

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 5 月 17 日現在

機関番号：82110

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2014～2015

課題番号：26600146

研究課題名(和文)大強度・高分解能パルス中性子による転位構造評価技術の開発

研究課題名(英文)The development of the dislocation evaluation method by high-intensity, high-resolution pulsed neutron

研究代表者

Stefanus Harjo (HARJO, Stefanus)

国立研究開発法人日本原子力研究開発機構・原子力科学研究部門 J-PARCセンター・研究主幹

研究者番号：40391263

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,800,000円

研究成果の概要(和文)：大強度・高分解能の飛行時間法中性子回折の転位評価技術を開発し金属材料の変形機構解明に役立つ転位情報の抽出に挑んだ。本研究では、変形によって回折プロファイルの幅と形状が大きく伴うラスマルテンサイト鋼を注目の試料として用いて、2種類の方法で変形中の転位評価を行い比較検討した。ピーク幅を利用したプロファイル分離法では裾を無視したため正しい転位評価結果が得られず、全プロファイル形状の畳み込み法では信頼できる転位密度のみでなく転位配列に関する情報まで得られ、変形初期段階での大きな加工硬化の原因が明らかにできた。本転位評価法の確立によって、他金属材料の変形及び熱処理に伴う組織変化の解明にも繋がった。

研究成果の概要(英文)：We challenged to establish a dislocation evaluation technique for the time-of-flight neutron diffraction with high-intensity-resolution, which was needed to elucidate the microstructure effects on deformation mechanisms of metallic materials. In this study, we focused on a lath martensitic steel because it showed large changes in width and shape of diffraction profiles during deformation, and carried out dislocation evaluations using two kinds of methods. The evaluation using the profile separation method based on the peak width gave possibly un-correct results because of ignoring the profile tails. The evaluation using the convolution method of whole profile gave reliable dislocation density results and also information of dislocation arrangement which was related to the large work hardening at the beginning of deformation. The establishment of dislocation evaluation technique led also to the elucidation of microstructure changes associated with deformation of other materials.

研究分野：量子ビーム科学

キーワード：中性子回折 飛行時間法 転位密度 転位配列 強度 その場測定

1. 研究開始当初の背景

中性子線は高い物体への透過能を有するため、強度の高い J-PARC の MLF パルス中性子源に設置した飛行時間法中性子回折装置を用いれば、金属材料のバルク状態での変形及び機能発現機構の解明だけでなく、加工熱処理中等のその場測定ができるようになりつつある。また、海外中性子施設ではほとんどできなかった、条件を止めることなく連続的な実験が可能になった。回折線から取り出せる情報は、弾性ひずみ（回折線位置）、転位（回折線幅）、集合組織（回折線強度）および相比（又は相変態；回折線強度）であるが、転位の情報以外はすでに様々な研究で使われていた。ほとんどの場合飛行時間法中性子回折実験では、国内だけでなく海外のパルス中性子施設においても転位解析はまだ行われておらず、材料強度に関する弾性ひずみへもたらず転位に関する情報等は予測に過ぎなかった。

2. 研究の目的

本研究では、大強度・高分解能パルス中性子を利用して、飛行時間法での転位評価法を開発し、様々な金属材料の変形機構および機能発現機構の解明と組織制御の理解に役立つ転位評価法の確立に挑んだ。

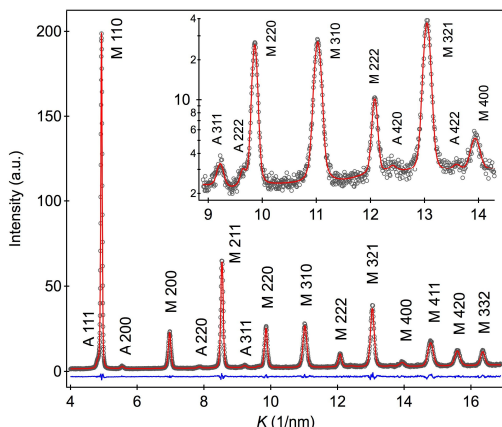


図 1 CMWP フィットしたラスマルテンサイト鋼のパターン

3. 研究の方法

2 種類の転位評価法であるプロファイル分離法およびプロファイル畳み込み法の適用とそれぞれの結果の妥当性を、それらの方法の専門家の指導を受けながら予備実験を行い比較検討する。そして、最適な方法を選び、転位評価のための支援ソフトウェアを開発した。

開発に用いた試料は特異な変形挙動を示すラスマルテンサイト鋼（焼き入れた 22SiMn2TiB 鋼）を用いた。ラスマルテンサイト鋼の引張変形試験中の中性子回折パターンをその場実験で測定し、転位評価をピーク半値幅（FWHM）によるプロファイル分離法でまず行い、プロファイル畳み込み法（Convolutional Multiple Whole Profile

(CMWP) フィット法) を用いた解析も行い比較検討を行った。図 1 に CMWP フィット法で解析したラスマルテンサイト鋼のパターンの例を示す。装置由来のプロファイルを測定パターンに畳み込むことでピーク幅だけでなく裾の部分を含めた全プロファイルをフィットすることができた。

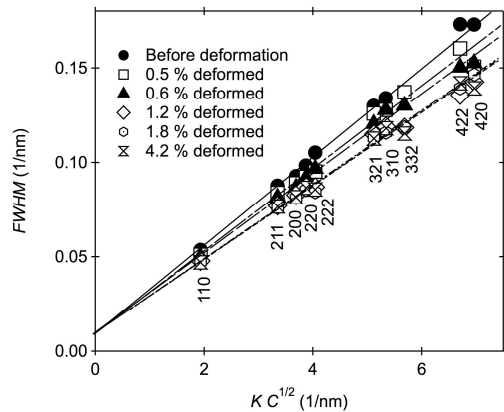


図 2 ラスマルテンサイト鋼の変形に伴う修正 W-H プロット

4. 研究成果

実験で得られたラスマルテンサイト鋼の中性子回折パターンの hkl ピークの FWHM を求めて、修正 Williamson-Hall (W-H) プロットしたものを図 2 に示す。FWHM の値は従来型 W-H プロットにも用いたが、ばらつきが大きかった。マイクロひずみの異方性を表すコントラストファクター (C) を取り入れた修正 W-H プロットでは、ばらつきを小さくすることができた。W-H プロットでは K (格子面間隔の逆数) 又は $KC^{0.5}$ に対する FWHM の変化の傾きから転位密度を求めた。図 2 に示すように、ラスマルテンサイト鋼において W-H の傾きが変形の増加とともに小さくなり、転位密度が減少することを表した。しかしながら、これらの変形範囲では大きな加工硬化が観察されたため、転位密度の減少との関係を説明するできなかった。FWHM を用いた場合のプロファイル分離法では、裾の形状を無視したため正しく転位評価はできない。プロファイルの形状は幅部と裾部から構成されているため、裾を含めたプロファイル解析は必要である。特に、結晶子サイズや転位の配列を含んだ格子欠陥の変化は裾に大きな形状変化をもたらす。また、FWHM を基づいた転位評価の物理的な理論もない。

CMWP フィット法解析で得られた転位密度及びパラメータ M の結果を図 3 に示す。CMWP フィットではピークトップから裾までの全プロファイルを解析したため、正確な転位評価を行うことができた。ラスマルテンサイト鋼の転位密度は初期状態（変形前）では 10 の 15 乗オーダーで非常に高く、引張変形を加えると転位密度の増加がみられたがその増加量は小さかった。これらの結果は走査透過型電子顕微鏡 (STEM) で観察した結果と一致した。

一方、パラメータ M は転位の配列を表すパラメータである。M>>1 の場合は転位がランダムに分布し転位同士の相関関係がないことを表し、M<1 の場合は転位同士の相関関係が大きくダイポールの関係を持つことを表す。図2の結果は、変形前では相関関係のない転位が変形とともに相関関係が大きくなったことを示唆する。

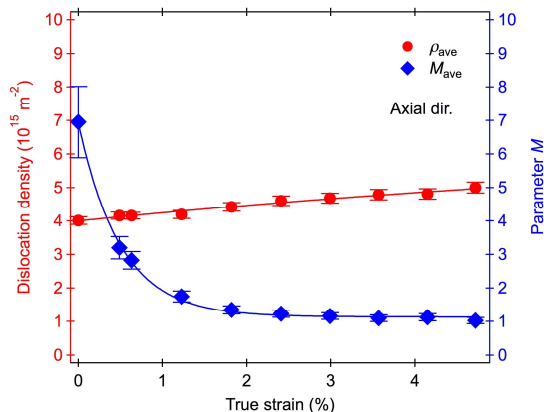


図3 ラスマルテンサイト鋼の変形に伴う転位密度及びパラメータ M の変化

転位密度 () と加工硬化 () の関係は Taylor 式で説明されている。ここで、 α 、 μ と b はそれぞれ 係数、剛性率及びバーガスベクトルである。式(1)の 係数は多くの文献では一定であると仮定されているが、その値は同材料にもかかわらず文献によって異なる。したがって、 係数は変化する可能性があると考えた。図2の転位密度の結果を用いて式(1)の 係数を計算すると変形前では小さく、変形とともに大きくなり、転位運動の応力場が大きくなったと考えられる。計算された 係数の逆数は、パラメータ M の変化傾向と非常に一致し、転位同士の相関関係が大きくなったことによって転位運動の応力場が大きくなったと関連付けられた。

$$\Delta\sigma = \alpha \mu b \sqrt{\rho} \quad (1)$$

また、本研究で用いたラスマルテンサイト鋼の回折プロファイルが変形とともに非対称になり、ラスの異なるパケットによる変形異方性が存在する可能性を発見した。拡大した200回折ピークの例を図4に示す。CMWP フィット法による解析から、すべり方向がラス方向と平行なパケット (SC) では変形とともに転位密度が減少しそれによって軟化し、すべり方向がラスを横断するパケット (HC) では転位密度が大きく増加しそれによって硬化したことを明らかにすることができた。

以上で説明したように、CMWP フィット法による飛行時間法中性子回折の転位評価法を確立することに成功した。本手法はラスマルテンサイト鋼の変形機構の解明だけでなく、すでに他の金属材料の変形及び熱処理に伴う組織変化を明らかにするために応用した [主な発表論文等の1、5、13]。

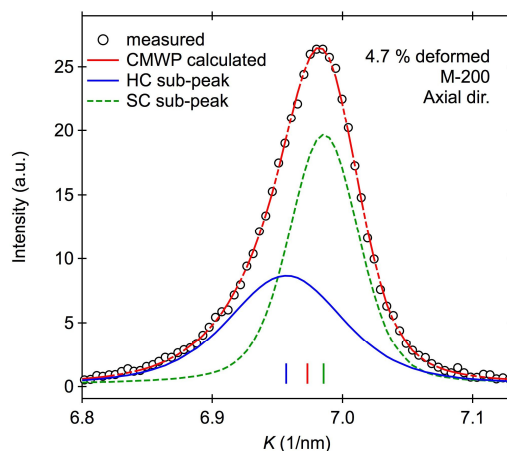


図4 ラスマルテンサイト鋼の拡大した200回折ピーク

謝辞：本研究を実施するにあたり、友田陽教授 (茨城大学、現:NIMS)、UNGAR, Tamas 教授 (Eotvos 大学)及び佐藤茂男教授(茨城大学)より多くのご指導をいただいた。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 3 件)

1. W. Gong, Y. Tomota, S. Harjo, Y. H. Su, K. Aizawa, Effect of prior martensite on bainite transformation in nanobainite steel, Acta Materialia 85 (2015) 243-249, 査読有, <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2014.11.029>
2. T. Kawasaki, S. Harjo, W. Gong, K. Aizawa, T. Iwahashi, Z. Shi, J. Li, Y. Tomota, T. Ungár, Dislocation Characteristics of Martensitic Steel Studied by In-Situ Neutron Diffraction Experiment, JPS Conf. Proc. 8 (2015) 031009, 査読有, <http://dx.doi.org/10.7566/JSPSCP.8.031009>
3. 土田紀之、ステファヌス ハルヨ、大貫貴久、友田陽、鉄鋼材料の応力-ひずみ曲線 (解説)、鉄と鋼、100 (2014) 1191-1206, 査読有

〔学会発表〕(計 13 件)

1. 佐藤こずえ、佐藤成男、加藤倫彬、友田陽、Stefanus Harjo、轟秀和、齋藤洋一、我妻和明、鈴木茂、二相ステンレス鋼の475脆化のミクロ組織特徴解明に向けた中性子ラインプロファイル解析、日本鉄鋼協会第171回春季講演大会、2016年3月23-25日、東京理科大学葛飾キャンパス(東京都葛飾区)。
2. S. Harjo, T. Kawasaki, Y. Tomota, A. Shibata, N. Tsuji, K. Aizawa,

- Dislocation Monitoring during Deformation and New Sample Environment Device for Engineering Studies, The 15th Japan-Korea Meeting on Neutron Science, 6-8 Jan. 2016, Hotel Nongshim, Busan, Korea.
3. S. Harjo, T. Kawasaki, Y. Tomota, W. Gong, K. Aizawa, Unusual Plastic Deformation Behavior in Lath Martensitic Steel Containing High Dislocation Density, 8th International Conference on Mechanical Stress Evaluation by Neutron and Synchrotron Radiation, 30 Sept.-2 Oct. 2015, Minatec, Grenoble, France.
 4. T. Ungar, P.J. Szabo, S. Harjo, Long Range Internal Stresses in Lath Martensite Steels, 8th International Conference on Mechanical Stress Evaluation by Neutron and Synchrotron Radiation, 30 Sept.-2 Oct. 2015, Minatec, Grenoble, France.
 5. ハルヨ ステファヌス、相澤一也、川崎卓郎、中性子を用いた工学材料の内部応力及び金属組織の研究、日本分析化学会 第 64 年会 (招待講演) 2015 年 9 月 9-11 日、九州大学伊都キャンパス (福岡県福岡市)。
 6. S. Harjo, T. Kawasaki, W. Gong, Y. Tomota, K. Aizawa, Dislocation characteristics in lath martensitic steel by neutron diffraction, 6th European Conference on Neutron Scattering, 30 August - 4 Sept. 2015, the Auditorio de Zaragoza, Zaragoza, Spain.
 7. S. Harjo, K. Aizawa, T. Kawasaki, Neutron Diffractometer for Research on Strength of Materials at J-PARC, 17th International Conference on the Strength of Materials, 9-14 August 2015, Brno Convention and Exhibition Centre, Brno, Czech Rep.
 8. ハルヨ ステファヌス、川崎卓郎、ゴンウー、友田陽、Z.M. Shi、相澤一也、中性子回折によるマルテンサイト鋼の変形中の転位組織の変化、日本鉄鋼協会第 169 回春季講演大会、2015 年 3 月 18-20 日、東京大学 駒場 キャンパス (東京都目黒区)。
 9. ハルヨ ステファヌス、川崎卓郎、友田陽、ゴンウー、相澤一也、焼入れマルテンサイト鋼の塑性変形に伴う転位密度・組織の変化、物構研サイエンスフェスタ 2014、2015 年 3 月 17-18 日、つくば国際会議場 (茨城県つくば市)。
 10. S. Harjo, Trials of In-situ Materials Processing at TAKUMI, ESS

Science Symposium 2014 “Future Engineering Diffraction Research in Materials Processing and Testing” (招待講演), 17-18 Nov. 2014, Vila Lanna, Prague, Czech Rep.

11. T. Kawasaki, S. Harjo, W. Gong, K. Aizawa, T. Iwahashi, Z. Shi, J. Li, Y. Tomota, T. Ungár, Dislocation Characteristics of Martensitic Steel Studied by In-Situ Neutron Diffraction Experiment, The 2nd International Symposium on Science at J-PARC, 13-15 July 2014, つくば国際会議場 (茨城県つくば市)。
12. S. Harjo, T. Kawasaki, W. Gong, K. Aizawa, T. Iwahashi, Metastable Austenitic Steel Deformation at Low Temperature, The 2nd International Symposium on Science at J-PARC, 13-15 July 2014, つくば国際会議場 (茨城県つくば市)。
13. S. Harjo, S. Kubota, Y. Tomota, K. Aizawa, Cyclic Tension-Compression Loading of Ductile Cast Irons, 9th European Conference of Residual Stresses, 7-10 July 2014, University of Technology of Troyes, Troyes, France.

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕
出願状況 (計 0 件)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

Stefanus Harjo (HARJO, Stefanus)
国立研究開発法人日本原子力研究開発機構・原子力科学研究部門 J - P A R C センター・研究主幹
研究者番号：4 0 3 9 1 2 6 3

(2)

連携研究者

川崎卓郎 (KAWASAKI, Takuro)
国立研究開発法人日本原子力研究開発機構・原子力科学研究部門 J - P A R C センター・研究員
研究者番号：2 0 6 2 6 3 6 1