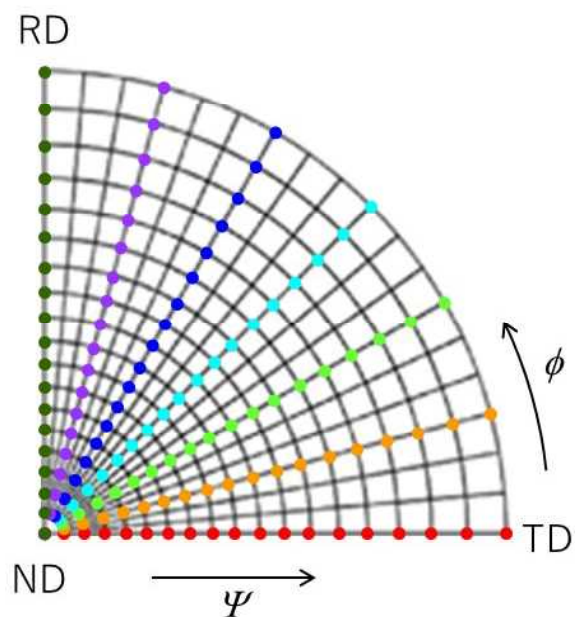


図 2 図 1 の各切り出し方向の試料に対し、長手方向を軸に 10° ステップで試料を回転し、ラインプロファイル解析用の中性子回折測定を実施。

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.

圧下率 98% の純鉄試料について、 $\psi=0\sim 90^\circ$ （ND—TD 方向）の 110、200、211 反射の半価幅の変化を図 1 に示す。この半価幅は NIST SRM660c の LaB_6 粉末の標準試料を用いた装置由来の半価幅の影響を除去している。 ψ 角により半価幅は明瞭に変化するが、集合組織による転位密度分布の存在を示唆する。 $\psi=0^\circ$ 近傍では 110 反射の半価幅より 200 反射の半価幅が小さい。本来 200 反射の半価幅は 110 反射の半価幅より大きくなるべきであるが、この関係と逆転している。この点もまた、集合組織成分による転位密度分布の存在を強く示唆している。

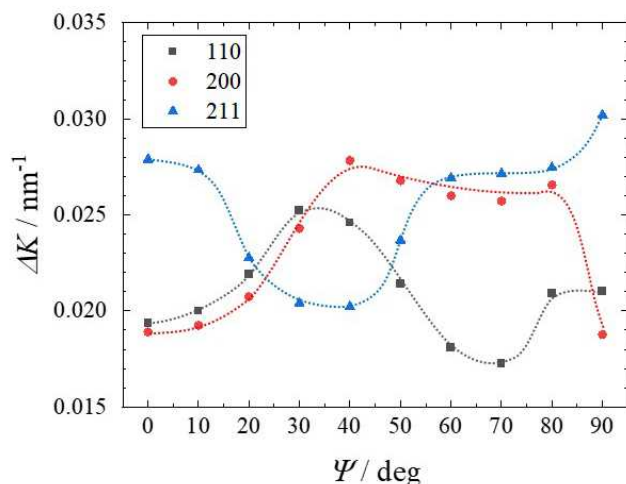


図 1 純鉄 98%CR 材の回折ピークの半価幅の ψ 依存性。

図 2 は圧下率 98% の純鉄試料について、 $\psi=0^\circ$ つまり ND 面の {110}, {100}, {211} に対する弾性異方性の影響を規格化した Williamson-Hall 解析結果である。{100}, {211} の勾配はほぼ等しく、それらの結晶粒を持つ集合組織成分の転位密度が同様であることが理解される。一方、{110} の勾配は {100}, {211} のそれより大きく、ミクロひずみが多い。つまり、転位密度が高いことが示唆される。図 1 の $\psi=0^\circ$ にて、110 反射の半価幅が 200 反射の半価幅より大きい現象、つまり一般的な半価幅の関係と矛盾する現象は、{100} と {110} の結晶粒の転位密度の違いによることが理解された。

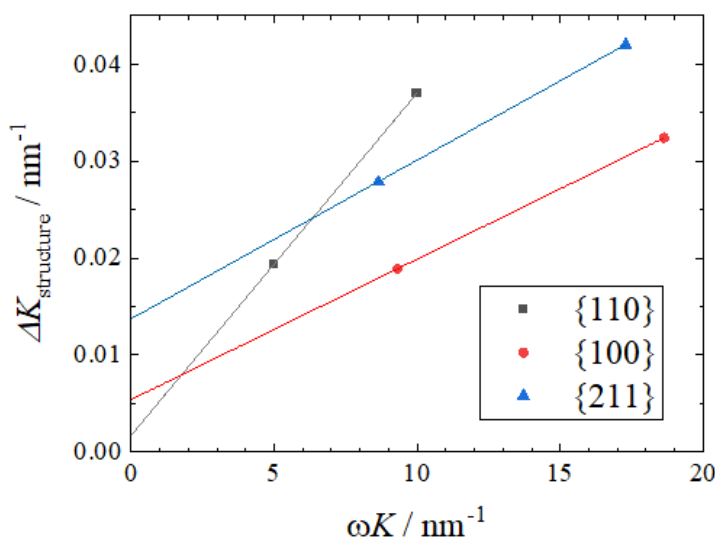


図 2 純鉄 98%CR 材の $\psi=0^\circ$ における {110}, {100}, {211} に対する弾性異方性の影響を規格化した Williamson-Hall 解析結果。

4. 結論(Conclusions)

集合組織成分ごとの転位密度解析を行うための測定法、解析法を構築することを目的とした。純鉄および Fe-3%Si 合金の冷間圧延鋼板に対し、試料を回転しつつ中性子回折測定を実施し、極点図上の観測点をカバーした。回折ピークの半価幅は試料回転に伴い、明瞭に変化し、集合組織成分ごとの転位密度の分布があることを確認することに成功した。また、同一結晶面に対する回折ペアを利用した Williamson-Hall 法による転位密度解析を実施することで、転位密度の違いを定量的に解析できることを示した。今後、全ての観測点での解析を進めることで、転位密度の極点図分布を得る予定である。