

# 工業材料の介在物、キャビティ及び第2相粒子 定量測定法の開発

利用者 今瀬肇<sup>1</sup>、大沼正人<sup>2</sup>、韋富高<sup>2</sup>、津崎兼彰<sup>2</sup>、友田陽<sup>3</sup>  
 所属 <sup>1</sup>茨城県企画部、<sup>2</sup>(独)物質・材料研究機構、<sup>3</sup>茨城大学

## 1. はじめに

鉄鋼材料をはじめとする構造材料は2種類以上の異なる相を含む複相材料であることが多く、その複相組織がどのような平均スケールと量で分布しているかは材料特性を決定する重要なパラメータである。電子顕微鏡をはじめとする種々の直接観察法による微細組織のキャラクタリゼーションでは構造体を構成するような大きな領域の平均スケールを高精度で得ることは困難である。これに対して、金属材料に対して大きな透過力を有し、数nm~数mmのスケール領域を逆空間情報として与える中性子小角散乱法は大領域の平均スケール評価に最適な手法のひとつである。本研究課題では、現在、金属材料研究において必要とされているミクロンスケールの介在物、ナノスケールの析出物および析出物界面への軽元素の偏析などの評価を研究課題とした。

これらのうち今回のトライアルユースで行なった研究は鉄鋼材料中のナノ析出物による水素トラップサイトの検討である。鉄鋼中にわずかに存在する水素は応力集中部、表面あるいは結晶粒界に偏析し、脆性破壊の原因となる。この水素脆性は、特に高強度鉄鋼材料において大きな問題となっており、その抑制対策としてナノスケールで分散した炭化物に水素をトラップさせ、脆性破壊の起点となる場所へ移動可能な水素量を低減する研究が物材機構で行なわれてきた[1]。各種の検討結果から水素のトラップサイトとしてナノ炭化物の界面への偏析が有力視されつつある。しかしながら水素の直接観察はいずれの手法においても困難であるため、界面偏析がプロファイル形状の変化として観測される中性子小角散乱法により水素トラップサイトの検討を試みた。

## 2. 実験方法

試料は97.56wt%Fe-0.05wt%C-0.39wt%Nb-2.0wt%Ni合金を1350 で15分間の溶体化処理を行なった試料を600 および700 でそれぞれ3時間の熱処理を行ない、ナノスケールのNbC相を分散析出させたものである。これに電解チャージ法により水素をそれぞれ9wtppm、4wtppm程度までチャージした合金とチャージしていない合金の4種類を測定した。中性子散乱測定は日本原子力研究機構SANS-Jを用い、カメラ長3m、室温、1T磁場中で測定した。水素チャージ試料は水素の脱離を抑えるために測定前後は液体窒素中に保管した。測定中にはある程度の脱離が進行すると考えられる。測定後に残留水素量を分析した結果はそれぞれ6wtppm、2wtppmであった。

## 3. 実験結果

実験結果を図1(a)に示す。試料は強磁性であるため、磁区構造を反映した磁気散乱が出現する。これは微細構造と必ずしも一致しないため、微細構造を直接反映した核散乱と磁気散乱を分離する必要がある。このため測定は飽和磁場 (~0.2T) 以上の磁場(1T)を印加して測定した。この結果、印加磁場に平行な方向には核散乱のみの寄与が出現し、垂直な方向では核散乱に加え、磁気散乱の寄与が最大となる。このため、図中では平行方向をnuclear (核散乱の意味)、垂直方向をnuclear + magnetic (核散乱+磁気散乱の意味)として表示した。図1(a)に示した通り、観測q範囲全領域で水素チャージ量が多い600 熱処理合金はチャージしていない試料に比べて大きな強度を示した。

図1(b)に600 熱処理材の水素チャージ材と非チャージ材の散乱強度の差のプロファイルを示す。このように散乱強度の差にはq依存性が見られ、水素(H)による非干渉性散乱起源では説明できない。両方向での差がほとんどないことから核散乱起源であることも推測される。これらのことから、水素偏析によるプロファイル変化を捉えている可能性が高い。チャージ量が少ない700 試料では差が不明瞭であるものの、水素チャージ材においてhigh-q側で強度が高い傾向が見られた。

今回の実験では水素チャージ材と非チャージ材をそれぞれ別の試料で測定した。今後は同一試料で水素チャージ状態での測定と脱利後の測定を行ない、この観測結果の検証を行なう予定である。

文献：F.G. Wei & K. Tsuzaki Metal.& Mater. Trans., 37A(2006), 331-353

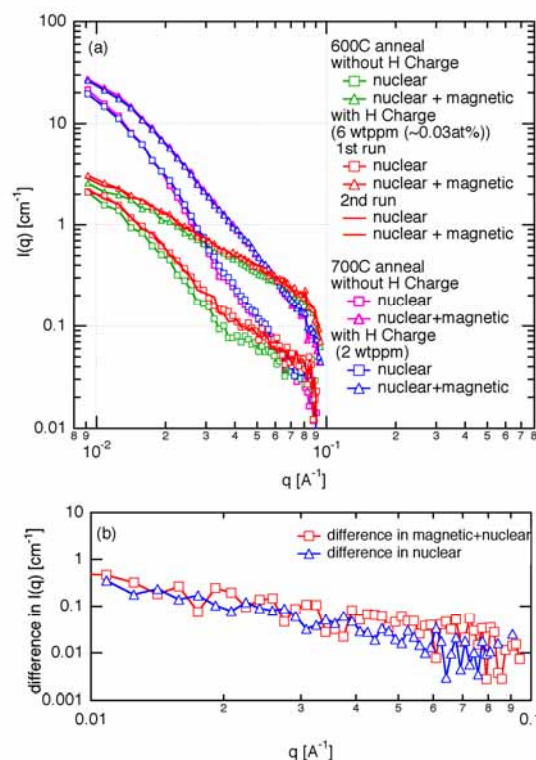


図1 (a)600および700 で熱処理したNbCを含む合金の中性子小角散乱プロファイル (b)600 熱処理を行なった水素チャージ材と非チャージ材の差のプロファイル