 MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2017PM0005 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) 2017 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>先端高強度金属材料の塑性変形や強度特性の特性向上に、マルテンサイト変態を伴ったマイクロ組織現象が利用される。マルテンサイト変態は特定の結晶方位を持つ結晶粒で優先的に生じるため、このマイクロ組織現象の本質を知るには集合組織解析に基づく相変態現象の理解が不可欠となる。また、マルテンサイト変態と同時に転位増殖が生じるため、転位増殖と相変態現象との関わりを理解することも求められている。また、得られる知見を材料開発に有効活用するにはマイクロ組織形成素過程のモデリングが必要になる。</p> <p>上記の課題に対し、本研究では母相集合組織に対するマルテンサイト相それらマイクロ組織要素を同時に評価する中性子回折測定法を用い、加工誘起マルテンサイト組織解析スキームを構築することを目的とする。さらに、結晶方位と荷重方向の関係により選択的に生じるマルテンサイト変態をモデリングするためのシミュレーション技術の開発を行う。</p>

2. 試料及び実験方法

Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

2.1 試料 (sample(s))

試料には、冷間圧延を施した Co-29Cr-6Mo(mass%)合金[以下 CCM 合金]、Co-20Cr-15W-10Ni(mass%)合金[以下 CCW 合金]を使用した。この合金は FCC→HCP の加工誘起マルテンサイト変態が生じるが、合金組成により積層欠陥エネルギーが変化する。室温における積層欠陥エネルギーは、CCM 合金が約100 mJ·m⁻² であり、CCW 合金が約 60 mJ·m⁻² である。加工に伴う組織情報の変化を議論するため、それぞれの試料に対し冷間圧延により圧下率 0%、10%、20%、30%、40%を施した試料を用意した。試料の大きさは 3(RD)×4(ND)×15(TD) mm³ である。

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。中性子回折測定のパルスサイズは 20×20 mm²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。図 1 (a)に示すように iMATERIA では試料を囲むように BS (Back Scatter)、SE (Special Environment)、LA (Low Angle) バンクに検出器が配置されている。ラインプロファイル解析は高分解能の回折パターンが必要となる。分解能は回折角が大きいほど向上するため、ラインプロファイル解析に用いる回折パターンは背面散乱となる BS バンクの検出器を用いた。また、相分率と集合組織を求める Rietveld-texture (RTA) 解析においては各バンクの検出器を約 5° の立体角で分割し、図 1 (b)に示す 132 方位の極点図方位にて回折パターンを抽出した。なお、BS、SE、LA 検出器バンクで観測できる k ($= 1/d$ (d : 面間隔)) 領域は異なる。RTA に用いた k 領域はシングルフレームモードにて、BS、SE バンク : 4–25 nm⁻¹、LA バンク : 4–16.7 nm⁻¹である。RTA には MAUD プログラムを利用した。

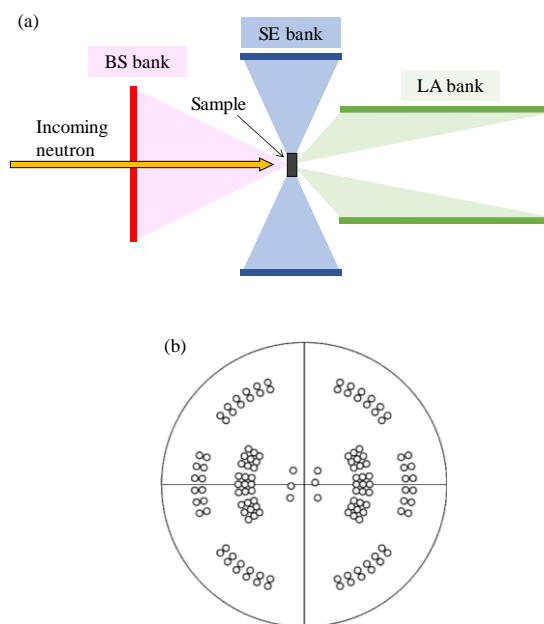


図 1 (a)iMATERIA の検出器群の模式図と(b)検出器を分割した際に観測される極点図方位。

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.

中性子回折による集合組織・相分率解析の有効性を検証するため、EBSD との比較検証を行った。CCW 合金の 10% 圧延材について、EBSD 測定と中性子回折から得られた FCC 相の {111} 極点図を図 1 示す。EBSD と中性子回折による極点図は基本的な傾向は一致している。ただし、EBSD の極点図ではスポット状の強度分布となっている。これは、集合組織の不連続性を示唆するが、通常の圧延材において集合組織が不連続となることは考えにくい。一方、中性子回折から得られた極点図では、強度分布の変化がスムーズであり、集合組織の特徴である連続性を正確に捉えている。

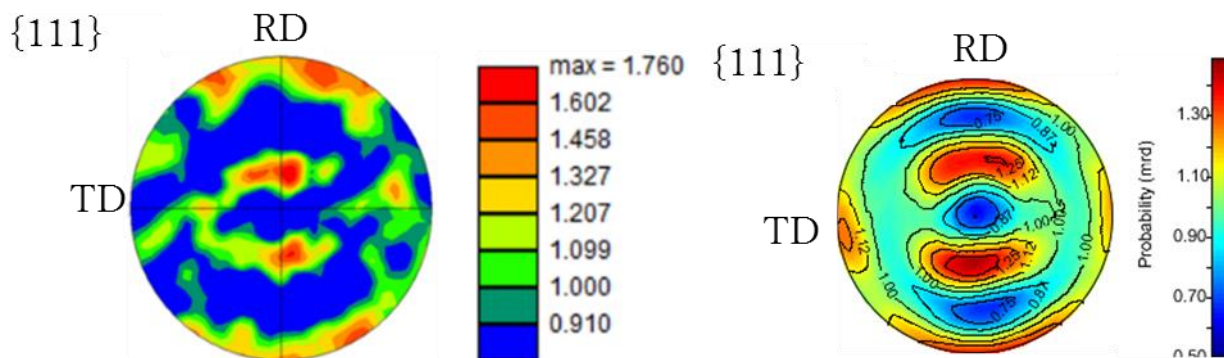


図 1 EBSD (左図) と中性子回折 (右図) による FCC- {111} 極点図 (CCW10% 圧延材)

積層欠陥エネルギーの異なる CCM 合金、CCW 合金について、冷間加工に伴う集合組織の発達の差を議論する。中性子回折データを用い、集合組織の発達を調査した。圧下率 40% の ODF 図を図 2 に示すが、両合金に差がないことを確認できる。

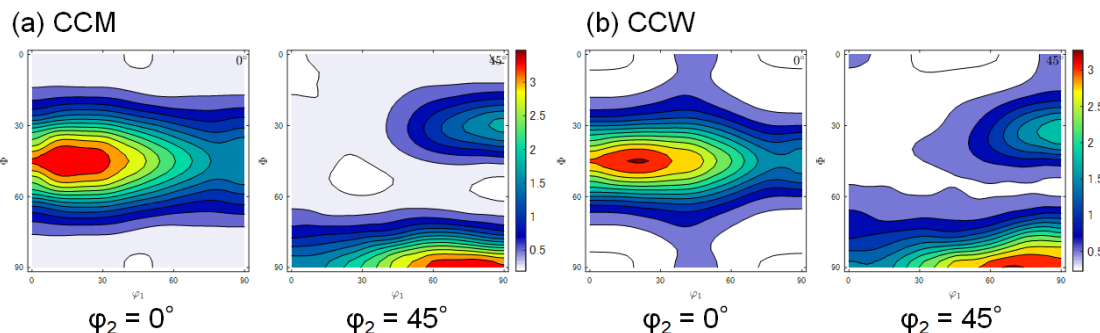


図 2 (a) CCM、(b) CCW 合金の 40% 圧下率における FCC 相の ODF 図

図 2 の集合組織形成メカニズムを理解するため、VPSC シミュレーションを行った。すべり変形のみを仮定した ODF 図では Copper 方位の強度が高いが、図 2 の強度分布とは異なる傾向が確認された。すべり変形と双晶変形を仮定した方位分布モデルが実験結果を良好に再現することが確認された。両合金は積層欠陥エネルギーが低いため、双晶変形による集合組織形成が進んだことを示唆している。ただし、両合金の積層欠陥エネルギーの違いにかかわらず集合組織に差がなく、双晶形成に対する積層欠陥エネルギーの影響は小さいと判断される。

4. 結論(Conclusions)

iMATERIA の回折計を利用することで集合組織形成、相変態、転位増殖の同時解析が実現した。これらマイクロ組織要素は従来個々の分析法から定性的に解析されることが多かったが、iMATERIA により、同時かつ、定量的に解析可能となった。この特徴を活かし、加工誘起マルテンサイト変態形成メカニズム解明を実現した。生体用 Co 合金の積層欠陥エネルギーによるマルテンサイト変態と集合組織形成への影響を明かにし、そこで生じる結晶粒回転を転位増殖と相関付けて議論することが可能となった。なお、本研究では中性子回折実験結果に対し、VPSC シミュレーションやラインプロファイル解析による転位モデルのシミュレーションを併用している。中性子回折の特徴は統計精度の高い定量データであり、それを有効に思量するにはシミュレーションが不可欠と言える。今後、シミュレーション技術の開発、応用がこの分野の進展に不可欠といえる。