

 茨城県 IBARAKI Prefectural Government <h2 style="text-align: center;">MLF Experimental Report</h2>	提出日(Date of Report) 2019.03.18
課題番号(Project No.) 2018AM0016 実験課題名(Title of experiment) 高温その場中性子回折による TRIP 鋼の相変態挙動の評価 実験責任者名(Name of principal investigator) 北原 周 所属(Affiliation) 株式会社コベルコ科研	装置責任者(Name of responsible person) 装置名(Name of Instrument : BL No.) BL15 iMATERIA 実施日(Date of Experiment) 2018/6/17 16:00 ~ 2018/6/17 0:00 2018/11/12 10:45 ~ 2018/11/12 12:45

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>各工程を模擬したその場観察や分析によって、鉄鋼材料の機能発現メカニズムに関係する重要な情報が得られる。したがって、当社は実験室の分析に加え、放射光施設も活用して、高温や腐食などの環境下における鉄鋼材料のその場分析にも力を注いでいる。しかしながら、鉄鋼材料を評価する際、放射光では、評価できる深さや結晶方位などの情報に不足を感じている。一方、J-PARC の中性子線は、鉄鋼に対して高い透過能、速い測定時間分解能、多方位測定能力があり、鉄鋼バルクのその場分析に適している。中性子回折技術の強みを利用して、実験室や放射光との相補活用を推進することで、鉄鋼材料開発に貢献できると期待している。</p> <p>まず、実験室や放射光設備で残留オーステナイト相分率などを評価した材料を用いる[1]。中性子回折で同様に相分率を評価して、実験室や放射光設備で得られるデータと中性子線によって得られるデータとの相違を確認し、中性子利用による特徴を理解する。</p> <p>次に、鋼板の高温その場測定を実施して、各温度域における鉄鋼のオーステナイト相分率、集合組織や、転位性状、炭素の分配挙動（格子定数）などの動的変化の評価を目指したい。本課題では温度変化中に起きる鉄鋼の回折情報の変化を見極めたい。</p>

2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

2.1 試料 (sample(s))

室温での測定は、Fe-0.2C-2Si-5Mn (mass%)の熱間圧延板を供試材に用いた。2相域焼鈍温度 675°C で1分から100分の熱処理を行い、残留オーステナイト量を変化させた各試材[1]を室温で中性子回折測定した。中性子回折測定で用いた試材のサイズはおよそ 30mm×9mm×3mm である。

高温測定では、ビームライン所有の赤外線加熱装置を用いた。試材表面に熱電対を溶接して、試材の温度を測定した。900°Cで20分保持後、Heガスで400°Cまで冷却した。Fe-0.4C-1.5Si-1.5Mn-0.04Al (mass%)のTRIP鋼冷延板を供試材に用いた。試材のサイズは70mm×10mm×1.2mmである。

2.2 実験方法(Experimental procedure)

中性子回折測定はJ-PARC MLFのiMATERIAで実施した。陽子ビームの出力は500kWであった。解析ソフトMAUDを用いて、得られた中性子回折結果より格子定数と α -Feと γ -Feの2相の相分率を求めた。

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.

放射光回折と 5 分積算した中性子回折で得た測定結果を図 1 に示す。微量の Fe₃C の信号が得られているが、中性子は放射光に比べノイズが大きく、微量炭化物の検出感度は低い結果であった。主成分を比較するため、 α -Fe と γ -Fe の 2 相分率を解析した。相分率解析結果を図 2 に示す。2 相域焼鈍時間の増加に伴い γ -Fe の相分率も増加している。中性子測定の解析では Mn の組成を考慮していない 100% Fe を仮定したモデル (Mn なし) と、30 分焼鈍の α -Fe と γ -Fe にはそれぞれ Mn が約 2 mass % と約 10 mass % 含まれることがわかっているため、 γ -Fe 中の Mn 量を焼鈍時間 0~3 分で 5 at.%, 焼鈍時間 10~100 分で 8 at.% 固溶させたモデル (Mn あり) を検討した。Mn なしのモデルでは 10 分以上の焼鈍時間で SR-XRD に対して、中性子回折の γ -Fe の相分率は低い値であった。一方、Mn ありのモデルでは焼鈍時間 1 分以上で、SR-XRD とよく一致した。焼鈍なしの圧延まま材は 2 つのモデルで SR-XRD と一致していない。これは、中性子回折測定するまでの数年間の時効により、変質した結果と推定される。

次に、TRIP 鋼の 900°C からの急冷中の格子定数と相分率の解析結果を図 3 に示す。1 秒間隔で抽出した中性子回折の解析結果より、約 50°C/秒の冷却中に γ -Fe の格子定数は温度に比例して変化していた。また、集合組織が変化しない仮定のもと、急冷中から 400°C 等温保持初期の相分率の変化も解析することができた。

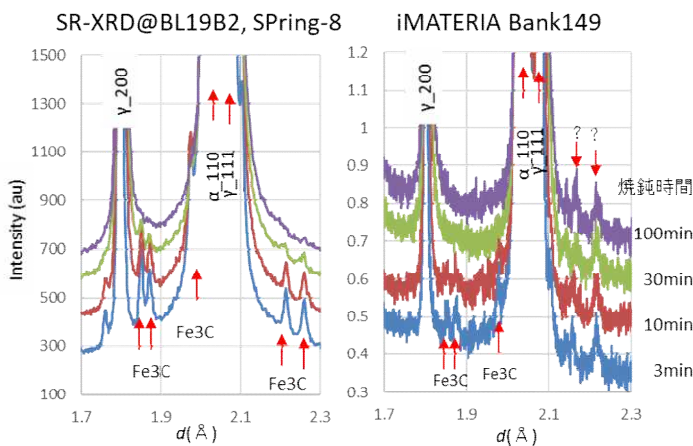


図 1 5%Mn 鋼の放射光と中性子の回折測定結果の比較

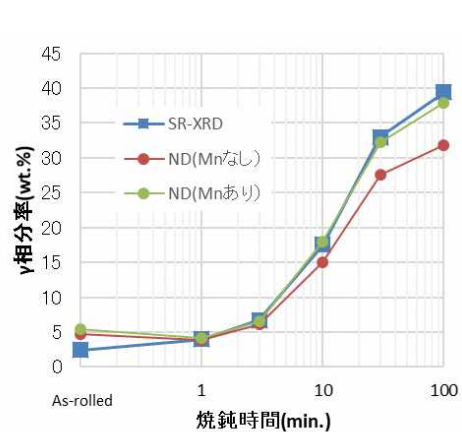


図 2 5%Mn 鋼の 2 相域焼鈍時の相分率変化

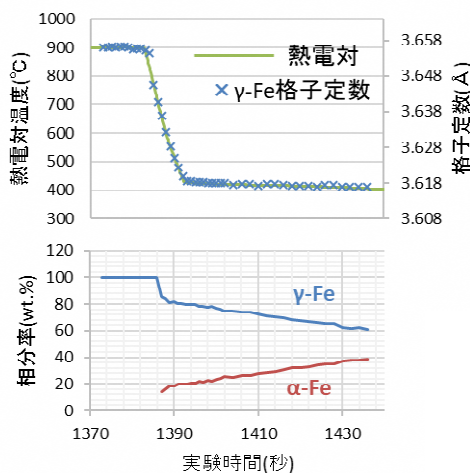


図 3 TRIP 鋼の高温その場測定解析結果

4. 結論(Conclusions)

鉄鋼の放射光および中性子回折実験を比較することで、中性子実験の特徴が理解できた。X線は鉄鋼成分に対して鈍感であるのに対して、中性子は元素ごとに散乱長が大きく異なるため、定量解析する際は添加元素を考慮することが重要であることが分かった。また、X線は鉄鋼に対して透過能が高くないため、高温実験する際は表面の酸化による信号の減衰や脱炭などの影響がある。一方、中性子回折は高い透過能力と高い時間分解能があり、鉄鋼材料の高温その場測定に適していることが分かった。

今後、中性子回折の解析法を習得して、鉄鋼材料の集合組織解析や転位評価など組織解析を進めていく予定である。