

材料強度とミクロ組織因子の 定量的関係の解明

利用者 今瀬 肇¹、龍福 進²、鈴木徹也³、友田 陽³
 所属 1茨城県企画部、2株式会社VIC、3茨城大学

背景

材料の機械的性質はミクロ組織に敏感に依存する。したがって、組織制御による高強度化をめざす材料製造メーカーや使用時の予期せぬ破壊事故を防止したい各種企業にとっては、材料のミクロ組織を定量的に把握することがきわめて重要な技術課題である。現在は、顕微鏡観察やX線回折法が利用されているが、サンプリング数を増やし多大な時間と労力をかけてデータを採取し代表的値を推定する必要がある。中性子ビーム実験でセンチメートル・オーダーの試料もしくは実製品を対象にして回折プロファイルを取得し、適切なプロファイル解析を行うことができれば、転位密度、結晶粒サイズ、集合組織等のミクロ組織因子について定量的な測定ができる。現在、そのようなプロファイル解析技術は我が国の中性子回折実験装置に対して開発されていない。そこで、茨城県中性子利用促進研究会・環境調和型材料開発研究会では、種々なニーズを有する企業から測定試料を提供してもらい、主として原子力研究機構・茨城大学メンバーで測定を行い、民間ソフト会社においてユーザーフレンドリーな解析ソフトを開発するという3者による共同研究を進めている。図1にプロファイル解析によるミクロ組織因子定量化法の概要を示す。

解析方法の理論的検討と並行して、これに適した中性子測定手法を確立する必要がある。本トライアルユース実験においては、基本的解析指針を株式会社ヴィジブルインフォメーションセンターと茨城大学で考え、生産現場のニーズとして住友金属工業株式会社に超高強度伸線ワイヤーの試料を準備してもらい、解析ソフトの開発に必要なデータを実験によって取得した。

実験試料および方法

実験には超高強度鋼線を用いた。現在、自動車用タイヤに使われるスチールコードは車体軽量化のための高強度化が企業間で激しい競争の下に進められ、4 GPaクラスが市販されるようになった。実験室的には5 GPaを超える工業材料のチャンピオン強度を示すワイヤが得られているが、使用にあたってのねじり変形に対する縦割れ（デラミネーション）が高強度化の阻害要因となっている。そこでは、中性子回折によって得られる伸線加工に伴うミクロ組織因子の定量測定や結晶粒単位の内部応力測定は新材料開発のブレークスルーをもたらす可能性が高いと期待されている。実験には原子力研究開発機構の残留応力測定装置 RESA を用いて、図2に示すように角度分散法で行った。1.5 mmの線径のパーライト鋼を0.2 mmまで伸線加工した（真ひずみ4.0）。化学組成は0.82C, 0.23Si, 0.72Mn, 0.008P, 0.009S (mass%)の過共析鋼である。この伸線材を直径5 mm程度に束ね、測定面が伸線方向と垂直となるように中性子回折測定を行った。

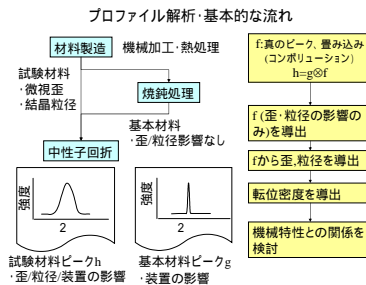


図1 プロファイル解析の概要と手順

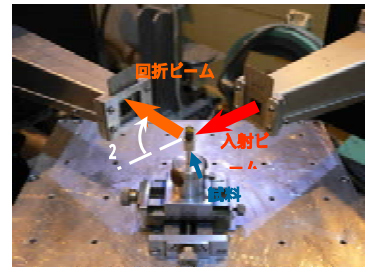


図2 高強度ワイヤ束の中性子回折測定の様子



図3 開発ソフトによるプロファイル解析例

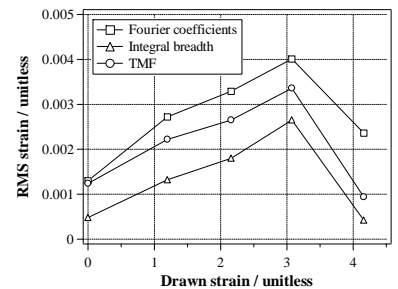


図4 プロファイル解析による転位密度変化

結果および考察

回折プロファイルの解析例を図3に示す。図1で説明したように、基本プロファイルと被試験試料のプロファイルをそれぞれフィッティングした結果である。(1)積分幅法、(2)フーリエ係数法、および最近提案されている(3)Transformed model fitting法により解析した。伸線加工の進行に伴う転位密度と粒径（セルサイズ）の変化は図4のようになった。

ここで注目される点は、加工ひずみが増加するに伴い、粒径は減少するが転位密度は最初増加した後で若干低下することである。これは、先にチェコ核物理研究所で行った結果の再確認であり、解析手法によって傾向は同じであるが、値が異なる点を今後検討する必要がある。このような定量的なデータは透過電子顕微鏡観察などでは得ることができない。この結果によれば、強化機構が変化している可能性があり、材料開発指針に大きな影響を与える。精を高めるために解析過程を調べたところ、バックグラウンドの決定に人為的操作が入ることなく自動的に妥当な処理がされるべきであると考えられた。そのために従来より広い角度範囲で測定して検したところ、図5に示すように、問題があることがわかり、計算ルーチンを変更してさらに妥当と思われるプログラムに改訂した。すなわち、従来はピーク関数と直線バックグラウンドを足し合わせたモデル式で測定値を最小二乗法フィッティングして、ピークとバックグラウンドの決定を同時に行っていた。図3に示すように本実験により取得した測定データを基に従来の手法でバックグラウンドを決定するとピンクの線となり、明らかに測定値より下回っている。今後、この測定解析ツールが企業における材料研究に利用されることが望まれる。

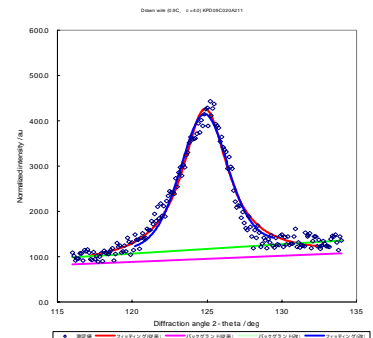


図5 バックグラウンド決定法の検討