 <b>茨城県</b> IBARAKI Prefectural Government <h2 style="text-align: center;">MLF Experimental Report</h2>	提出日(Date of Report)
<b>課題番号(Project No.)</b> 2021PM3001 <b>実験課題名(Title of experiment)</b> 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 <b>実験責任者名(Name of principal investigator)</b> 佐藤成男 <b>所属(Affiliation)</b> 茨城大学	<b>装置責任者(Name of responsible person)</b> 石垣徹 <b>装置名(Name of Instrument : BL No.)</b> BL20 <b>実施日(Date of Experiment)</b> 2021 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.

<p><b>1. 実験目的(Objectives of experiment)</b></p> <p>Transformation Induced Plasticity(TRIP)鋼の機械的性質はベイナイト変態域で安定化されるオーステナイト(<math>\gamma</math>)の相分率、及びその炭素濃度に支配される。そのため、ベイナイト変態域で生じる<math>\gamma</math>相形成の観察やその炭素濃度の評価が求められる。一般にベイナイト変態域で生じるミクロ組織現象は、電子顕微鏡を利用した室温冷却後の試料の組織情報を基に予測されている。しかし、室温冷却に伴う組織変化が生じるため、ベイナイト変態域で生じる諸現象を正確に把握することは困難であった。このため、電子顕微鏡から得られる組織情報を正しく理解するには冷却前のベイナイト変態温度域の組織情報が不可欠となる。</p> <p>近年、ベイナイト変態域の組織変化に着目した in-situ X 線/中性子回折実験が実施され、短い時間分解能で組織変化を正確に評価することが可能となった。我々のグループで実施したベイナイト変態域での in-situ 回折実験より、<math>\gamma</math>ピークに非対称性を確認し、<math>\gamma</math>相中の炭素が不均一に存在していることが明らかとした。高温下の動的組織変化に対する in-situ 測定には X 線や中性子が有効であり、特に、短時間でバルク平均情報を取得可能な TOF 型中性子回折法が有効である。中性子回折データから相分率を求めるには Rietveld 解析が有効であるが、金属材料は集合組織を有するため、集合組織による回折強度の変化が問題となる。このため、優先配向を仮定する March-Dollase(MD)法や三次元結晶方位分布を解析する Extended Williams-Imhof-Matthies-Vihel (E-WIMV)法が Rietveld 解析の集合組織の影響補正に利用される。ただし、いくつかの集合組織の影響補正方法がある一方、Rietveld 解析の優先配向補正法の違いが相分率の解析結果に与える影響について十分に議論されていない。</p> <p>本研究では、Rietveld 解析における集合組織の影響の補正法、および ex-situ 観察結果との関係を議論する。集合組織の影響の補正法については、MD 法と E-WIMV 法それぞれの補正を与えた Rietveld 解析について検証する。</p>
---

## 2. 試料及び実験方法

### Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

#### 2.1 試料 (sample(s))

試料には Fe-0.61C-1.49Si-1.50Mn (mass%)の板材を用いた。 casting後、熱間鍛造により作製された板材を厚さ 7 mm に熱間圧延した後に徐冷し、5 mm 厚さまで研削加工を施し、仕上げとして厚さ 2 mm に冷間圧延を行った。板材は放電加工機より 図 1 の形状に加工した。

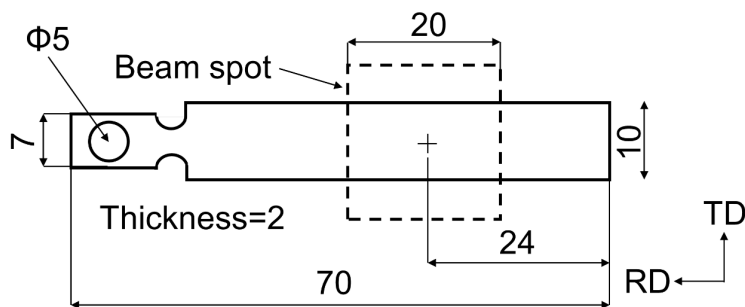


図 1 試料形状。

#### 2.2 実験方法(Experimental procedure)

中性子回折測定は J-PARC の物質・生命科学実験施設、BL20 に設置された iMATERIA を用いた。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回折測定を行った。中性子回折測定のビームサイズは  $20 \times 20 \text{ mm}^2$  とし、入射方向は圧延材の板面垂直(ND)方向に入射した。試料を 1173 K の  $\gamma$  単相域まで加熱後に急冷し、673 K のベイナイト変態域で 1800 s 間等温保持後、室温に冷却した。ベイナイト変態による組織形態の変化を EBSD より観察するため、673 K に冷却後、200、600 s で室温に急冷し、ベイナイト変態中の組織を凍結した試料も作製した。

中性子回折パターンに対する相分率解析は Rietveld 解析を用いて実施した。Rietveld 解析の優先配向補正法が解析結果に与える影響を調査するため、E-WIMV 法と MD 法を用いた。E-WIMV 法は BS、SE、LA バンクより観測された 132 本の回折パターンを用い、MD 法は BS バンクより観測された回折パターンを用いた。MD 法の選択配向方位  $\langle hkl \rangle$  は最小の  $R_{wp}$  が得られた FCC 相： $\langle 311 \rangle$ 、BCC 相： $\langle 211 \rangle$  とした。Rietveld 解析は MAUD プログラムを用いた。また、 $\gamma$  相の炭素濃度は、以下に示す Lee らの式から算出した。

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

ここで、 $\alpha_A$  は  $\gamma$  相の格子定数[nm]、 $X_C$  は炭素濃度[at%]、 $X_{Mn}$  は Mn 濃度[at%]、 $T$  は温度[K]である。(1) 式に温度、組成の Mn 濃度、 $\gamma$  相の格子定数を代入し、 $\gamma$  相の炭素濃度を算出した。

### 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.

ベイナイト変態域である 673 K にて、 $\gamma$  相に炭素濃化が生じる。 $\gamma$  相への炭素濃化を確認するため、673 K に急冷後の  $\gamma$  相の回折ピークの経時変化を観察した。673 K に冷却直後を 0 s とし、200、600、1750 s 経過時の  $\gamma$ -111 反射を図 2 に示す。

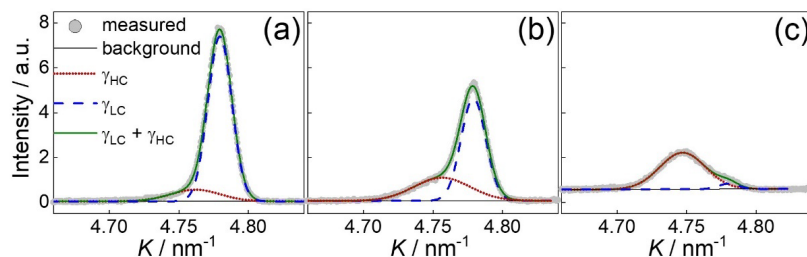


図 2 673 K にて観察された  $\gamma$ -111 反射に対し  $\gamma_{LC}$  と  $\gamma_{HC}$  によるフィッティング結果。保持時間：(a) 200, (b) 600, (c) 1750 s。

$\gamma$ -111 反射は非対称であり、炭素濃度が異なる 2 種類の  $\gamma$  相の存在を確認できる。これらの  $\gamma$  相をそれぞれ、低炭素濃度  $\gamma$  を  $\gamma_{LC}$  (Low carbon)、高炭素濃度  $\gamma$  を  $\gamma_{HC}$  (High carbon) とする。

Rietveld 解析の優先配向補正法として E-WIMV 法と MD 法それぞれを利用し、フィッティング精度と求められる相分率の解析値への影響を確認した。673 K に冷却直後から 600 s 経過時において BS バンクより検出された回折パターンについて、E-WIMV 法と MD 法それぞれによるフィッティング結果を図 3 に示す。E-WIMV 法はほぼ全ての回折に対し、良好なフィッティングがなされているが、MD 法では矢印に示した回折に対するフィッティングが完全ではない。つまり、MD 法では集合組織の影響による回折強度の変化を十分に再現できない。定量的にフィッティング精度を示すため、E-WIMV 法、MD 法それぞれの Rietveld 解析より得られた  $R_{wp}$  値より考察した。E-WIMV 法の  $R_{wp}$  値は MD 法のそれと比べ小さいことが確認された。MD 法は一方向に配向した繊維状集合組織を仮定するが、実際には複数の集合組織成分にて三次元方位分布である。E-WIMV 法は三次元結晶方位分布として解析するため、集合組織による影響をより高い精度で補正したと考えられる。

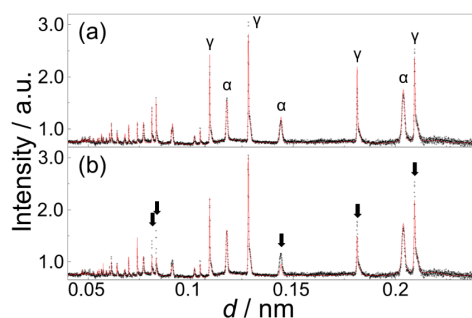


図 3 BS バンクデータに対する (a) E-WIMV 法 と (b) MD 法によるフィッティング結果。

ベイナイト変態域では、母相である  $\gamma_{LC}$  相が消費され、 $\alpha$  相と  $\gamma_{HC}$  相が形成される。E-WIMV 法および MD 法を用いた Rietveld 解析より導出した相分率を比較すると、E-WIMV 法と MD 法の相分率変化傾向はおおよそ類似したが、E-WIMV 法の相分率を基準とすると、MD 法より導出した  $\alpha$ 、 $\gamma_{LC}$ 、 $\gamma_{HC}$  相の E-WIMV 法に対する相対誤差の最大はそれぞれ 14%、30%、46% であることが確認された。E-WIMV 法と MD 法では特に  $\gamma_{LC}$ 、 $\gamma_{HC}$  相の相分率に大きな差が生じた。集合組織を有する試料に対し、MD 法からも相分率変化の傾向を再現することは可能である。ただし、ベイナイト変態に伴う相分率を精度良く評価するには、E-WIMV 法を用いた Rietveld 解析が望ましいことが理解される。

#### 4. 結論(Conclusions)

低合金 TRIP 鋼のベイナイト変態域における組織変化を解析するため、中性子回折法による in-situ 測定を実施した。Rietveld 解析における集合組織の影響の補正法、および電子顕微鏡や X 線回折法による ex-situ 測定結果との関係について検討し、次の知見が得られた。

Rietveld 解析における集合組織の影響を補正するため、単軸繊維状組織を仮定する March-Dollase(MD)法と三次元結晶方位分布を仮定する E-WIMV 法を利用し、中性子回折パターンの解析を実施した。E-WIMV 法はより低い  $R_{wp}$  値が得られ、回折強度に与える集合組織の影響をより正確に補正できる。Rietveld 解析で求められる相分率に対し、MD 法からも E-WIMV 法と同様な傾向を再現することは可能である。ただし、相分率を精度良く評価するには、E-WIMV 法を用いることが望ましいことが確認された。