 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 2009年7月22日
	装置責任者 Name of responsible person Kazuya Aizawa
課題番号 Project No. 2008A0022	装置名 Name of Instrument/(BL No.) Engineering materials diffractometer BL-19
実験課題名 Title of experiment Time slice structure analysis for microstructure evolution during processing of advanced materials	実施日 Date of Experiment Feb. 24-28 (net 4 days)
実験責任者名 Name of principal investigator Yo Tomota	
所属 Affiliation Ibaraki University	

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.

試料は実験室(NIMS)溶解で作製した高炭素鋼で、化学組成(wt%)は下記のものであった。

Element	C	Si	Mn	Cr	Al	Co	Mo
Content	0.79	1.51	1.98	0.98	1.06	1.58	0.24

熱膨張試料 (5 × 5 × 30 mm) を作製し、オーステナイト化処理の後、焼入れした。

2. 実験方法及び結果 (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 method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

実験方法:

スーパーベイナイト鋼の変態挙動を研究した。熱膨張測定を行いながら、試料を 900°Cまで加熱した後、200~400°Cの温度で恒温保持して、回折プロファイルを測定した。図1に測定状況を示す。測定は、中性子ビームがしばしば中断した以外は、順調に安全に実施できた。予備実験として、先に JRR-3 の RESA で角度分散法にて測定を行った(Koo et al., Scripta mater. to appear (available at web.-site)。飛行時間法で熱膨張測定と同時測定を行ったのは、本実験が世界で最初と思われる。

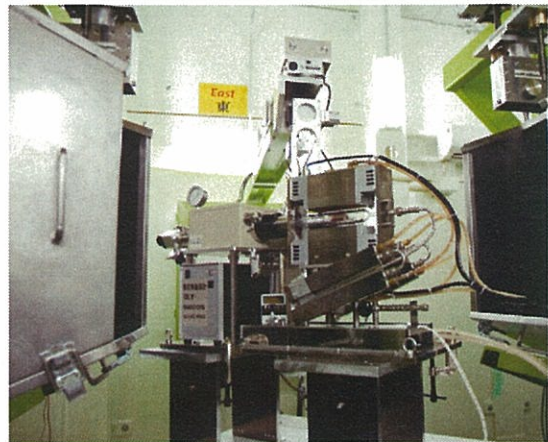


図1 熱膨張・中性子回折同時測定実験

実験はプログラム制御で行ったので、中性子ビームの中断時のデータが飛んでしまった以外は、順調に実験を行うことができた。多数の回折ピークをリートベルト解析により一括処理して、引張変形中の個々の構成相の挙動を調べたいが、まだソフトが使えないので、シングルピーク解析のみに留まっている。試料の2方向から同時測定した結果が RESA の場合と異なり、集合組織への考慮を含めて、質の高いデータになっている。

2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

実験結果:

図2に熱膨張測定結果例を示す。試料は 900°Cまで加熱された後、急冷され恒温保持中に試料長さが一定になった後にベイナイト変態に伴う膨張を示している。この膨張量から変態速度を研究するのが従来の方法であった。ここでは、同時に中性子回折プロフィールを測定しているので、構成相の回折ピークからも相変態挙動を調べることができる。

中性子回折プロフィールの時分割測定例を図3に示す。900°Cで組織は完全にオーステナイト単相(fcc)になったことがわかり、その後に 300°Cになっても依然として単相で、過冷オーステナイト状態を再現できている。図2の熱膨張曲線と対応して、bccの回折ピークが現れ始め、ベイナイト変態が進行する様子を追うことができる。放射光を用いた最近の研究で、変態前にオーステナイト回折ピークがスプリットするので炭素濃度の揺らぎが起こるといふ報告があり、続いて高精度の測定ではそのようなスプリットは検出されないと結論され混乱気味であった。先の RESA による実験と同様に、本実験結果でも変態前のオーステナイトピークの変化は認められない。しかし、変態が進むと、大きく幅広がりがあり、低炭素領域と高炭素領域が生じたことが推定される。スーパーベイナイト鋼においては Si が添加され炭化物の析出が抑制されているので、薄いベイナイトラスが生成すると炭素を吐き出すため、炭素濃度の濃い残留オーステナイトが隣接した層状組織が生まれる。これに対して未変態域のオーステナイトの炭素濃度は試料平均値なので、変態域と未変態域の炭素濃度が異なるわけである。このような挙動が明瞭に捉えられた。ここまでは既存の報告の再検証であるが、本結果からは新たに集合組織の影響が考察できる。両バンクの測定結果はほぼ同じなので、この試料に関しては集合組織の影響は小さい。リートベルト解析がまだできないので、精度の高い構成相体積率を算出できていないが、追って可能になる点も本実験の強みである。変態に伴う内部応力(相応力)の大きさも検討できる見込みである。結晶構造の変化、内部応力、転位密度などのナノサイズ以下の情報が得られたので、小角散乱で取得した結果から生成物(ベイナイト)のサイズ分布の変化と組み合わせると、総合的な変態速度論を展開できると期待される。

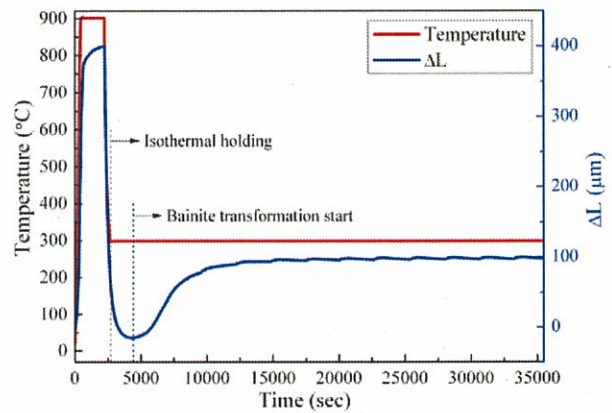


図2 実験温度スケジュールと試料サイズ変化(熱膨張・収縮)の測定例

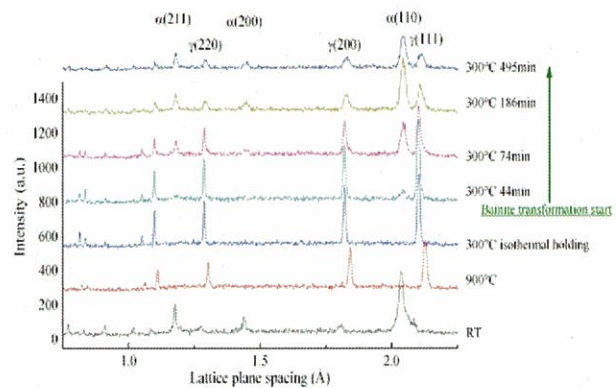


図3 時分割測定による回折プロフィールの変化例 (Northバンク)

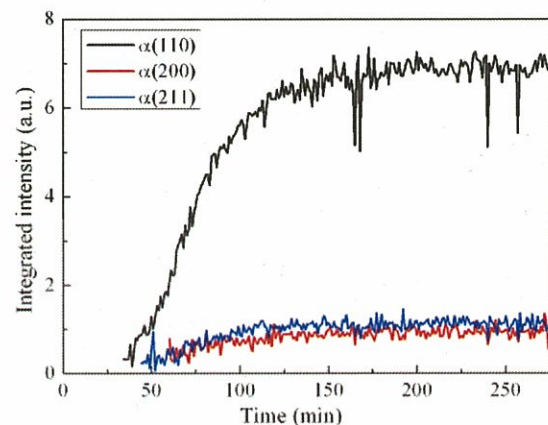


図4 ベイナイト変態に伴う各 hkl 面の積分強度変化