 茨城県 <small>IBARAKI Prefectural Government</small>	MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.)		2019年2月11日
2018PM0008		装置責任者(Name of responsible person)
実験課題名(Title of experiment)		石垣徹
マルテンサイト鋼における残留オーステナイトへの炭素分配挙動の その場観察		装置名(Name of Instrument : BL No.)
実験責任者名(Name of principal investigator)		iMATERIA (BL20)
増村拓朗		実施日(Date of Experiment)
所属(Affiliation)		2018年11月16-17日
九州大学		

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>炭素を含むマルテンサイト鋼はほとんどの場合、焼戻し処理が行われ、高強度を維持したいときには 200℃以下の低温で焼戻すこともある。申請者らはマルテンサイト鋼中に残留オーステナイトが存在すると低温焼戻しに伴う硬さの減少が大きくなることを明らかにした 1)。これは、残留オーステナイトへ炭素が濃化することで固溶炭素量が低下したことや、微細炭化物の生成が抑制されたことが原因と推測されるが、実験的な根拠が得られていない。本課題では、炭素鋼マルテンサイトの焼戻し挙動における残留オーステナイトの役割を明確にすることを目的として、100℃低温焼戻し中のオーステナイトの炭素濃化挙動を中性子回折の加熱その場測定により調査する。</p>
1) 浦中祥平ほか: CAMP-ISIJ, Vol. 31 (2018), No. 2, p. 964.

2. 試料及び実験方法
Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
2.1 試料 (sample(s))
<p>オーステナイトを残留させるために Ni を添加した Fe-10Ni-0.3C を供試材として用いた。900℃溶体化処理後、水冷により焼入れし、液体窒素温度でのサブゼロ処理まで行った。そのときの残留オーステナイトは約 6% である。試料形状 70×10×2mm の板材に加工して試験に供した。</p>
2.2 実験方法(Experimental procedure)
<p>iMATERIA に装備されている加熱装置を用いて、100℃および 400℃でのその場中性子回折実験をそれぞれ 90min 行った(ビーム出力: 500kW)。昇温時間は 1℃/s、冷却は He により行った。焼戻し前後の測定も室温で行っている。格子定数は(111)γ、(110)α' ピークの面間隔 d から換算した。このとき、1/d 分解能が高い BS バンクで検出したラインプロファイルを用いた。その場測定中のデータは 1min ごとに区切り、1 分間の平均の値として格子定数を算出した。</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、中性子回折法によりオーステナイトへの炭素の濃化挙動が正確に捉えられるのかを検討するために、確実にオーステナイトへ濃化すると思われる 400°C で測定を行った。Fig. 1 に加熱中のオーステナイトおよびマルテンサイトの格子定数変化を示す。なお、焼戻し前後の測定結果は黒丸で、その場測定の結果は白丸で示している。昇温による膨張が生じた後、炭素濃化によるオーステナイトの格子定数増加が起きず、むしろ焼戻し中に減少しているようにも見える。しかしながら、焼戻し前後の格子定数を比較すると焼戻し後は格子定数が増加しており、オーステナイトへ炭素が濃化していることが分かる。このような現象が起こった理由として以下の点が考えられる。(1)昇温中に炭素の濃化がかなり進行してしまった。(2)焼戻し中は格子が膨張しているため、炭素が濃化しても格子定数の上昇がほとんど起きない。(3)マルテンサイトの固溶炭素が減少すると収縮するため、それに協調してオーステナイトも収縮し、炭素の濃化の影響が消された(オーステナイトのほうが熱膨張係数が大きいので冷却後はマルテンサイトの影響を受けず、炭素の影響が復活する?)。したがって、現状では焼戻し中の炭素の濃化挙動を議論するのは難しい。100°Cでも同様の実験を行った結果、その場測定の結果の解釈は難しいが、焼戻し前後で格子定数の値が変化していないことが分かる。100°Cではオーステナイト中の炭素の拡散係数は極めて低く、90min では数 nm しか拡散できない。したがって、炭素はオーステナイトの界面にのみ濃化し、格子定数には影響を与えなかったと推測される。これでは中性子回折でも観察できないため、TEM や 3DAP による直接観察を行うしかない。

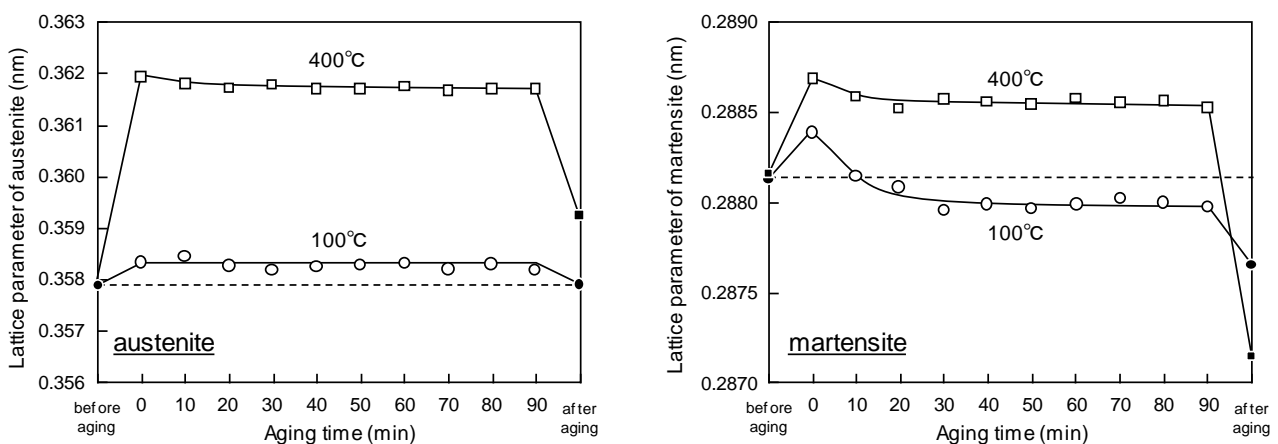


Fig. 1 Changes in lattice parameter of austenite and martensite during tempering.

4. 結論(Conclusions)

まず中性子回折法による残留オーステナイトへの炭素の濃化挙動が正確にとらえられるか検討した結果、400°C焼戻し前後の測定では格子定数に違いがあるにもかかわらず、焼戻し中のその場測定では格子定数が変化せず、他の要因により格子定数に及ぼす炭素濃化の影響が見えなくなったことが予想される。したがって、現状では焼戻し中の炭素の濃化挙動をその場測定で議論するのは難しい。また、残留オーステナイトを含む Fe-10Ni-0.3C 合金に対して 100°C低温焼戻しを行った結果、焼戻しによる格子定数変化は起きなかった。これは、炭素が濃化したとしても 100°Cではオーステナイト中の拡散係数が小さく、界面近傍にしか濃化していないためと考えられ、中性子回折では検出できない濃化挙動であると推測される。