

令和 2 年 6 月 9 日現在

機関番号：12101

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2017～2019

課題番号：17H03424

研究課題名(和文) 中性子回折・鉄鋼組織形成シミュレーターによる組織解析法の革新

研究課題名(英文) Innovation of microstructural analysis by using neutron diffraction combined with steel microstructure former

研究代表者

佐藤 成男 (Sato, Shigeo)

茨城大学・理工学研究科(工学野)・教授

研究者番号：40509056

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 14,520,000円

研究成果の概要(和文)：鉄鋼製造プロセスにおける高温領域(約700～900 )からの急冷-中温保持(350～500 )におけるベイナイト変態、安定オーステナイト形成、オーステナイト相への炭素拡散を定量観察する中性子回折組織解析システムを開発した。このシステムはJ-PARC MLFのiMATERIAビームラインに搭載した。ベイナイト変態温度域にて、低炭素濃度の不安定オーステナイト相の消滅と共に、高炭素濃度の安定オーステナイト相の形成が確認された。急冷前の温度やベイナイト変態温度により不安定/安定オーステナイト相の炭素濃度、相分率に変化が生じることを明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

変態誘起塑性鋼の高強度・高延性特性は変形中の残留オーステナイト相のマルテンサイト変態に起因する。したがって、残留オーステナイト相の相分率、安定性がこれら機械特性を支配する。残留オーステナイト相は高温から400 程度のベイナイト変態温度域に急冷した際に形成されるが、その形成過程を直接観察することは従来の分析法では困難だった。本研究では残留オーステナイト相が形成する過程を中性子回折により直接観察する装置を開発し、その装置を用い、残留オーステナイト相形成過程の特徴を明らかにした。ベイナイト変態温度域には低炭素濃度の安定オーステナイト相と高炭素濃度の安定オーステナイト相の存在を明らかにした。

研究成果の概要(英文)：We have developed a neutron-diffraction microstructural observation system that observes bainite transformation, retained austenite formation, and carbon diffusion into the austenite phase during temperature holding around 673 K from high temperature range in steel making processes. This system was installed in iMATERIA beamline at J-PARC MLF. The formation of a stable austenite phase with a high carbon concentration was confirmed along with the disappearance of the unstable austenite phase with a low carbon concentration in the bainite transformation temperature range. It was also clarified that the carbon concentration and phase fraction of the unstable / stable austenite phase change depending on the temperature before quenching and the bainite transformation temperature.

研究分野：金属生産工学

キーワード：TRIP鋼 残留オーステナイト ベイナイト 中性子回折

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

鉄鋼の強度と延性はトレードオフの関係にあるが、多量の残留オーステナイト、ベイナイト、フェライト相を含む TRIP (transformation-induced plasticity) 鋼や高合金鋼では、硬度と延性をそれぞれ受け持つ複合組織相により強度、延性が同時に実現されている。これら合金のさらなる特性向上には、それぞれの相の生成を制御することが課題であり、特に、熱処理中におけるオーステナイト相への炭素拡散と関連づけてオーステナイト相やベイナイト組織の生成を動的、かつ、正確に把握することが不可欠である。

TRIP 鋼はオーステナイト域の高温 (約 700~900 ) から中温域 (350~500 ) に急冷、保持することでベイナイトを生成する。従来、その組織観察は室温に急冷し、顕微鏡観察にて行われている。ただし、急冷に伴い一部のオーステナイトがマルテンサイト変態を起こしうるため、必ずしも中温域で生じるオーステナイト相の安定化現象、あるいは不安定オーステナイト相の消失などは十分に解明されていない。このため中温域での組織観察が望まれているが、従来の EBSD (electron backscatter diffraction) のような組織観察法では、高温下において表面から Mn、Si、C が酸化脱離するため、本来のミクロ組織現象を観察することはかなわない。

申請者グループは、集合組織を解析的に定義し、相分率を測定・解析する装置を J-PARC (高強度中性子施設) の iMATERIA ビームラインに開発した。100 以上の方位の回折データが同時に観測され、それをもとにリートベルト解析と ODF (結晶方位分布関数) 解析を融合した解析法から集合組織と相分率の解析ができる。強い集合組織を持つ圧延鋼板の相分率解析において、1 mass% のオーステナイトに対しても、真値に対する解析値の相対誤差は 10% 以内で相分率を求めることに成功している。中性子は数 mm 厚さの鉄鋼試料も透過するため高温下において表面で生じる合金元素の酸化脱離の影響を無視できる。以上の特徴を活用し、鉄鋼熱処理プロセスをシミュレートした試料環境装置を開発することで、従来困難とされてきた TRIP 鋼のオーステナイト域やベイナイト変態域におけるミクロ組織現象を直接観察することが可能になると期待される。

### 2. 研究の目的

鉄鋼製造プロセスにおける高温領域 (約 700~900 ) からの急冷 - 中温保持 (350~500 ) におけるベイナイト変態、安定オーステナイト形成、オーステナイト相への炭素拡散を定量観察する国内外初の中性子回折組織解析システムを開発する。高速加熱、ガス急冷による温度制御と相変態をモニターする熱膨張計を搭載した中性子回折・鉄鋼組織形成シミュレーターを開発し、J-PARC の iMATERIA ビームラインに申請グループが開発した「中性子回折による迅速集合組織・相分率解析法」と共に用いることで初めて実現するシステムである。本申請を通じ、ベイナイト変態温度域で生じるベイナイト形成速度とベイナイト相からの炭素拡散に伴うオーステナイト安定化の速度論を議論する。それに基づく鉄鋼組織制御の学理の進展を目指す。

### 3. 研究の方法

中性子回折測定は J-PARC の物質・生命科学実験施設 (Materials Life Science Facility, MLF) の茨城県ビームライン BL20 (iMATERIA) にて実施した。iMATERIA では白色パルス中性子を用いた TOF 法に基づき回折測定が行われる。TOF 法は、中性子の速度が波長に依存する特徴を利用し、白色パルス中性子の線源から検出器までの飛行時間をもとに回折パターンを得る。TOF 型中性子回折では飛行時間をもとに回折パターンが得られるため、検出器の走査なしに低次から高次の回折を同時に短時間で測定できる。iMATERIA は BS (Back Scatter) バンク、SE (Special Environmental) バンク、LA (Low Angle) バンクの検出器バンクを有し、多数の検出器が試料を囲むように位置している。全てのバンクをそれぞれ立体角 5° で分割することで、132 方位の回折パターンが同時に得られる。入射中性子のビームサイズは 22 mm × 22 mm とし、板厚 2 mm の板状鉄鋼試料に対し、圧延面法線方向 (ND) に入射した。

iMATERIA における TOF 型中性子回折より集合組織、相分率解析を行う場合、全ての検出器が使用される。このため、ヒーター等の構造材が中性子の光路を妨げないようにする必要がある。図 1 は iMATERIA を上方から描いた模式図であるが、検出器への中性子光路を確保しつつ加熱、

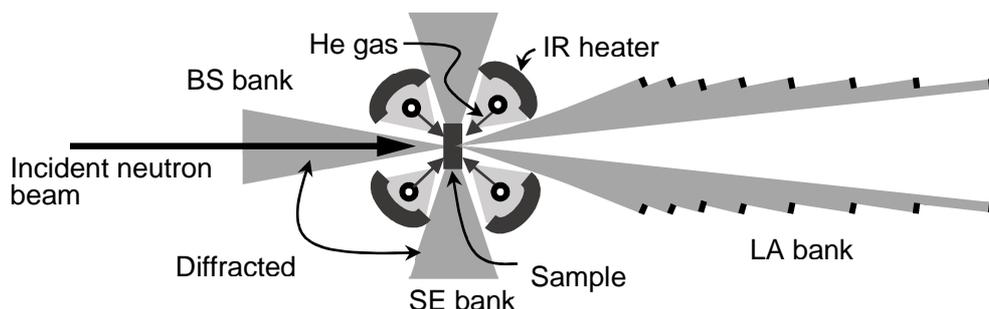


図 1 iMATERIA 回折計に組み込んだ鉄鋼組織形成シミュレーター模式図。

冷却が行えるシステムとした。試料加熱は、試料に対し4方向から赤外線(IR)ヒーターにより行った。また、試料冷却に液体窒素冷却したHeガスを冷却ガスとして噴射するシステムとなっている。なお、試料に溶着したR型熱電対により試料温度をモニターした。

残留オーステナイトなどの相分率は中性子回折に対するRietveld texture解析より求めた。また、オーステナイトの炭素濃度は相の安定性を考察する上で不可欠である。オーステナイトの炭素濃度は111回折から求められる格子定数より評価した。

#### 4. 研究成果

Fe-1.48Si-1.52Mn-0.15C (mass%)を用いた。Andrewsの式<sup>2)</sup>から、この組成の $Ac_3$ ,  $Ac_1$ ,  $M_s$ 温度はそれぞれ1171, 1023, 696 Kとなる。図2に示すScheme 1, 2の熱処理パターンのもと中性子回折測定を行った。Scheme 1, 2はベイナイト変態温度である673 Kに急冷する前の温度を変えている。それぞれのSchemeはオーステナイト相への炭素濃度を制御する熱処理パターンである。

Scheme 1の673 K急冷直後および室温冷却後の回折パターンを図3に示す。熱処理後のオーステナイト相の111回折は対称な形状のピークである。一方、673 K急冷直後の111回折は非対称な形状である。熱処理後の室温では単一のオーステナイト相であるのに対し、673 K急冷直後には異なる炭素濃度を持つ複数のオーステナイト相が存在することを示唆している。ピーク分離解析を行った結果、673 K急冷直後には高炭素と低炭素を持つ2種類のオーステナイト相が存在することが明らかになった。ベイナイト変態中に低炭素の不安定オーステナイト相と高炭素の安定オーステナイト相が形成されることが明らかになった。室温冷却後には不安定オーステナイト相が確認されない。このため、不安定オーステナイト相の炭素濃度や相分率の変化をモニターするには中性子回折を用いたベイナイト変態中の組織形成の必要性を示している。

図4はオーステナイト相の111回折から求められた673 Kにおける高炭素オーステナイト相と低炭素オーステナイト相の格子定数の経時変化である。Scheme 1ではいずれのオーステナイト相も炭素濃度増加による格子定数の増加が確認される。一方、Scheme 2では低炭素オーステナイト相は673 K初期に消失することが確認された。また、不安定オーステナイト相の炭素濃度は低いことがわかる。安定オーステナイト相の格子定数はScheme 1, 2のいずれも同等であるため、炭素濃度がベイナイト変態温度に依存することが判明した。

Scheme 1では973 Kにてフェライト相を一部形成するため、オーステナイト相の炭素濃度が増加する。それに起因し、不安定オーステナイト相の炭素濃度が増加し、ベイナイト変態中も安定に存在したと考えられる。

#### <引用文献>

- 1) Y. Onuki, S Sato, et al.: Metall. Mater. Trans. A, 50 (2019) 4977-4986.
- 2) K.W. Andrews: J. Iron Steel Inst., 203 (1965) 721-27

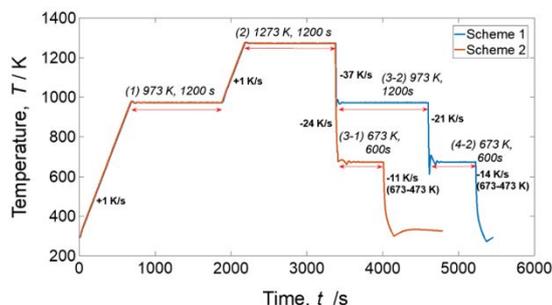


図2 Scheme 1, 2の熱処理の温度履歴<sup>1)</sup>。

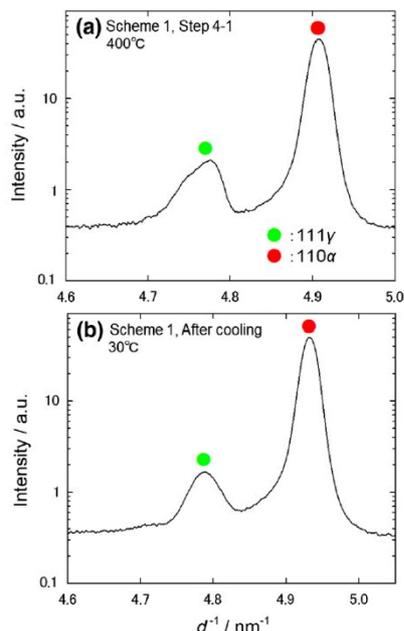


図3 Scheme 1の(a)673 K急冷直後および(b)熱処理後の中性子回折パターン<sup>1)</sup>。

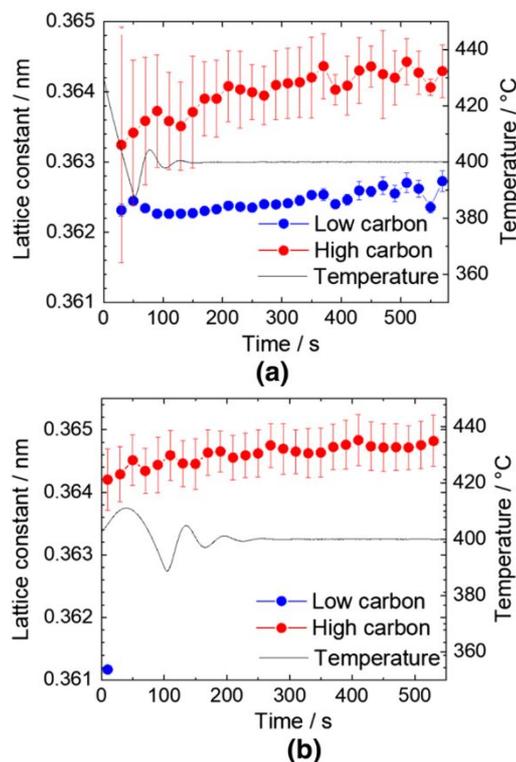


図4 (a) Scheme 1, (b) Scheme 2の673 Kにおけるオーステナイト相単相濃度の変化<sup>1)</sup>。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Onuki Yusuke, Hirano Takashi, Hoshikawa Akinori, Sato Shigeo, Tomida Toshiro	4. 巻 50
2. 論文標題 In Situ Observation of Bainite Transformation and Simultaneous Carbon Enrichment in Austenite in Low-Alloyed TRIP Steel Using Time-of-Flight Neutron Diffraction Techniques	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Metallurgical and Materials Transactions A	6. 最初と最後の頁 4977 ~ 4986
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1007/s11661-019-05415-6	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 平野孝史, 小貫祐介, 星川晃範, 富田俊郎, 佐藤成男	4. 巻 51
2. 論文標題 Rietveld texture解析を用いた鉄鋼ミクロ組織評価における 等方性温度因子の影響	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 X線分析の進歩	6. 最初と最後の頁 147 ~ 156
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計8件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 小貫祐介, 平野孝史, 佐藤成男, 星川晃範, 富田俊郎
2. 発表標題 動的な微細組織変化追跡のためのその場中性子回折測定システムの構築
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第176回秋季講演大会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 平野孝史, 小貫祐介, 星川晃範, 石垣徹, 富田俊郎, 佐藤成男
2. 発表標題 鉄鋼の高温から中温への冷却における相変態及び炭素拡散現象に対する中性子回折による観測
3. 学会等名 第54回X線分析討論会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 平野孝史、佐藤成男、小貫祐介、星川晃範、富田俊郎
2. 発表標題 鉄鋼の集合組織および相分率に対するRietveld-texture解析の等方性温度因子の影響
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第177回春季講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 小貫祐介、平野孝史、佐藤成男、星川晃範、富田俊郎
2. 発表標題 中性子回折による動的な組織形成のその場観察 秒単位の時分割実現に向けて
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第177回春季講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 平野孝史、小貫祐介、星川晃範、石垣徹、富田俊郎、佐藤成男
2. 発表標題 鉄鋼の急冷に伴う相変態現象その場中性子回折測定法の開発
3. 学会等名 第53回X線分析討論会
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 小貫祐介、佐藤成男、富田俊郎
2. 発表標題 TOF型中性子回折による短時間・高精度の集合組織・相分率同時測定手法の開発
3. 学会等名 製鋼第19委員会 製鋼計測化学研究会第72回会議
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 小貫祐介、星川晃範、平野孝史、佐藤成男、石垣徹、富田俊郎
2. 発表標題 中性子回折計iMATERIAを用いた集合組織と相分率のその場測定環境の構築
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第175回春季講演大会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 平野孝史、小貫祐介、星川晃範、石垣徹、富田俊郎、佐藤成男
2. 発表標題 中性子回折測定による鉄鋼の加熱・冷却におけるミクロ組織変化のその場観察
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第175回春季講演大会
4. 発表年 2018年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

量子ビーム組織解析研究室 <a href="http://crystal.appl-beam.ibaraki.ac.jp/links/index_gakkai.html">http://crystal.appl-beam.ibaraki.ac.jp/links/index_gakkai.html</a>
-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	小貫 祐介  (Onuki Yusuke)  (50746998)	茨城大学・フロンティア応用原子科学研究センター・産学官連携助教    (12101)	

## 6. 研究組織（つづき）

	氏名 (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	星川 晃範 (Hoshikawa Akinori) (60391257)	茨城大学・フロンティア応用原子科学研究センター・産学官 連携准教授  (12101)	
研究分担者	石垣 徹 (Toru Ishigaki) (00221755)	茨城大学・フロンティア応用原子科学研究センター・産学官 連携教授  (12101)	