

 <b>茨城県</b> <small>IBARAKI Prefectural Government</small>	<b>MLF Experimental Report</b>	<b>提出日(Date of Report)</b>
<b>課題番号(Project No.)</b>		2019年4月25日(木)
2018AM0026		<b>装置責任者(Name of responsible person)</b>
<b>実験課題名(Title of experiment)</b>		茨城大学 教授 石垣 徹
中性子回折による低合金鋼の相分率のその場測定(その2)		<b>装置名(Name of Instrument : BL No.)</b>
<b>実験責任者名(Name of principal investigator)</b>		材料構造解析装置
草間 一徳		(BL20/iMATERIA)
<b>所属(Affiliation)</b>		<b>実施日(Date of Experiment)</b>
日鉄テクノロジー株式会社		2019年2月4日(月)

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

<b>1. 実験目的(Objectives of experiment)</b>
<p>高強度鋼は、ベイナイト、マルテンサイト、オーステナイト、パーライトなどが複雑に形成した組織を有しており、これらの金属組織のサイズや分率の違いが鋼の特性に大きく影響する。本研究は、高強度鋼の金属組織形成メカニズムを理解することを目的とし、高温からの冷却過程における相変態挙動と、それに伴う、炭素(C)の分配・析出挙動を調査している。本課題では、Fe-C-Mn合金を用いて、ベイナイト変態におけるCの分配挙動を明らかにするため、①各温度におけるベイナイト変態率、②オーステナイト中へのCの濃化度の時間変化、を調査する。</p>
<p>変態挙動は試料表面近傍と内部で異なる。実際に、試料表面は熱処理により、脱C反応が生じ、試料内部と異なる組織を呈した。従って、X線回折よりも内部(バルク)情報が得られる中性子回折が有効である。</p>
<b>2. 試料及び実験方法</b>
Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
<b>2.1 試料(sample(s))</b>
<p>供試鋼の化学成分はFe-0.1mass%C-0.5%Si-2.0%Mn-0.03%Alとした。インゴットを板厚20mmまで圧延したのち、1300℃で均質化熱処理した。</p>
<p>板厚中心部から試料形状70×10×2mmの試験片を採取し、試験に供した。</p>
<b>2.2 実験方法(Experimental procedure)</b>
<p>iMATERIA(ビーム出力:500kW)に装備されている加熱冷却装置を用いて、1000℃×300sに保持してγ化した後、550℃まで40℃/sで冷却し、550℃で1000s保持しながら、その場中性子回折実験を行った。冷却はHeにより行った。1000s保持後は5℃/sで室温までHeで冷却した。同様の実験をいくつか保持温度を変えて行った。その測定中のデータは、100sごとに区切り、解析はRietveld Texture Analysis法を用いた。αおよびγのピーク強度比や面間隔dから、α/γの体積比および格子定数を求めた。</p>

### 3. 実験結果及び考察(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 results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

まず、室温において $\alpha$ -Feの格子定数を評価した。室温での $\alpha$ -Feの格子定数は2.8697Åであった。この値は合金元素の影響を考慮したフェライトの格子定数<sup>1)</sup>と概ね一致した。

次に、1000°Cで $\gamma$ 化した後、550°Cまで冷却し、保持したときの中性子回折プロファイルの時間変化を図1に示す。いずれの測定区間においても明瞭な $\alpha$ および $\gamma$ の回折ピークが見られた。これらの中性子回折プロファイルから得られた550°C保持材の $\gamma$ 相の体積分率、および $\alpha$ 相、 $\gamma$ 相の格子定数を表1に示す。また、 $\gamma$ 体積分率の時間変化を図2に示す。 $\gamma$ 体積分率は100~200程度で10%程度まで急激に減少した後、その後の減少は遅くなった。 $\gamma$ の格子定数から $\gamma$ 中の固溶C濃度を見積もった結果を表1に併せて示す。この換算はMnやSiなどの置換型元素の分配は生じていないと仮定し、合金元素および温度の影響をLeeらがまとめた式<sup>2)</sup>を用いた。その結果、 $\gamma$ の平均C濃度は0.6%程度まで上昇することを知見した。また、時間とともに $\gamma$ の体積分率が減少しているにも関わらず、 $\gamma$ の平均C濃度は減少した。これは、局所的にC濃度が高い $\gamma$ から微細なセメンタイトが析出したことが要因と考えられる。セメンタイト析出によって $\alpha$ 変態がゆっくり進行することで、 $\gamma$ 分率が減少したと推察される。ベイナイト変態に伴うC分配挙動を明らかにするためには、セメンタイト析出の影響も含めて詳細に検討する必要がある。

【参考文献】 1) H. K. D. H. Bhadeshia *et al.* : Mater. Sci. Technol., 7 (1991), 686.2) Seok-Jae Lee *et al.* : Scripta Mater., 64 (2011), 649.

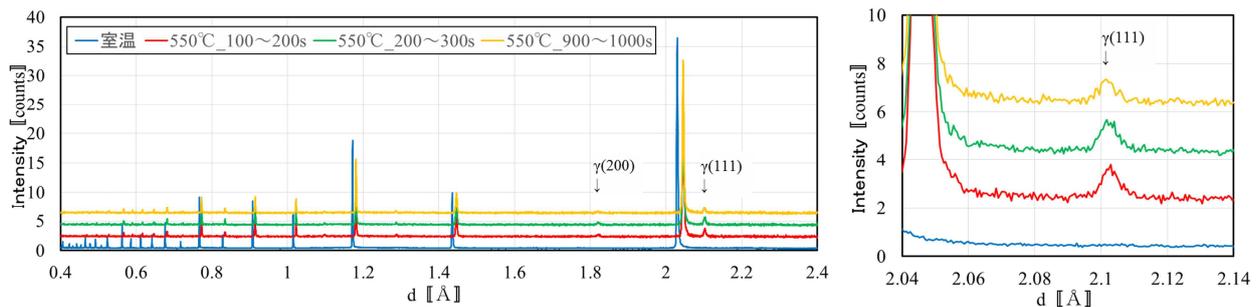


図1. 中性子回折プロファイル。(1000°C→550°C保持材、Bank149)

表1. 550°C保持材の $\gamma$ 体積分率と各相の格子定数.

温度	測定時間	$\gamma$ 分率 (%)	格子定数		$\gamma$ のC濃度 (mass%)
			$\alpha$ (Å)	$\gamma$ (Å)	
室温	5min	-	2.8697	-	-
550°C	100~200s	10.51	2.8914	3.6395	0.633
	200~300s	9.19	2.8913	3.6393	0.626
	900~1000s	7.39	2.8912	3.6377	0.575

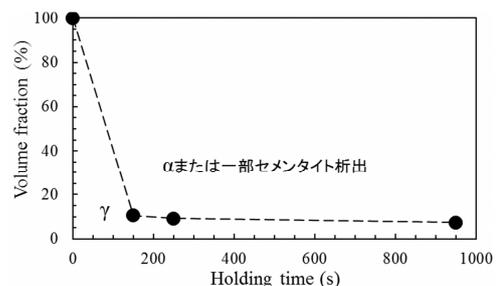


図2.  $\gamma$ 体積分率の時間変化.

### 4. 結論(Conclusions)

Fe-0.1mass%C-0.5%Si-2.0%Mn-0.03%Alのベイナイト変態に伴う未変態 $\gamma$ へのC濃化挙動を調査した結果、ベイナイトが90%程度生成したところでベイナイトの不完全変態に起因する変態停留が生じた。このときの未変態 $\gamma$ のC濃度は0.6%程度であった。この結果は、ベイナイト変態の不完全変態に伴う変態停留のメカニズムを議論する上で重要な知見である。しかしながら、保持時間が長いほど $\gamma$ の体積分率が減少しているにも関わらず、未変態 $\gamma$ のC濃度は減少していたことから、微細な炭化物が析出していた可能性が考えられる。微細な炭化物析出が各相へのC分配挙動に及ぼす影響については今後詳細に検討する必要がある。

