 MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2020PM3001 実験課題名(Title of experiment) 高強度金属材料における階層的な微細組織構造解析を指向した 中性子散乱・回折法の開発 実験責任者名(Name of principal investigator) 佐藤成男 所属(Affiliation) 茨城大学	装置責任者(Name of responsible person) 石垣徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) BL20 実施日(Date of Experiment) 2020 年度

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.

1. 実験目的(Objectives of experiment)
<p>低炭素社会インフラを指向し、自動車の CO₂ 排出削減を目的とした車体軽量化と衝突安全性を両立するために高強度鉄鋼(ハイテン)の開発が行われている。特にハイテンとして注目されている材料として、残留オーステナイトの加工誘起マルテンサイト変態を利用した低合金 TRIP 鋼がある。TRIP 鋼は 1000℃程度のオーステナイト相から、400℃程度のベイナイト温度域に急冷し、安定な残留オーステナイト相を形成させることが製造プロセスのキーとなっている。安定な残留オーステナイトは、オーステナイト相中の炭素濃度により決定される。鉄鋼製造にかかわる研究者、技術者の間ではベイナイト温度域におけるオーステナイト相の相分率、炭素濃度の制御に注力しているが、ベイナイト温度域での相分率や炭素濃度を知ることができないため、経験的に製造プロセスの開発が行われている。この問題を打開するため、本研究では iMATERIA にて急速加熱冷却試験装置を利用し、ベイナイト温度域でのオーステナイト相の相分率、炭素濃度の評価を行った。</p>

2. 試料及び実験方法

Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

2.1 試料 (sample(s))

Fe-0.15C-1.48Si-1.52Mn (mass%)の板材

2.2 実験方法(Experimental procedure)

iMATERIA に急速加熱冷却試験装置を設置し、加熱・冷却中のその場中性子測定を行った。温度条件を図2-2-2-1に示す。全ての温度条件で、オーステンパー温度は 673 K で統一している。Scheme 1-3 では、(Step1) オーステナイト単相域の 1273 K に加熱した後、(Step2) オーステンパー直前温度を、673K, 973K, 1053K と変化させることでフェライトとオーステナイトの相分率を変え、オーステナイト炭素濃度を変えている。Scheme1-3 を比較することで、オーステンパー直前のオーステナイト炭素濃度とオーステンパー中の変態挙動の関係を調査する。また、Scheme 4 は 1273 K を経由せずに Scheme 2 と同じ二相域の 1053 K からオーステンパーを行っている。Scheme 2, 4 を比較することで、二相域からのオーステンパーについて、オーステナイト単相域の経路の影響を調査する。

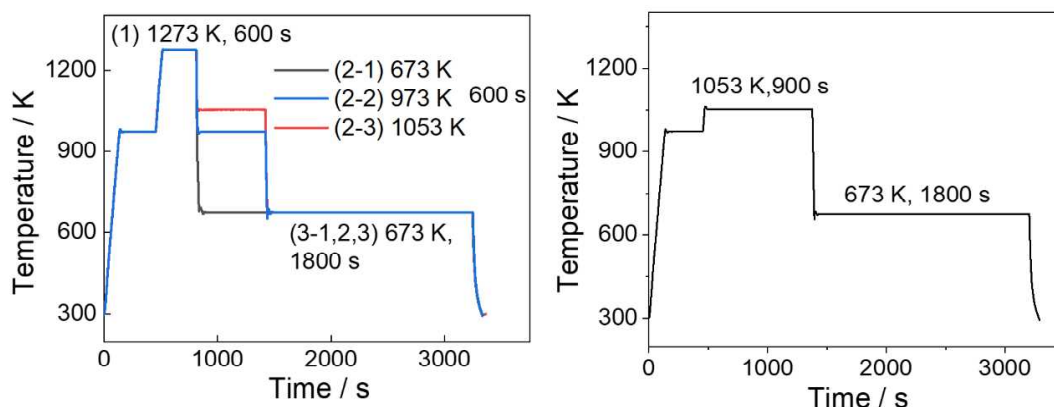


図1 熱処理条件。

相分率解析には Rietveld 解析と Orientation Distribution Function (ODF) 解析を組み合わせた Rietveld texture 解析を用いた。Rietveld texture 解析では、多数の方位で得られた回折パターンそれぞれに対する Rietveld 解析と、各方位の回折強度の比較による ODF 解析を繰り返すことで、集合組織の影響を補正した相分率を得ることができる。Rietveld texture 解析には MAUD プログラム 30)を用いた。ODF 解析のアルゴリズムには、extended Williams- Imhof-Matthies-Vihel (E-WIMV) 法 31)を用いた。なお、Onuki らはフェライト+オーステナイト二相材の相分率を iMATERIA での測定および Rietveld texture 解析から求める場合、相対誤差は 5% 未満であることを報告している 28)。オーステナイトの炭素濃度は、以下に示す Lee らの式 32)から算出した。

$$a_A = (0.35279 + 7.83 \times 10^{-4} X_c + 1.144 \times 10^{-4} X_{Mn}) \times [1 + (23.875 - 0.5 X_c - 0.1784 X_{Mn}) \times 10^{-6} (T - 298)] \quad (1)$$

ここで、 a_A はオーステナイトの格子定数 [nm]、 X_c は炭素濃度 [at%]、 X_{Mn} はマンガン濃度 [at%]、 T は温度 [K] である。(1) 式は格子定数と合金元素濃度、温度の関係式である。この式に温度、オーステナイトの格子定数を代入し、炭素濃度を算出した。なお、Si や Mn は、フェライトとオーステナイトのどちらにも容易に固溶することができるため、試料全体で均一であると仮定した。格子定数は、SE バンク全体の検出器で得られた 111_{γ} ピークの位置から格子定数を算出した。

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.

Scheme 3 について、673 K 保持の時間経過に伴う 111_{γ} ピークの形状変化を図 2-2-2-4 に示す。オーステンパー直後のオーステナイト回折ピークは非対称な形状を示す。この非対称なピークは、2つのピークを用いることでフィッティングすることができる。オーステンパーではオーステナイトの中でも炭素の分配が生じており、格子定数が異なる低炭素と高炭素のオーステナイトが共存していることが示唆される。また、時間経過に伴い格子定数の小さい低炭素オーステナイトが優先的に変態によって消滅し、高炭素オーステナイトはさらに炭素が濃化される。したがって、オーステンパーにおいては、炭素がほとんど濃化せずに変態により消滅する低炭素オーステナイトと、炭素が濃化し残留する高炭素オーステナイトの二種類に分別されることが示唆される。

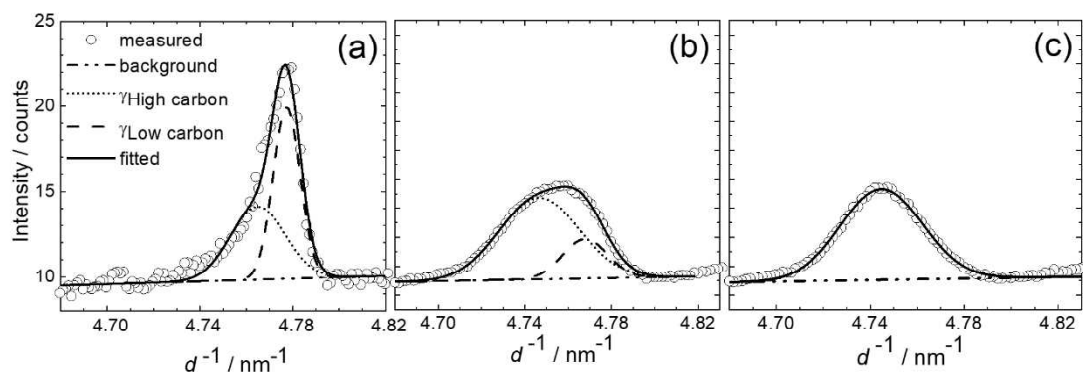


図 3 Scheme 3 の 673 K における 111_{γ} 回折ピーク。(a)0-300 s, (b)300-600 s, (c)600-900 s.

各温度条件について、オーステンパー前後の相分率変化、オーステナイトの炭素濃度変化を図 4 に示す。673 K へ冷却した直後は、どの温度条件においてもオーステナイト中の炭素分配が観測される。673 K 保持時間の経過に伴い低炭素オーステナイトはベイナイト変態により消滅し、それに伴いオーステナイト炭素濃度は増加する。オーステンパー直前のオーステナイト炭素濃度を比較するとオーステナイト単相である Scheme 1 のオーステナイト炭素濃度が最も低い。また、Scheme 3 の 973 K はフェライト域であるがオーステナイトが残留しており、最もオーステナイトに炭素が濃化されていることが示される。オーステンパー直前のオーステナイト炭素濃度が大きいほど、オーステンパー直後のオーステナイト相分率が大きく、それに伴い室温冷却後もオーステナイトが多く残留することが示される。

オーステンパー中のオーステナイト炭素濃度は、どの温度条件においても約 1.3 mass%C 以上は濃化されない。特に Scheme 1、2 では約 1.3 mass%C に達した後、炭素濃度が減少している。したがって、オーステナイト炭素濃度には上限があり、上限に達すると変態が終了するかセメンタイトが析出することでオーステナイトの炭素濃化が終了することが示唆される。

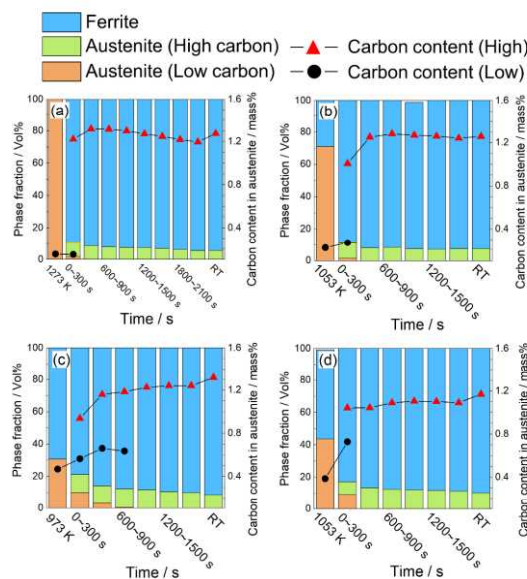


図 4 相分率とオーステナイト相中の炭素濃度の変化。(a) Scheme 1, (b) Scheme 2, (c) Scheme 3, (d) Scheme 4.

4. 結論(Conclusions)

Fe-0.15C-1.48Si-1.52Mn (mass%) 鋼について、オーステナイト化温度の差異がオーステンパー中の相分率変化、炭素拡散現象に与える影響を明らかにするため、中性子回折測定を用いて評価した。その結果、以下のことが明らかになった。

- (1) 低合金 TRIP 鋼のオーステンパー中は炭素がほとんど濃化されず変態により消滅する低炭素オーステナイトと、炭素が濃化され室温まで残留する高炭素オーステナイトが共存する。
- (2) オーステンパー前のオーステナイトに炭素を濃化させるほどオーステンパー直後のオーステナイト相分率が大きくなり、室温冷却後もオーステナイトが多く残留する。