

 茨城県 <small>IBARAKI Prefectural Government</small>	MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2022PM3001 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) 2022 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>本研究では中性子回折測定によりベイナイト変態中のオーステナイトの相分率・炭素相度変化を直接観察する。特に、ベイナイト変態前の高温域において、フェライト相とオーステナイト相の二相が共存する温度域（二相域）を経由させ、その後ベイナイト変態温度域に急冷する熱処理¹⁾を実施する。フェライト相にはほとんど炭素が固溶しないため、二相域ではフェライト相からオーステナイト相に炭素が拡散する。したがって、二相域保持を行うことで、ベイナイト変態前にオーステナイト相の炭素を濃化することができる。そこで、二相域保持温度による準安定オーステナイト形成過程への作用を明らかにすることを目的とする。また、Rietveld-texture 解析では低次から高次までの反射を必要とするため、積算時間を長くする必要がある。一方、ベイナイト変態速度に対し、適切な時間分解能が得られないことがある。そこで、時間分解能を向上するための解析スキームを検討する。</p>

2. 試料及び実験方法

Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

試料には 0.15C-1.48Si-1.52Mn 鋼 (mass%) を用いた。熱間鍛造材後に、厚さ 6 mm に熱間圧延、徐冷し、厚さ 2 mm に冷間圧延を行った。板材は放電加工機により切り出し、中性子回折測定試料とした。

中性子回折測定は BL20 (iMATERIA) にて実施した。iMATERIA に急速加熱冷却試験装置を設置し、その場中性子回折測定を行った。入射中性子のビームサイズは 22 mm × 22 mm とし、板材試料の圧延面法線方向に中性子を入射した。iMATERIA では Back Scatter (BS)、Special Environment (SE)、Low Angle (LA)バンクの検出器バンクを配置し、それぞれのバンクを分割することで 132 の極点図方位で中性子回折パターンを同時に観測できる。その場中性子回折測定における熱処理条件を図 1 に示す。

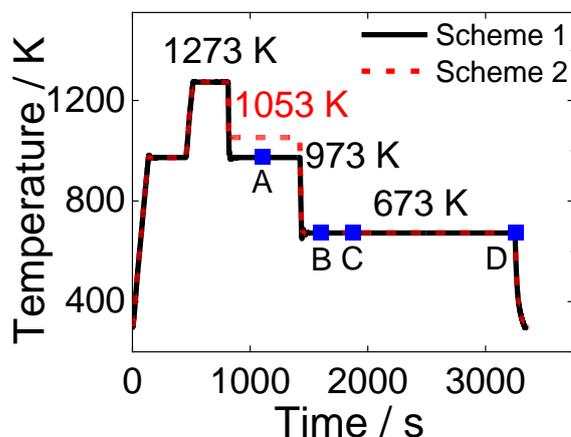


図 1 熱処理条件。二相域温度は 973 K (Scheme 1), 1053 K (Scheme 2) の 2 条件とした。A, B, C, D 点は図 2 に示すオーステナイト相の回折の観察ポイントを示す。

試料を 1273 K のオーステナイト相域まで加熱後に、二相域に保持した。二相域温度は 973 K、1053 K の 2 種類の条件 (それぞれ Scheme 1、Scheme 2) にて中性子回折測定を実施した。二相域にて 600 s 等温保持した後、673 K で 1800 s 等温保持した。二相域温度によるベイナイト変態中のマイクロ組織形成に及ぼす影響を調査する。

相分率は Rietveld-texture 解析により求めた。Rietveld-texture 解析では、多数の観察方位で得られた回折パターンそれぞれに対し Rietveld 解析を行うが、各観察方位の回折強度をもとに結晶方位関数 (Orientation Distribution Function: ODF) 解析もあわせて行うことで、集合組織の影響を補正した相分率が解析される。Rietveld-texture 解析には MAUD プログラムを用いた。ODF の計算法として、結晶方位分布関数を不連続関数として扱う E-WIMV 法を利用した。オーステナイトの炭素濃度は、Lee らの式から算出した。オーステナイト相の格子定数は 111 反射のピーク位置から算出した。なお、オーステナイト相の 111 反射は BS バンクの積算強度として求めている。

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.

673 K のベイナイト変態域では二相域に形成されたオーステナイト相がベイナイトに分解する。この分解に伴いオーステナイト相へ炭素が拡散する。二相域からベイナイト変態域におけるオーステナイトへの炭素濃化を確認するため、図 1 の Scheme 1 : A, B, C, D の観察時間におけるオーステナイト相の 111 反射の時間変化を観察した結果を図 2 に示す。A における回折ピークはほぼ対称形状であるが、B、C は非対称形状となる。111 反射の非対称形状は炭素濃度の異なるオーステナイト相形成を示唆する。非対称形状の 111 反射は 2 つのピークにてフィッティング可能であり、炭素濃度分布が連続的ではなく、2 つの炭素濃度に別れることが明らかとなった。炭素濃度の低いオーステナイト相を γ_{LC} (LC: Low Carbon) 相、炭素濃度の高いオーステナイト相を γ_{HC} (HC: High Carbon) 相と称する。

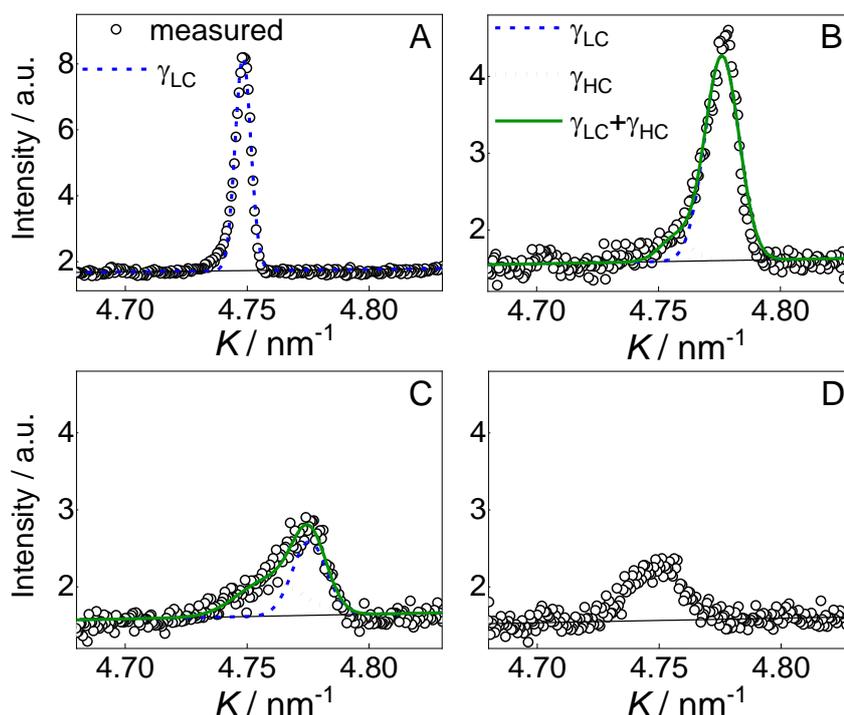


図 2 オーステナイト相の 111 反射に対する Gauss 関数ピークフィット。A: 973 K, B: 50 s (673 K), C: 250 s (673 K), D: 1750 s (673 K)。

図 2 において、 γ_{LC} 相、 γ_{HC} 相それぞれのピークに着目すると、 γ_{LC} 相のピーク成分は時間経過に伴い消失し、 γ_{HC} 相のピーク成分が支配的となる。また、 γ_{HC} 相の炭素濃度は時間と共に増加する。 γ_{LC} 相は炭素濃度が低いため安定性が低く、フェライト相へ変態する。フェライト変態に伴い炭素が γ_{HC} 相へ拡散し、炭素濃化が進行したと考えら得る。この γ_{HC} 相への炭素濃化により安定性の高い γ_{HC} 相が形成されると考えられる。

673 K 域における相分率と炭素濃度の時間変化を求めた。Scheme 1, 2 のいずれにおいても、時間経過に伴い γ_{LC} 相の相分率は低下した。一方、 γ_{HC} 相の相分率はベイナイト変態初期に形成され、それが維持されることが確認された。また、 γ_{HC} 相の炭素濃度は γ_{LC} 相の相分率低下と共に増加した。 γ_{LC} 相がフェライト相に変態する際に、フェライト相に固溶できない炭素が γ_{HC} 相に拡散したことが明らかとなった。

4. 結論(Conclusions)

低合金 TRIP 鋼のベイナイト変態によるマイクロ組織制御に関し、ベイナイト変態前のオーステナイト・フェライト二相域温度の影響を調査するため、その場中性子回折測定を実施した。また、ベイナイト変態中の中性子回折による観察に対し、時間分解能向上のための解析スキームを検討した。その結果、以下の知見が得られた。

(1) 低合金 TRIP 鋼のベイナイト変態中において、低炭素オーステナイト (γ_{LC}) 相は変態により消滅すると共に高炭素オーステナイト (γ_{HC}) 相が形成される。 γ_{LC} 相から γ_{HC} 相に炭素が拡散するため、 \square_{HC} 相の炭素濃度は増加し、 γ_{HC} 相が安定化する。

(2) 二相域温度が低いほど、673 K のベイナイト変態域における \square_{HC} 相の相分率は高くなる。二相域温度が低いほど、初析フェライトの析出量は大きくなるため、オーステナイト相の炭素量も大きくなる。それに応じベイナイト変態前においてもオーステナイト相の安定性が向上し、ベイナイト変態域の \square_{HC} 相形成に差を生じさせたと考えられる。また、 γ_{HC} 相の炭素濃度は二相域温度によらず同等であり、二相域温度には依存せず、ベイナイト変態温度に依存することが明らかとなった。