

令和 6 年 6 月 26 日現在

機関番号：82121

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2021～2023

課題番号：21K03784

研究課題名(和文) 磁石・鉄鋼材料の高磁場・高温熱処理過程の偏極中性子をもちいた相態変化のその場観察

研究課題名(英文) In-situ polarized neutron observation of magnets and steel materials during heat treatment at high field and high temperature

研究代表者

河村 幸彦 (Kawamura, Yukihiro)

一般財団法人総合科学研究機構・中性子科学センター・技師

研究者番号：30528071

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,500,000円

研究成果の概要(和文)：鉄鋼材料を高磁場で熱処理することで材料の特性が向上することが知られている。材料評価は熱処理後におこなわれるが、材料の特性は組織構造によってきまる。そしてその組織構造は熱処理中の構造変化によるため、用途に応じた高性能な材料を開発するには、熱処理中の構造変化をその場観測し、その材料に最も適した熱処理を行う事である。そのため、実際の熱処理を再現できる環境を整備し、中性子散乱実験により熱処理中の構造変化をその場観測した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

高性能な材料を開発するために、高磁場・高温における材料の構造変化を観測することは非常に重要で研究会などで鉄鋼メーカーから要望が寄せられていた。高性能な材料を開発することができれば、軽量化することができ、省エネルギー・省資源につながる。このような特殊環境下での材料評価は中性子だからこそ可能であるが、これまで同様の測定がされたことがない。そのため、本研究は材料開発をする上で重要な手段となる可能性がある。

研究成果の概要(英文)：It is well known that heat treating steel in a high magnetic field improves its properties. Usually, material evaluation is performed after heat treatment, and material properties are determined by microstructure. Therefore, in order to develop high-performance materials for specific applications, it is necessary to find optimal heat treatment conditions for materials by in-situ observation of microstructural changes during the heating process. Therefore, we prepared an environment that can reproduce actual heat treatment and observed structural changes during heat treatment in-situ by neutron scattering experiments.

研究分野：結晶構造解析、MEM解析、中性子散乱

キーワード：鉄鋼材料 高磁場・高温 熱処理 中性子小角散乱

様式 C-19、F-19-1 (共通)

1. 研究開始当初の背景

鉄鋼材料は焼き入れ、焼もどし、焼なまし、焼ならしといった熱処理をすることで、硬さ、柔らかさなどの材料特性が変化する。それは、結晶粒のサイズ、形状、配向、析出物などナノスケールサイズの組織構造に由来する。材料の使用目的に応じて、例えば自動車のシャーシなどは高い強度の材料が使用され、外板などは加工のしやすい(粘性の高い)材料が使用される。しかし、単純に強度のみを高くすると金属疲労などにより破断しやすくなる。また、粘性のみを高くすると強度が弱くなる。この強度と粘性はトレードオフの関係にあるが、両方の性質を向上することができれば、安全性の向上および軽量化により省資源・省エネルギーになる。

2013年から2022年度にかけて、自動車を中心とした輸送機器の軽量化にむけた技術開発を行う目的で新構造材料技術組合(ISMA)が設立され材料開発が行われた。また、二酸化炭素排出量の低減にむけて、鉄鋼メーカーが高炉から電炉への転換を本格的に検討するようになってきた。電炉は石炭からつくるコークスを使う高炉に比べて、二酸化炭素排出量が1/4に抑えられる。しかし、電炉では原材料として鉄スクラップが使用されるが、その中には不純物が多く含まれている。そこで、鋼材の品質を維持するために、添加物が入れている。

このように鉄鋼材料の材料特性の向上のために様々な研究が行われているが、近年、磁場中で熱処理をすると、組織構造の微細化が促進され、強度と粘性の両特性が向上するといわれている。

材料の特性評価は、熱処理後におこなわれるが、それを決定づけるのは材料の構造である。そして、その構造は熱処理過程の状態によって決定づけられるため、熱処理中の構造変化を観測することが非常に重要である。一般的には、熱処理後の組織構造は光学、電子顕微鏡などで観測されるが、高磁場・高温環境下中の材料の構造変化を直接観測することは困難である。しかし、透過能力の高い中性子を用いると試料環境機器中の材料の構造変化を観測することが可能になる。

2. 研究の目的

J-PARC MLF(物質・生命科学実験施設)のBL-15大観(中性子小角・広角散乱装置)は、中性子小角散乱プロファイルから結晶粒の大きさや、析出物の量といったマイクロサイズの組織構造を、広角検出器では粉末結晶構造散乱プロファイルから、結晶および磁気構造といったナノサイズの構造を観測することができる。そのため、高磁場・高温環境を整備することで、熱処理中の構造変化をその場観測することができる。熱処理中の構造変化を観測し、より高性能な鉄鋼材料の開発をするために、熱処理の最適条件探索の手法を確立する。

3. 研究の方法

BL-15大観には試料に高磁場を印加することのできる様々な試料環境機器がある。そこで1Teslaの磁場を印加できる電磁石と組み合わせて使用するレーザー加熱炉を開発した。そして2つの材料について昇温実験を行った。一つは高炭素鋼を700℃まで2℃/minで昇温中の構造変化を、もう一つは、添加物をまぜた合金を800℃まで急加熱したあと長時間保持し、その間の構造が変化を観測した。

4. 研究成果

本研究を行うために、1T電磁石と組み合わせて使用することのできるレーザー加熱装置を開発した(Fig. 1)。レーザー加熱装置は、レーザー発信源(制御盤)とレーザー加熱炉からなる。電磁石の試料スペースが非常に狭いので、発熱体や赤外線ランプを用いる一般的な加熱方式はとれない。そのため、レーザー発信源から光ファイバーでレーザー光(808nm)を伝送し、加熱炉上部からレーザー光2系統を導入する。ホモジナイザーでレーザーを14x7mmに成形、さらに誘電体薄膜ミラーで(入射角15度)反射させ14x14mmのレーザーを試料の両面から照射する。最大1000℃まで加熱することができる。試料は真空チャンバー下部から挿入し取り付ける(Fig. 2)。レーザー加熱炉は1T電磁石に挿入すると試料は磁場中心の位置になるように設計されている。中性子ビー

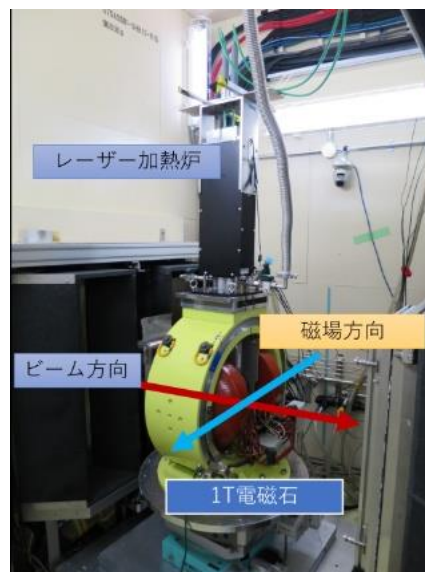
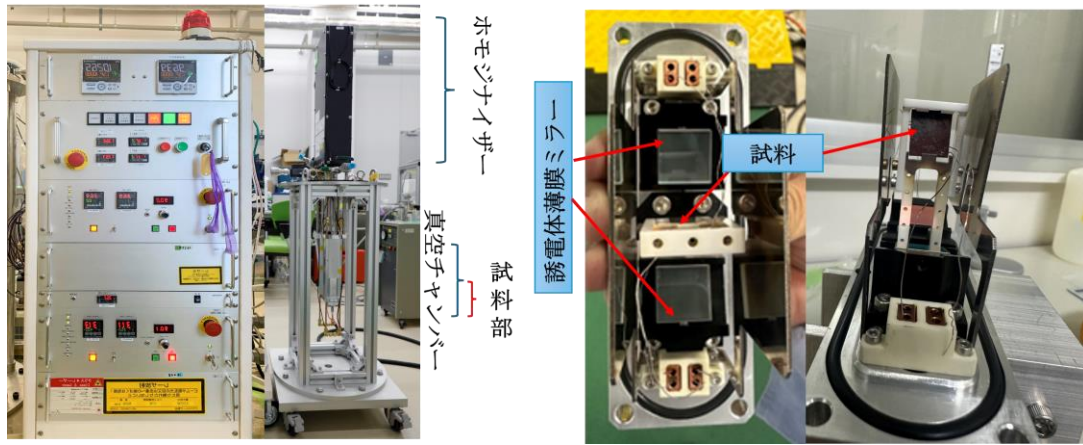


Fig.1 1Tesla 電磁石とレーザー加熱炉を用いた中性子小角散乱実験



レーザー発信源、レーザー加熱炉

試料部

Fig2. レーザー加熱装置概要

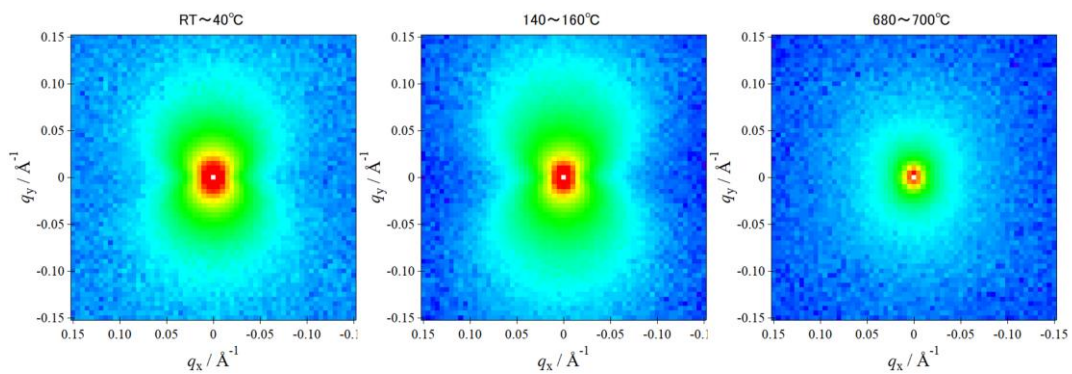


Fig.3 中性子小角散乱 2次元マップ

ムの方向と磁場の方向は Fig. 1 に示している。

Fig. 3 は高炭素鋼の昇温中の中性子小角散乱プロファイルを 2 次元マップでプロットしたものである。組織構造に由来する散乱は等方的に散乱されるが、磁気散乱は磁場に垂直な方向に散乱されるため、2 次元マップは 8 の字型になる。温度をあげていくと磁気散乱強度が強くなり、さらに高温でオーステナイトに相転移をすることで磁性が消失し磁気散乱が観測されなくなる。構造変化をより詳細に調べるために、この 2 次元データを水平方向と鉛直方向成分に分解して 1 次元プロファイルをプロットする。それをもとに、結晶粒の大きさ、析出物の量などを定量的に解析する。本研究は、熱処理過程の構造変化を詳細に調べるために、昇温中のデータを 10 分毎 (20°C 毎) に切り出し、そのデータをもとに熱処理過程における組織構造の変化を計算する。

BL-15 大観は、広範囲に検出器を備えているので、小角散乱だけでなく、粉末結晶回折パターンも観測できる。そのため、小角散乱プロファイルから得られる組織構造の変化の観測、同時に結晶構造の変化、磁気回折ピークの強度とピーク幅の変化から磁気構造やひずみ解析をすることができた。

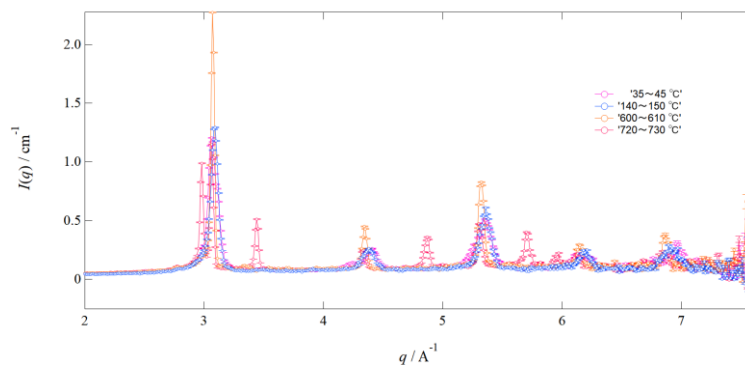


Fig4. 粉末結晶構造および磁気構造散乱パターン

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 1件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Yukihiko Kawamura, Kazuki Ohishi, Hiroshi Kira, Kousuke Hiroi, Shin-ichi Takata, and Jun-ichi Suzuki	4. 巻 Vol. 41
2. 論文標題 Development of Laser Heating System for SANS under High Magnetic Field and High Temperature	5. 発行年 2024年
3. 雑誌名 JPS Conference Proceedings	6. 最初と最後の頁 -
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.7566/JPSCP.41.011013	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

〔学会発表〕 計3件（うち招待講演 0件/うち国際学会 1件）

1. 発表者名 Y. Kawamura, K. Ohishi, J. Suzuki
2. 発表標題 Development of laser heating apparatuses for polarized SANS experiment under high magnetic field
3. 学会等名 11th International Workshop on Sample Environment at Scattering Facilities（国際学会）
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 河村幸彦、大石一城、吉良弘、鈴木淳市
2. 発表標題 中性子散乱実験用レーザー加熱装置の開発
3. 学会等名 第21回日本中性子科学会年会
4. 発表年 2021年～2022年

1. 発表者名 河村幸彦、大石一城、鈴木淳市
2. 発表標題 鉄鋼・磁石材料の高磁場・高温熱処理過程における中性子その場観測用レーザー加熱装置の開発
3. 学会等名 2021年度量子ビームサイエンスフェスタ
4. 発表年 2021年～2022年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究 分担者	鈴木 淳市 (Suzuki Jun-ichi) (40354899)	一般財団法人総合科学研究機構・中性子科学センター・主任 研究員 (82121)	
研究 分担者	大石 一城 (Ohishi Kazuki) (60414611)	一般財団法人総合科学研究機構・中性子科学センター・主任 研究員 (82121)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------