

平成 26 年度工学系共通経費による顕彰と研究助成 成果報告書

所 属	材料工学専攻
研究者 (ふりがな)	宮澤 知孝 (みやざわ とまたか)
タイトル	放射光 X 線その場測定手法を用いた析出粒子を含む超微細粒組織の熱的安定性の評価
助 成 名	新任助教研究助成
採択金額	1, 0 0 0 千円
研究の背景	<p>巨大ひずみ加工法によって作製される超微細粒材料は加工硬化と結晶粒微細化強化によって強度が飛躍的に増大するが、転位や結晶粒界といった多量の欠陥が導入されているため、その熱的安定性は低下する。例えば Cu であれば、融点の 1/3 以下の 150°C 程度の温度でも回復によって転位密度が減少し、結晶粒の成長も起きるため、材料強度は著しく低下する。このような問題に対して、超微細粒材料の熱的安定性を高める方策の一つとして超微細粒組織に析出物を分散させる方法が提案されている。微細析出粒子は転位や結晶粒界が移動するときの障害物となるため、回復や結晶粒の粗大化を抑制するとされている。しかし、熱処理によって析出粒子は成長・粗大化するため、転位や結晶粒界の障害物としての効果が低下する。特に超微細粒と析出物を組み合わせた組織では、熱処理によって回復や結晶粒の粗大化、析出物の成長が複合して発生し、その変化過程を正確に知ることは困難である。そこで本研究では、大型放射光施設 SPring-8 の放射光 X 線を用いたその場分析手法に着目した。放射光 X 線を用いた透過 X 線回折測定では結晶子サイズや転位密度の評価、小角散乱測定では析出物(介在物)のサイズや体積率の評価が可能である。これらの測定を複合し、さらに加熱環境下で行うことで、微細組織の変化を動的かつ多角的に捉えることができる。本研究では X 線回折と小角散乱測定を組み合わせた新しいその場同時分析手法によって Cu-Co-Fe 合金超微細粒材料の焼鈍中その場測定を実施し、析出粒子が分散した超微細粒組織の組織変化を調査した。</p>
結果と考察	<p>本研究では Cu-1.13 at%Co-1.02 at%Fe 合金を供試材として用いた。Cu-Co-Fe 合金母材より直径 6 mm、長さ 40 mm の丸棒を切り出し、1323 K、2 h での溶体化処理後、973 K、0.5 h の時効処理を施した。その後、時効試料に液体窒素中で深冷処理を施し、析出した Co-Fe 粒子を fcc から bcc へと変態させた。結晶粒の微細化には ECAP(Equal Channel Angular Pressing)加工を用いた。bcc Co-Fe 粒子を分散させた試料を直径 10 mm、長さ 60 mm の純 Cu に埋め込み Route B_Cにて 4 回の加工を行い、同試料より直径 3 mm、厚さ 200 μm の円盤を用意し、その場測定用試験片とした。その場 X 線回折および小角散乱同時測定の実験は SPring-8 BL46XU にて実施した。同ビームライン第 1 ハッチに設置されている Huber 多軸回折計に試料ステージおよび 1 次元検出器 六連装 MYTHEN を取り付け、透過配置での回折測定系を、回折計後方に真空パスおよび二次元検出器 PILATUS 300K を設置し、小角散乱測定系をそれぞれ構築した。各測定系では回折角 2θ が 7–38° の範囲で、また散乱ベクトル q が 0.15–1.20 nm⁻¹ の範囲で測定できるように試験片-検出器間距離(カメラ長)を調整している。試験片の加熱には Anton Paar 社の DHS1100 を使用し、Ar ガスフロー下で 773 K まで昇温後(10 K/min.)、5 h の等温焼鈍を施した。試験片焼鈍中に回折プロファイルと散乱パターンの測定を繰り返し行うことで、焼鈍中時分割回折および散乱測定を実施した。使用した X 線のエネルギーは 30 keV である。</p> <p>時分割回折測定によって得られた試験片焼鈍に伴う回折プロファイル変化を Fig. 1 に、時分割小角散乱測定によって得られた散乱プロファイルの変化を Fig. 2 にそれぞれ示す。回折プロファイルと散乱プロファイルどちらも焼鈍による変化が捉えられている。時分割回折プロファイルを Halder-Wagner 法によって解析し、結晶子サイズと転位密度を評価した[1]。Fig. 3 に焼鈍時間に対して結晶子サイズと転位密度をプロットした図を示す。Fig. 3 より加熱開始と同時に転位密度の低下が起きていることがわかる。特に昇温過程においては結晶子サイズの変化はほとんど起きていないが、転位密度の低下は明らかである。これは、転位の消滅による回復が結晶粒の粗大化より先行して起きていることを示唆している。時分割散乱プロファイルの解析では、各プロファイル中に見られるコブ(ショルダー)が bcc Co-Fe 析出粒子からの散乱であることから、local monodisperse approximation による散乱強度式よりフィッティングを行い、粒子のサイズを評価した[2]。Fig. 4 に焼鈍時間に対して析出粒子の半径をプロットした図を示す。焼鈍開始直後は析出粒子半径に変化は見られないが、温度が 300°C に達したところで成長しはじめることがわかる。このことから析出粒子の成長は転位の回復よりも遅く、結晶粒の粗大化よりも早いタイミングで始まることを示唆している。</p> <p>[1] N. C. Halder, C. N. Wagner, <i>Adv. X-ray Anal.</i>, 9(1966), 91-102. [2] J. S. Pedersen, <i>Adv. Colloid Interfac. Soc.</i>, 70(1997), 171-210.</p>

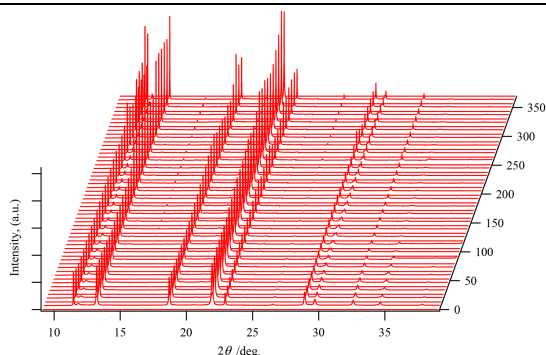


Fig. 1 焼鈍中時分割 X 線回折プロファイル

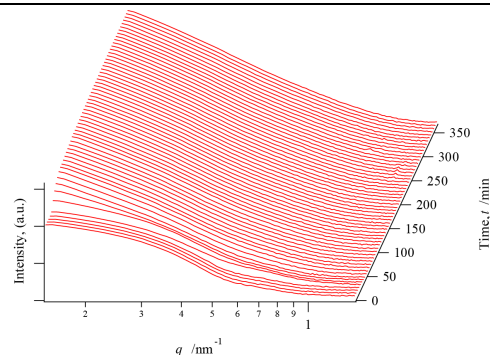


Fig. 2 焼鈍中時分割小角散乱プロファイル

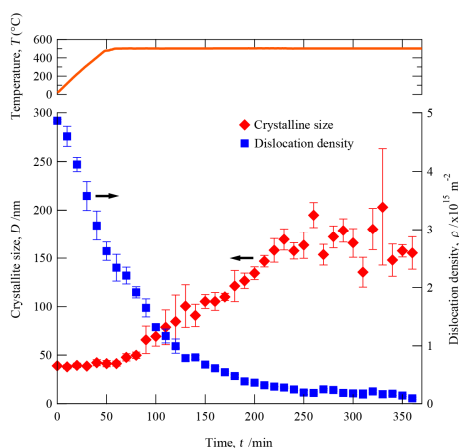


Fig. 3 焼鈍時間に対する結晶子サイズおよび転位密度、温度の変化

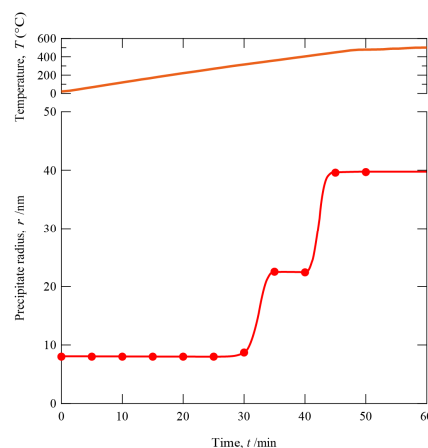


Fig. 4 焼鈍時間に対する析出粒子半径と温度の変化

結論と今後の課題

大型放射光施設 SPring-8 BL46XU にて、その場 X 線回折および小角散乱同時測定法を用いて Cu-Co-Fe 合金超微細粒材料の焼鈍による組織変化をその場観察した。その結果、転位の減少は加熱開始と同時に始まるが、結晶粒の粗大化と析出粒子の成長は遅れて発生することが明らかとなった。今後の課題として、分散した析出粒子が超微細粒組織の熱的安定性に与える影響についてより詳細な議論を行うには、電子顕微鏡によって微細組織を観察し、X 線によるその場観察の結果との比較が必要となる。

使用内訳書

費目	内訳	金額
備品 1	電気炉	441 千円
備品 2	なし	0 千円
消耗品	ヒューリンクス ソフトウェア等	316 千円
旅費	日本金属学会等	180 千円
その他	SPring-8 共同課題に関する誓約事項に記載された消耗品費等	63 千円
合計		1,000 千円

記入上の注意：

備品は、品名ごとに記入。

差額が生じた場合は、消耗品で調整。

消耗品を購入しなかった場合は、経費の差額と補填した予算科目名を合計額の内訳欄に記入。