パルス中性子を用いた日本刀 製造過程試料の結晶組織変化の研究

堀元紀¹⁾、田中眞奈子²⁾、山﨑淳¹⁾、渡辺賢一¹⁾、鬼柳善明¹⁾、瓜谷章¹⁾ 名大工¹⁾、東京芸大²⁾









日本刀の材料特性と製造工程の一例



[1]引用:河内國平、真鍋昌生:刀匠が教える日本刀の魅力、里文出版(2003)

3





- これまで不明だった製造方法や材料特性の解明
- 非破壊分析の確立(系統的な研究に繋がる)

日本刀の製造過程の測定

鍛造や熱処理加工による結晶組織の変化を 非破壊で確認

⇒各製造過程における組織情報の 2Dマッピング像の作製

<u>今回の発表内容</u>:

製造過程試料毎に棟から刃にかけて、 1.6mm×1.6mmごとに細かく解析を行い、 場所による格子面間隔(110)の変化を調査 ⇒製造方法(鍛え方、熱処理)の影響を見る



パルス中性子透過測定



ブラッグエッジ(格子、面密度)

格子面間隔d



エッジの位置から
 格子面間隔dの算出が可能

▶ 厚いほど透過率が下がる

厚さ(面密度)

日本刀の製造過程試料①



日本刀の製造過程試料2



実験方法(実験施設・検出器)

<u>実験施設</u>



中性子飛行距離L(m) BL10:14.6 (m) BL22:23.9 (m)
● GEM型2次元 中性子検出器 (GEM:Gas Electron Multiplier)
● 画素サイズ:

試料

800 μm **検出面積:** 10 cm×10 cm

[2]引用: J-PARCホームページ

2D検出器



②下鍛え材:面間隔が小さくなり、場所の差もなくなった⇒折り返し鍛錬をすることで脱炭と炭素量の平均化が進んだため

③上鍛え材(皮鉄) 下鍛え材を折り返し鍛練6回





④心鉄

0.5~1.2mass%Cの積み沸かし材を折り返し鍛練8回



⑤素延べ材

皮鉄と心鉄を組み合わせ棒状に打ち延ばす





⑥火造り叩いて刃側を打ち出す



⑤素延べ材:棟から刃にかけほぼ一定 ⑥火造り:強く叩くため歪みが生じて変化した





⑦焼入れ:刃側が上昇⇒急冷したことで炭素が鉄に侵入型に固溶し、 フェライトからマルテンサイトに組織変化したことで面間隔が上昇した

⑨赤かまし







焼入れによる組織変化





パルス中性子を用いて製造過程試料の格子面間隔を調査した

 ・ 鍛造と熱処理(焼き入れ)で格子面間隔が変化したことを確認した
 ・ 鍛造:形状が変わるほど強く叩くことで歪が生じるためと考えられる
 熱処理:熱処理とその後の急冷で炭素が固溶したためと考えられる



加工方法による格子面間隔の変化が調べられた

<u>今後の課題</u>

- 試料全体で解析を行い、2Dマッピング像の作製
- 格子面間隔だけでなく結晶子サイズや結晶配向性なども調査し、
 加工方法による組織の違いを非破壊でより明瞭に把握する

ご清聴ありがとうございました

補足資料



フェライト(α - Fe)

体心立方格子構造(bcc)、常温で安定 純鉄に微量(常温で0.00004%)のCを固溶したα固溶体。

オーステナイト

固溶体。 bcc: body centered cubic 体心立方格子構造



Fe-C系状態図





鋼の共析変態点付近の状態図(約0.8%が共析組成)

本来フェライト(α-Fe:bcc鉄)は炭素をほとんど固溶しない。し かしマルテンサイト変態は無拡散(炭素の分配を伴わない)のため、 鋼のマルテンサイトは炭素の過飽和固溶体である。

炭素は鉄の副格子中に侵入型に固溶する。

γまたはα-Fe中に炭素が 除用できる位置は、 八面体位置(octahedral site)である。

bcc鉄(α)中で、 ×、△、□のいずれか特定の八 面体位置に規則的に入るため、 格子が一方向に伸張してbct構 造になる。



×AD 炭素原子の入りうる位置

オーステナイト(γ)、フェライト(α)中の 固溶する炭素原子の位置

製造過程の試料①



[1]引用:河内國平、真鍋昌生:刀匠が教える日本刀の魅力、里文出版(2003)

製造過程の試料2

⑤素延べ材 ⑥火造り材 ⑦焼入れ材 皮鉄と心鉄を 刃側を 800~900°C/こ 組み合わせ 打ち出す 加熱した後 棒状に 水に入れ急冷 打ち延ばす (焼き入れ) 断面図 Cross section

[1]引用:河内國平、真鍋昌生:刀匠が教える日本刀の魅力、里文出版(2003)

製造過程の試料③

⑧ 荒 研 ぎ 材

焼入れ後荒研ぎし 表面の酸化部分を取り除く





⑨赤かまし材

200~300℃で焼き戻しし、 約900 ℃の銅の上に棟の部分を 置き、棟の部分の焼きを取り、 そりを付ける







砥石で研ぐ





[1]引用:河内國平、真鍋昌生:刀匠が教える日本刀の魅力、里文出版(2003)

鍛錬と刀身構造模式図

新刀以降の玉鋼折返し鍛錬と 二枚鍛え 皮鉄(硬鋼)の例 →

硬・軟鋼練り合わせ材と 丸鍛え 古刀想定 →



新々刀の折り返し鍛錬(上図の上の流れ)

- ① 量産鋼を赤熱鍛打して平らに打ち延ばす。火炉の赤熱で表面は酸化脱炭される(錬鉄の場合は吸炭させる)。 鍛打に依って表面に出てきた不純物はスケールと共に飛散除去される。
- ② この鋼を二つに折り曲げる。その結果、
- ③ 鋼の中に脱炭層が形成され、元の炭素量と低炭素量との複合組織となる。鋼の中の不純物は依然と残ったままである。残存不純物を表面に出す為に、折り返し鍛錬を何回も繰り返すことになる。
- ④ 鍛錬を10回も繰り返すと1,024の折り返し鍛接層が形成される。一つの層は、元の炭素層を脱炭層が夾むので、二倍の2,048の炭素層が形成される。

一方、鍛打毎に表面層が飛散して、10回も折り返し鍛錬すると鋼材の量は1/2に減じ、鋼材の厚みが半分になる。従っ て各層は限りなく薄い。これだけの薄層だと、既に途中の段階で炭素交換に依って高・低炭素量の差が消滅してしまう。 折り込まれた脱炭層で全体が充満され、炭素含有量は1/2に減少し、且つ、炭素の分布が均質になる。

出展 http://ohmura-study.net/011.html



装置名称	中性子源特性試験装置(NOBORU)
装置の目的・概要	NOBORUでは、様々な検出器やデバイス、新たな
	実験手法、そして高エネルギー(MeV)中性子照
	射に適した環境を提供している。
ビームライン番号	BL10
モデレータ種類	比結合型モデレータ
利用波長範囲	$\lambda \! < \! 10.5 ~ m \AA$ (25Hz)
分解能(>d/d)	0.33% (@ 2 θ =170 deg)
中性子強度	4.8×10 ⁷ n/s/cm ² (< 0.4 eV)(試料位置L1=14.0
(試料位置での中性子束	m)
@1 MW)	$1.2 \times 10^7 \text{ n/s/cm}^2 \ (< 1 \text{ MeV})$
	$1.2 \times 10^{6} \text{ n/s/cm}^{2}$ (< 10 MeV)
ビームサイズ(試料位	最大 10×10 cm ²
置)	

大強度陽子加速器施設 J-PARC / MLF / BLIO@ (茨城県東海村)



飛行距離L

$$\begin{split} \lambda &= \frac{h}{mv} \quad \mbox{Fブロイ波長} & \mbox{λ:$$$ h=6.63 \times 10^{-34} (J*s) $$ m=1.675 \times 10^{-27} (Kg) $$ h=75 \times 10^{-27} (Kg) $$ r:$$$ h=75 \times 10^{-27} (Kg) $$ r:$$$ h=75 \times 10^{-27} (Kg) $$ TOF:$$$ h=1.675 \times 10^{-27} (Kg) $$ TOF:$$ h=1.675 \times 10^{-10} $$ TOF:$$ tor$ h=1.675 \times 10^{-10} $$ TOF:$$$

 $L = (TOF - \Delta TOF) \frac{3956 \times 10^{-6}}{\lambda}$







σ_{hkl}:エッジ幅 α_{hkl}:エッジの形状 β_{hkl}:エッジの形状

Neutron wavelength (nm)

ブラッグエッジ解析(RITSコード)

RITSコード
^[3](Rietveld Imaging of Transmission Spectra :透過率スペクトルのリートベルトイメージング) :コード内で結晶組織構造モデルを構築し、それに基づいて透過率スペクトルを

シミュレーション計算し、それを実験データにフィッティングする。



[3] H. Sato, T. Kamiyama, Y. Kiyanagi, Materials Transactions, Vol.52, No.6, pp.1294-1302, (2011)

仮ブラッグエッジ解析(RITSコード)①



ブラッグエッジ解析 (RITSコード) ②

スペクトル解析

ブラッグエッジスペクトル解析例



結晶配向性

分解能関数

$$\alpha_{hkl} = \alpha_0 + \frac{\alpha_1}{d_{hkl}} \qquad \dots \qquad (4)$$
$$\beta_{hkl} = \beta_0 + \frac{\beta_1}{d_{hkl}} \qquad \dots \qquad (5)$$

$$\sigma_{\underline{k}kl} = \sqrt{\sigma_0^2 + \sigma_1^2 d_{\underline{k}kl}^2 + \sigma_2^2 d_{\underline{k}kl}^4 \cdots}$$
(6)



結晶構造

α - Feとセメンタイトのブラッグエッジ (厚さ5mm)



•結晶構造によってブラッグエッジパターンが異なる

ブラッグエッジ③(結晶子・配向性)



ブラッグエッジ③(結晶子サイズ)



ブラッグエッジ④(結晶配向)



▶ 結晶の配向によりブラッグエッジの形状が変化する