

 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2017BM0023 実験課題名(Title of experiment) 変態集合組織形成に及ぼす変態機構とそのメカニズム解析 (トライアルユース) 実験責任者名(Name of principal investigator) 藤原知哉 所属(Affiliation) 新日鐵住金	装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 教授 装置名(Name of Instrument : BL No.) BL20/iMATERIA 実施日(Date of Experiment) 2018.02.27

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>茨城大学工学部、佐藤成男教授、茨城大学フロンティア応用原子科学研究センター、小貫祐介助教との共同研究(共同研究契約締結済み)の一環として、茨城大学にて現在開発中の急速加熱・冷却システムを用いた中性子その場回折実験により以下の検討を行う。</p> <p>(目的1) 高温の<math>\gamma</math>相に加熱後、400°Cのベイナイト域に<math>\sim 20^\circ\text{C}/\text{s}</math>で急冷して、ベイナイトの成長過程、その際残留する<math>\gamma</math>相の体積変化とC濃化による格子定数の変化をその場観察し、高張力鋼板製造の要となっている鋼の変態機構の基礎的解明に資する。</p> <p>(目的2) 高温の<math>\gamma</math>相に加熱後に<math>\gamma</math>相の集合組織をその場観察した後、冷却速度を変化させ拡散変態(徐冷)による<math>\alpha</math>とマルテンサイト変態(急冷<math>&gt; 20^\circ\text{C}/\text{s}</math>)による<math>\alpha'</math>の変態集合組織を測定し、最新のバリエーション選択則と球調和関数展開法による集合組織の予測計算と比較して、実測集合組織との一致度や差異を明らかにすることで変態集合組織予測理論の検証を行う。</p>

<b>2. 試料及び実験方法</b> Sample(s), chemical compositions and experimental procedure																		
<p><b>2.1 試料 (sample(s))</b></p> <p>試験材は研究所内の50kg真空溶解炉を用いて溶製した。試験材の化学成分を表1に示す。(主に上記目的1に使用)、圧延熱処理後は拡散変態であるパーライト組織が主体となることを目的とした鋼である(高温<math>\gamma</math>からの急冷ではベイナイト+残留<math>\gamma</math>になり易い)。溶製した試験材は鑄片を熱間鍛造し厚さ20mmの板材に仕上げた。鍛造は1200°C以上の温度にておこなった。</p> <div style="text-align: center;">                 表1 化学成分(mass%)             </div> <table border="1" data-bbox="512 1890 1428 2002"> <thead> <tr> <th></th> <th></th> <th>C</th> <th>Si</th> <th>Mn</th> <th>P</th> <th>S</th> <th>Al</th> <th>N</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>JP1</td> <td>目標</td> <td>0.60</td> <td>2.0</td> <td>1.0</td> <td>0.007</td> <td>0.001</td> <td>0.02</td> <td>0.004</td> </tr> </tbody> </table>			C	Si	Mn	P	S	Al	N	JP1	目標	0.60	2.0	1.0	0.007	0.001	0.02	0.004
		C	Si	Mn	P	S	Al	N										
JP1	目標	0.60	2.0	1.0	0.007	0.001	0.02	0.004										

## 2.2 実験方法(Experimental procedure)

### (1) 熱間圧延

鍛造材を 1150°C に加熱し、熱間圧延をおこなった。圧延仕上温度は 700°C とし、直ちに 600°C まで水冷、その後 600°C に設定した炉に

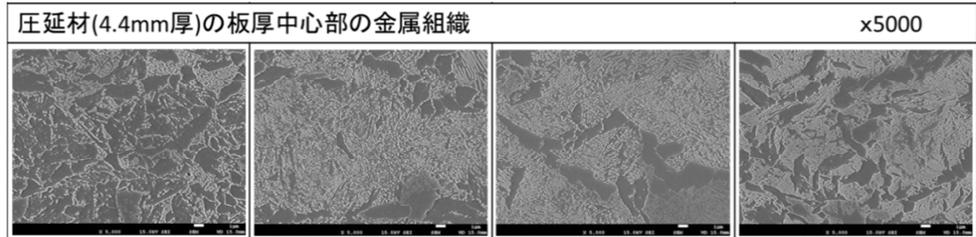


図 1 JP1 の金属組織の一例

挿入し室温まで炉冷した。JP1 鋼の圧延・熱処理後の金属組織を図 1 に示す。

### (2) 測定方法

上記の熱間圧延材の板厚中心層を表面研削にて切り出し、2mm 厚の板とし、中性子回折実験に供した。茨城大学にて開発中の急速加熱・冷却システムを用いて熱処理をおこない、各段階で各相の集合組織と体積分率をその場測定した。焼き入れ材は事前熱処理し、室温で測定した。

### (3) 解析方法

400°C 近傍に急冷後の各相の体積分率を集合組織を考慮したリートベルト解析 (MAUD) を用いて時分割／解析し、400°C 近傍での体積分率変化を 1～数分の分解能で解析する。これと同時に、 $\gamma$  相の格子定数変化から、炭素濃度の時間変化を解析した。

## 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.

### 1) 温度履歴

本研究では実験室的に溶製した 0.6C-2Si-1Mn 鋼を熱間圧延後 2mm の板に仕上げた。採取した試験片を用いてその場中性子回折測定を行った熱処理温度履歴を図 2 に示す。昇温速度 5°C/s で 700°C まで加熱し 0.3 ks 保持した後、800°C ないし 900°C (温度 TIC) まで加熱し 0.3 ks 保持した。この後、ヘリウムガス冷却を行い 400°C まで急冷し 1.8 ks 間、等温変態させた。制御温度に対する過加熱、過冷却は 10°C 以内に収めることが出来た。

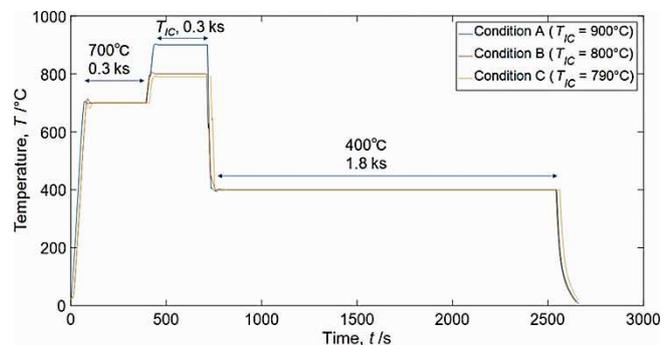


図 2 その場観察実験を行った 3 つの熱処理条件の実績値

### 2) 相分率

図 3 に Condition B においては、 $T_{IC}=800^{\circ}\text{C}$  においてフェライトとオーステナイトの共存状態 (オーステナイト量 97.5%) であったが、400°C への冷却直後においてもオーステナイトは見られなかった。Conditions B において変態が生じたと思われるのは、図 3 中に見られた温度の停滞箇所であろう。この時間帯を 1 s 刻みに分割し、11 $\gamma$  および 110 $\alpha$  が観察できる d 範囲の回折図形を

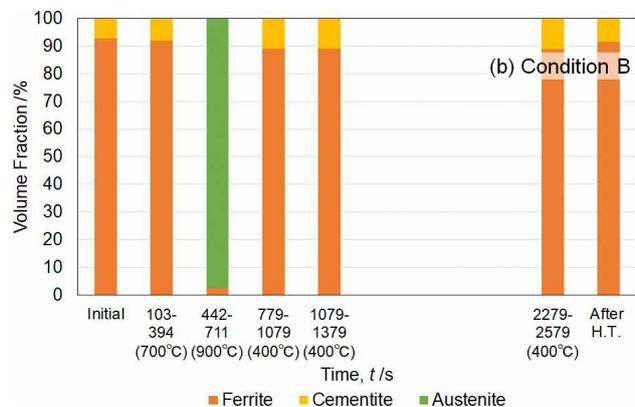


図 3 各時間帯 (温度) における相分率

示したものが図4である。この図が示すように、オーステナイトの消滅は約2sで完了しており、この2秒間は冷却中にもかかわらず温度が上昇していた時間帯に対応する。

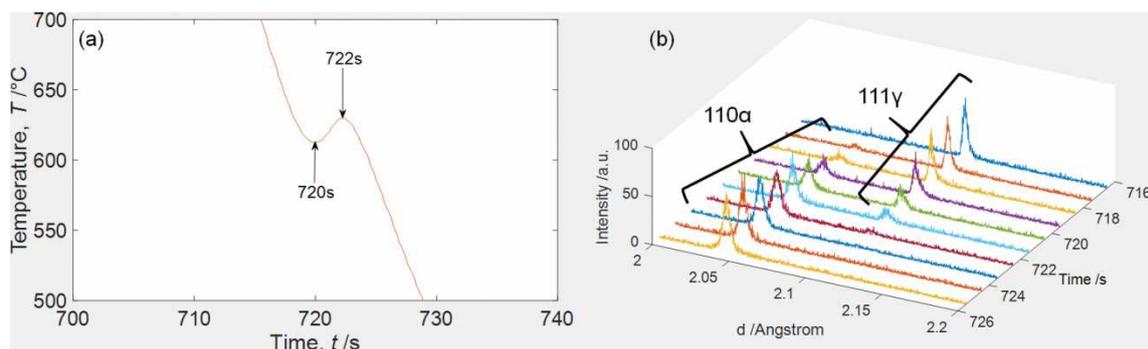


図4 Condition Bにおける冷却中の温度停滞時の回折図形の変化

図5に同鋼の計算等温変態線図を示す。Condition Bにおいて温度停滞が見られた温度域は拡散変態のノーズとよく一致している。Condition Bで拡散変態が生じたのは、上述のとおり初期にフェライト（あるいはセメンタイトも）が存在することによる潜伏期の短縮によりノーズの移動が生じたからであると結論できる。なお室温およびCondition B, Cにおけるセメンタイトの体積率は7~10%と算出された。0.61mass%の炭素が全てセメンタイト

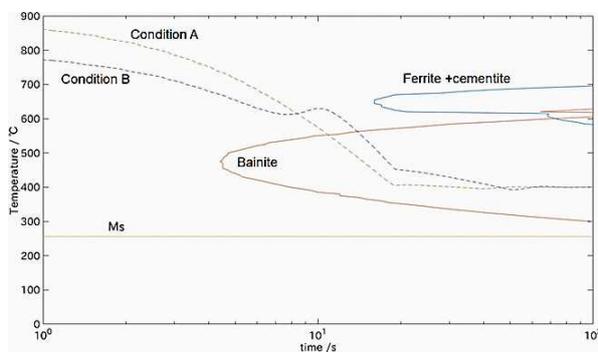


図4 JP1鋼の計算TTT線図

として存在している場合、セメンタイトの体積率は9.1%となり、解析値とおおむね一致する。対称性の低い炭化物相としては十分妥当な解析値が得られていると判断できる。

#### 4. 結論(Conclusions)

TOF型中性子回折による相分率・集合組織測定法の応用として、鉄鋼材料の熱処理中における微細組織変化のその場測定に取り組んだ。加熱およびガス吹き付けによる急冷が可能な装置と、実験時の各時間帯のデータを任意に抜き出すことが出来るデータ処理環境を開発した。Fe-0.6C-1Mn-2Si (mass%)鋼を用いた実証実験では、オーステナイト変態させ、保持する温度により変態機構が変化する様子を追跡することが出来た。特に後者については、新しい知見が得られつつあり、今後の鉄鋼材料開発にも大きく貢献できる測定・解析法であることが実証できた。