MLF Experimental Report

提出日(Date of Report)

2022/11/17

課題番号(Project No.)

2018PM0004

実験課題名(Title of experiment)

その場中性子回折による鉄鋼材料の変態集合組織形成機構の調査

実験責任者名(Name of principal investigator)

小貫祐介

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.)

iMATERIA BL20

実施日(Date of Experiment)

2017/4/1-2018/3/31

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)

金属材料の微細組織は、変形や熱処理を受けることで変化する。その変化の詳細を理解するためには変形中や熱処理中のその場観察が適している。試料内部まで透過する中性子線を用いたその場回折実験は、統計的パラメーターの動的変化測定に適しているが、高温での金属材料の測定データに対する解釈および解析方針について、他ビームラインでの実績を見渡しても、経験の蓄積は必ずしも大ではない。本研究ではモデル実験を行い、高温中性子回折実験の結果に対する解析指針を得ることを目的とした。

2. 試料及び実験方法

Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

2.1 試料 (sample(s))

本実験では試料としてS55C鋼と呼ばれる普通鋼を用いた。この鋼は加熱によりオーステナイトへ変態し、冷却により初晶フェライトとパーライトの混在する組織へ変態する。

2.2 実験方法(Experimental procedure)

試料を iMATERIEA の試料環境装置の一つである急速加熱冷却装置に取り付け、熱処理中その場回折実験を行った。1173 K まで加熱し、オーステナイト状態の測定を行った後、673 K へ冷却、しかる後に室温近傍まで冷却し、フェライト相については二つの温度での解析結果を比較した。

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.

あらゆる材料において、高温では回折強度は減衰する傾向にある。これは格子振動に由来するものであり、Rietveld 解析では温度因子と呼ばれる変数で表現される。とりわけ対称性の高い金属結晶の場合、等方性温度因子 Biso と呼ばれるただ一つの変数によって記述できる。温度上昇による回折強度減衰は回折指数依存性があるため、正確な温度因子同定のためには多数のピークを使用することが望ましいが、高次回折ピークの観察には測定時間を要する。これは測定時間と精度のトレードオフ関係を生む具体的事例の一つである。

Fig. 1 はこれを検証したものである。温度因子の値はフェライトのピークを 11 個以上 用いたときに一定値に収束する。これはおおむね文献で言われる値と一致する。セメンタイトとフェライトの相分率の決定は、両者の温度因子がもっともらしい値に収束したとき、平衡状態図から予測される分率に近づくことも明らかとなった。

文献

(1) 平野孝史, 小貫祐介, 星川晃範, 富田俊郎, 佐藤成男, "Rietveld texture 解析を用いた鉄鋼ミクロ組織評価における等方性温度因子の影響", X 線分析の進歩 147-156 (2020).

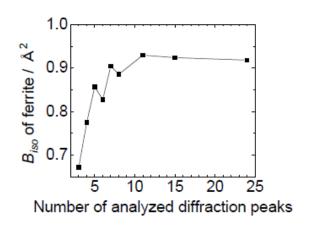


図 1 解析に使用するピーク数と解析により得られる温度因子の関係。

4. 結論(Cunclusions)

高温での鉄鋼材料に対する中性子回折実験を行う技術と解析に関する知見の蓄積に成功した。