 茨城県 IBARAKI Prefectural Government MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2019AM0038 実験課題名(Title of experiment) Nb 添加鋼を中心とした鉄鋼関連材料の中性子小角散乱測定 実験責任者名(Name of principal investigator) 石田 倫敦 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) 2020/2

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ている。前回測定(2019AM0014)に引き続き、前回測定できなかった試料の測定を実施した。</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.

本実験では、前回実験（2019AM0014）時に測定できなかった試料の測定を行った。前回実験時には試料サイズが小さい場合に測定を失敗する事例があったことから、ホルダーサイズに合わせた 14.5 mm の試料を新たに作製し測定し、問題なく全試料から磁気+核散乱の散乱プロファイルを取得することができた。

図 1 に本実験で得られた測定結果の 1 つに対して、プロファイルフィッティングを行った結果を示す。高 Q 側は別途北大 iANS にて測定した結果を使用した。球状粒子を仮定した解析で、よく一致したフィッティングを行うことができ、その結果から析出量を見積もった。図 2 に、プロファイルフィッティングの結果から評価した析出量と、別途同試料で実施した抽出残渣分析から得たナノサイズ析出物の析出量定量的結果を比較した結果を示す。SANS 法と抽出残渣分析で、保持時間毎の傾向が一致した結果が得られており、磁気散乱を活用した中性子小角散乱法により鋼中なのサイズ NbC の定量評価の値が妥当であると考えられる。

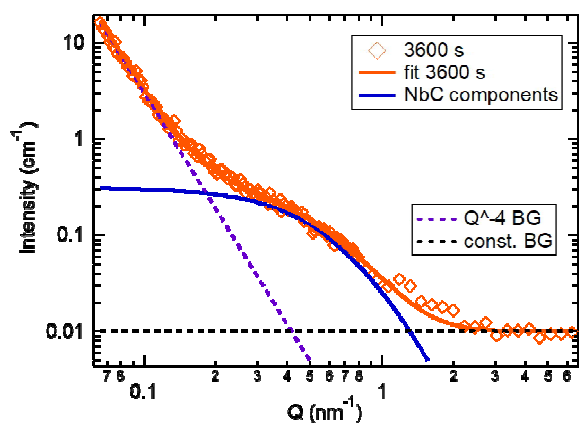


図 1 プロファイルフィッティング結果の例
(3600s 保持材の核+磁気散乱測定)

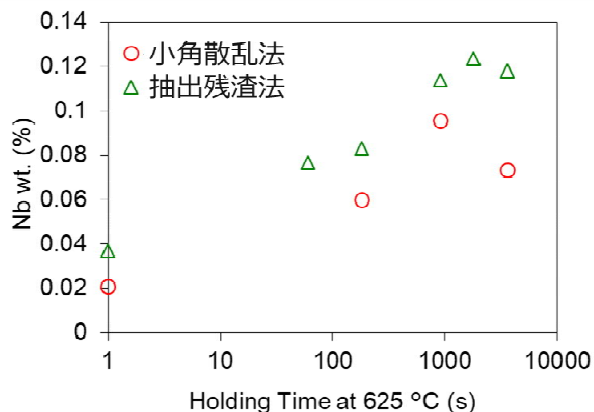


図 2 SANS 法で評価した析出量と
抽出残渣法で評価した析出量の比較

4. 結論(Conclusions)

鉄鋼材料中の NbC に対し、中性子小角散乱、特に磁気散乱を用いてその定量評価を目指した。熱処理条件を変えて NbC 析出量を変化させた試料から得た小角散乱の磁気散乱成分をプロファイルフィッティングし析出量を算出した。得られた析出量は抽出残渣分析で得た結果とよく一致し、磁気散乱を活用した小角散乱法で鋼中のナノサイズ NbC を定量評価可能なことが示された。

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す。