

 茨城県 IBARAKI Prefectural Government MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2019AM0014 実験課題名(Title of experiment) 鉄鋼材料の中性子小角散乱測定(トライアルユース) 実験責任者名(Name of principal investigator) 石田 倫教 所属(Affiliation) JFE スチール株式会社	装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) BL20 iMATERIA 実施日(Date of Experiment) 2019/6

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>鉄鋼材料では、その特性向上のために nm レベルの析出物を分散させる技術がある。これまでに、小角散乱を用いることで、バルクままでの非破壊的な析出物の定量的サイズ・量の評価が期待できることが報告されている。鉄鋼材料中の析出物のうち、Nb を添加することで得られる NbC は、その散乱長が母相 Fe 相と近く、X 線でも中性子でも散乱長密度差が小さくなることが知られており、小角散乱法での評価が困難であり報告例は少ない。本実験では中性子の磁気散乱を用いることで、鉄鋼材料中の NbC の定量評価をできないか検討を行った。</p>
2. 試料及び実験方法
Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
2.1 試料 (sample(s))
<p>試料は Nb を適量添加した鋼で、溶体化処理後、熱間圧延を施したのち水冷した後、625 °C での保持時間を 0s~3600 s で変化させることで析出量を変化させたモデル試料を用いた。</p>
2.2 実験方法(Experimental procedure)
<p>実験は BL20 iMATERIA の小角散乱モード(500 kW 運転時)を用いて行った。ビームサイズを 8 mm 角とし、試料は 10 mm 角×3 mm 角に切り出したものを用いた。多重ブラッグ散乱の影響を除くため、波長 0.41 nm~1 nm の中性子のみを使用した。各測定は 1 h で行った。試料の磁気散乱と核散乱を分離するため、永久磁石ホルダーによる 0.5 T 磁場印可を行い、磁場印可方向から核散乱成分の散乱を、磁場印可方向の直交方向から磁気+核散乱成分の散乱を得た。</p>

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.

図 1 に本実験で得られた各試料の磁気+核散乱の測定結果を示す。保持時間の増加に伴い、high-Q 側での強度が上昇しており、NbC 由来の散乱強度を捉えられたと考えられる。ただし、これは磁気+核散乱の結果であり、磁気散乱単独のものではない。これは核散乱成分の散乱強度が極めて低く、磁気散乱+核散乱成分から核散乱成分を差し引くとデータのばらつきが大きくなり解析に支障が生じることが示唆されたためである。解析上は核散乱成分を BG として組み込むことで回避できるため大きな問題とはならないが、今後、装置の S/N の向上や出力の向上などでこのような課題も解決されることを期待する。

また、現状の iMATERIA での多重ブラッグ散乱の影響を回避した 0.41~1 nm の波長を用いた測定では、 $Q_{max}=1\text{nm}^{-1}$ が測定限界となっており、数 nm の析出物の散乱の全体を捉えることができていない。定量的な評価のためには、別途、より high-Q の測定を行い、広い Q 領域に対してプロファイル解析を行うことが必要である。

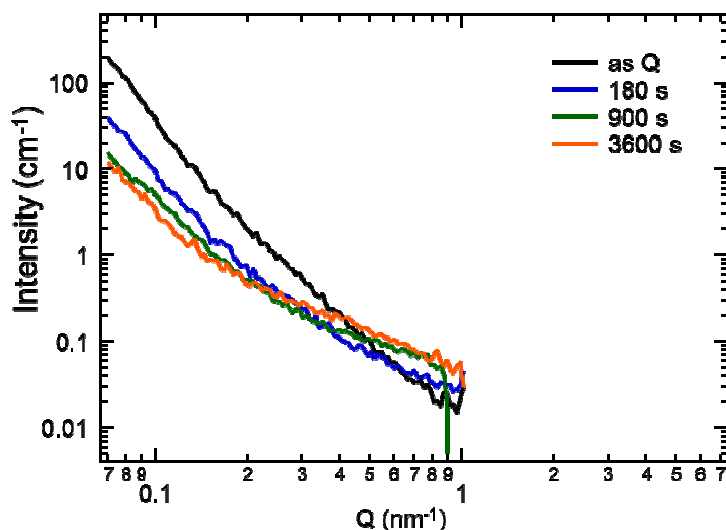


図 1 iMATERIA で得られた SANS 測定結果(核+磁気散乱)

4. 結論(Conclusions)

鉄鋼材料中の NbC の中性子小角散乱において、磁気散乱を用いてその定量評価を目指した。NbC 析出量を変化させた試料に対し、散乱強度の変化を確認でき、鋼中 NbC が評価できる可能性が示された。ただし、今後より広い Q 範囲での評価が課題である。また今回、時間内で測定を完了させることができなかったことから、追加実験を行う。

謝辞

本内容は国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託事業「革新的新構造材料等研究開発」の結果により得られたものである。