

# 高精度 FE-EPMA による 低炭素鋼の初析フェライト変態初期における炭素の分配

山下 孝子<sup>1)\*</sup>·榎本 正人<sup>2)</sup>·田中 裕二<sup>1)</sup>·松田 広志<sup>1)</sup>·名越 正泰<sup>3)</sup>

Analysis of Carbon Partitioning at an Early Stage of Proeutectoid Ferrite Transformation in a Low Carbon Mn-Si Steel by High Accuracy FE-EPMA

Takako YAMASHITA, Masato ENOMOTO, Yuji TANAKA, Hiroshi MATSUDA and Masayasu NAGOSHI

Synopsis : Understanding of  $\gamma \rightarrow \alpha$  transformation during intercritical annealing is important to achieve precise control over the mechanical properties of low-carbon steels. And control of the carbon contents in the phases is the most important factor in alloy design for achieving high strength and high ductility. However, it is unusually difficult to determine the carbon contents in multiphase structures with high accuracy. So, we have developed new methods for suppressing hydrocarbon contamination during field emission (FE) EPMA measurements.

Carbon enrichment at  $\gamma/\alpha$  interface and carbon concentration of  $\gamma$  phase in Fe-0.15%C-2%Si-(1.5, 2.0)%Mn steels isothermally transformed at 750 and 800°C was measured using developed FE-EPMA. The paraequilibrium (PE) model gives much better predictions for carbon enrichment in 1.5%Mn steel for 15 s. The NPLE/PLE transition model of local equilibrium gives much better predictions in 2.0%Mn steel. But the interfacial carbon concentration agrees with the composition of PLE/NPLE transition line in all alloys annealing for 1800 s. Furthermore, carbon enrichment shifted from the PE to NPLE model during annealing.

Key words: phase transformation; local equilibrium; paraequilibrium; phase diagram; thermodynamics; high tensile steel; intercritical annealing.

## 1. 緒言

近年,自動車部材に用いられている高張力鋼板(ハイテ ン)は,強度と延性の両方を向上させる必要がある。それ には,強度を担うマルテンサイトやベイナイトなど硬質相 による鋼の生地そのものの高延性化と,残留オーステナイ ト相による加工誘起変態を利用した伸びの向上の両方の活 用が必須である<sup>1-3)</sup>。さらに,マルテンサイトやベイナイト および残留オーステナイトを活用して特性向上を図る場 合,それぞれの相の形成機構を解明する必要があるが,そ れには,これら組織と元素の分配挙動の関係,特に二相域 焼鈍中の分配挙動を解析することが重要である<sup>4-10)</sup>。

これらの組織形成の基礎理論となる相変態は、一般的に 鉄鋼材料の組成はFe-C-X(Xは置換型合金元素X=X<sub>1</sub>, X<sub>2</sub> …)であるため、炭素と他の合金元素の拡散速度が極端に 異なり、局所平衡あるいはパラ平衡で相変態が進行する ケースが多いと考えられる。局所平衡やパラ平衡の理論解 析については、1970年代から、KirkaldyやAaronsonらのグ ループで精力的に研究されたが<sup>11-13)</sup>、当時はFe-C-SiやFe-C-Mn、NiあるいはFe-C-Si-Mnといった3元系および4元系 合金をy化後,冷却して2相域で保持した試料を電子線プ ローブX線マイクロアナリシス (EPMA) などで元素分析 して相分配を測定する手法が用いられていた。これらの研 究例は十分に溶体化した粗大な結晶粒を対象とし,しかも SiやMnなど置換型元素の分配を観察できる分配局所平衡 (Partition Local Equilibrium, PLE) モードで変態が進行する 時間まで保持したものが多かった。

一方,最近の研究では,電界放出型(Field Emission:以下FEと略す)電子銃を搭載したFE-EPMAを用いて短時間 焼鈍の変態挙動の解析が試みられている<sup>14,15)</sup>。短時間焼鈍 の元素分配挙動の解析には,これらの組織と炭素の分配挙 動の関係を解析することが重要であるが,通常の分析手法 では,測定中における試料表面の分析箇所に蓄積する炭化 水素の汚染(カーボンコンタミネーション:コンタミと称 す)の影響により,鋼の組織に対応した微小領域の微量炭 素の定量は不可能であると考えられてきた。

そこで,著者らはコンタミを大幅に低減させる特殊仕様 を組み込んだ,独自のFE-EPMAを開発した。開発した装置 は,従来装置では点分析でも0.1 mass%程度に留まってい る炭素の定量下限を,二次元分布評価の場合でも0.01%以

2) 茨城大学名誉教授 (Emeritus Professor, Ibaraki University)

DOI: http://dx.doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2017-025

平成29年3月27日受付 平成29年6月30日受理 平成29年8月18日J-STAGE早期公開 (Received on Mar. 27, 2017; Accepted on Jun. 30, 2017; J-STAGE Advance published on Aug. 18, 2017)

<sup>1)</sup> JFEスチール(株) スチール研究所 (Steel Research Laboratory, JFE Steel Corporation, 1 Kawasaki-cho Chuo-ku Chiba 260-0835)

<sup>3)</sup> JFEスチール(株)スチール研究所(現: JFEテクノリサーチ(株)) (Steel Research Laboratory, JFE Steel Corporation, now JFE Techno-Research Corporation)

<sup>\*</sup> Corresponding author : E-mail : ta-yamashita@jfe-steel.co.jp

下に維持できる世界初のFE-EPMAとなった。本装置(Cア ナライザー)により,鋼板中の組織に対応した炭素の二次 元分布(Cマッピング)を世界で初めて可視化することに 成功した<sup>16)</sup>。

本論文ではFe-C-Si-Mn4元系のモデル合金を用いて、溶体化後 $\alpha$ + $\gamma$ 2相域で比較的短い等温保持後の組織を凍結した試料を作製した。それらを、Cアナライザーを用いて元素分配挙動を測定するとともに、拡散律速型変態解析ソフトDICTRA<sup>17)</sup> (DIffusion Controled TRAnsformation)を用いて相変態挙動を解析し、Cの分配挙動について比較した。

## 2. Cアナライザーの開発と性能<sup>16)</sup>

#### 2·1 装置開発

従来,鋼中元素の定量分析に用いられてきたEPMAは, 測定時に試料表面に蓄積する炭素汚れ,すなわちコンタミ のために,炭素の定量評価が困難である。これは,試料の 表面や周辺に存在するハイドロカーボン等の汚染物質が入 射電子線と相互作用して試料表面に炭素を蓄積するもの で,これまでは研磨など試料前処理で試料表面に残存する 汚れを極力低減することや,測定室内の試料直上に液体窒 素の冷却トラップを設置することで,測定中に蓄積するコ ンタミを低減してCを測定してきた。しかしながら,従来 装置では点分析でも0.1 mass%程度の炭素分析しかできな かった。しかし,著者らは上記コンタミを大幅に低減させ る特殊仕様を組み込んだ独自のEPMAを製作することを 試みた。

本開発装置における鋼板組織に対応したCを測定する手 法は,非破壊で,かつ,分析面積を結晶粒経よりも小さく する必要がある。FE-EPMAは分析面積が小さく,非破壊分 析で微小領域のC分析を行うのにもっとも適していると考 えられる。

そこで, FE-EPMAをベースとして, EPMAの炭素分析で 問題となるコンタミを低減・抑止する技術を開発した。本 装置におけるコンタミ低減・抑制技術は,

- 1. 試料周辺のハイドロカーボン除去
  - … 試料室および試料準備室へのプラズマクリーナー 装着,液体窒素トラップ装備
- 2. 測定中の試料周辺へのハイドロカーボン蓄積抑制
  … 試料温度を100℃に保持できるFE-EPMA用加熱ス テージ
- 3. 高感度化による測定時間の大幅削減
  - …炭素用分光結晶を3台併用

の3点である。

まず, 試料へのプラズマ照射によるコンタミ削減はSEM やTEM観察では実績があるが, EPMAの測定室でプラズ マ照射することは検出器先端の有機膜にダメージを与える ためEPMAでは実績がなかった。そこで, プラズマによる EPMAの検出器へのダメージを避けるために検出器前に保 護板を設置し、プラズマ照射時に検出器先端が露出しない ように改造した。しかしながら、プラズマ照射しただけで は電子線照射時間増加とともに、プラズマ照射の効果はな くなりコンタミが蓄積する。そこで、2点目の技術として、 EPMAでは初となる加熱ステージを作製した。さらに、信 号強度を増加させて短時間で分析を終了すればコンタミ蓄 積前に測定を完了できると考え、炭素に対して感度の高い 分光素子(LDE6H)を3台搭載した。開発装置のコンタミ 削減技術概要をFig.1に示す。

## 2・2 Cアナライザーの炭素定量精度

開発した炭素分析用FE-EPMA (Cアナライザー)を用い て、炭素量が既知の試料を定量した値と、測定日も複数で その都度試料前処理を再調整して合計16回測定したとき の再現性による定量精度(標準偏差)をTable 1に示す。開 発装置では、C=0.089から0.46 mass%の範囲でいずれも 約0.01 mass%の定量精度で炭素を分析可能であることが わかる。

## 3. 実験

#### 3・1 供試材および実験方法

用いた供試材の化学組成をTable 2に示す。これらは実験 室にて真空溶解した後, 熱延および冷延して厚さ1 mmの 鋼板とし, Fig.2に示した熱処理を施した。950℃でy単相に

Table 1. Quantification precision according to repeatability using the developed instrument.

			(n	nass%) N=16
a) chemical analysis	b) EPMA	c) difference between a) and b)	d) standard deviation of b)	e) standard error of b)
0.089	0.084	- 0.005	0.008	0.002
0.188	0.179	- 0.009	0.007	0.002
0.281	0.285	+ 0.004	0.009	0.002
0.460	0.481	+ 0.021	0.012	0.003

Table 2. Chemical composition of alloys (mass%).

Alloy	С	Si	Mn
А	0.15	2.0	1.5
В	0.20	2.0	1.5
С	0.15	2.0	2.0



Fig. 2. Schematic diagram of heat treatments.

した後, 二相域の750℃または800℃で15 sおよび1800 s保 持後水冷した試料のL断面を鏡面研磨し, Cアナライザー にてC, Si, Mnの定量分析を実施した。

Cアナライザー測定は、まずCの測定を実施し、加速 電圧7 kV,照射電流5×10<sup>-8</sup> Aで行い、ビーム径は最小 (Focused)とした。さらに、詳細は別報に委ねるがコンタ ミの蓄積しにくい測定条件<sup>18)</sup>で、Cの定量ライン分析また は定量マッピング分析を実施した。今回用いた測定条件に おけるCアナライザーのC分析の空間分解能は100 nm以 下であり、Cの定量方法は、Fe-C合金標準試料を用いた検 量線法を用いた。次いで、同一視野のSi,Mnの測定を行っ た。Si,MnはK線を分析するためとS/N比の観点から加速 電圧9 kV,照射電流1×10<sup>-7</sup>Aに変更して測定した。なお、 今回用いた試料は後述のようにSi,Mnは分配しないと予 想されるが、そのことを各鋼種1試料ずつ確認して、その 他の試料のSi,Mn測定は省略した。

さらにCアナライザー測定箇所の同視野の組織観察を行 うために、Cアナライザー測定後の試料を軽く研磨してか らナイタール (3%) でエッチングし、FE-SEM (Carl Zeiss 製Supra55VP) で観察した。観察には、組織の微細構造まで 観察するために、加速電圧1 kVでインレンズ (物質強調) 像を用いた。

## 3・2 DICTRA計算方法

本研究における相変態挙動を解析するためにDICTRA (ver. 2015b)を用いた。DICTRAは局所平衡を前提として拡 散方程式を解くソフトウエアであるが、Thermo-Calcと連動 して動作するためThermo-Calcの熱力学データを使用でき るほか、CALPHAD法で評価された多元系の拡散係数を拡 散データベースより持ち込んで計算することができる<sup>19)</sup>。

今回の計算に用いた DICTRA の計算モデルを Fig.3 に示 す。用いた熱力学データベースは TCFE7,拡散データベー スは MOB2 である。検討に用いた4元系モデル合金の初期 組織は,結晶粒径が比較的粗大であることからセルの形状 は矩形として,時間経過とともにγ相セルの左側からα相 が成長するように設定した。さらに,核生成を取り扱わな い拡散現象に限定して計算するために,セルの左側にあら かじめ非常に薄い (1×10<sup>-9</sup> m幅) α相を設定した。セル全



Fig. 3. Calculation condition of the phase transformation in DICTRA.

体の長さは結晶粒径のばらつきを考慮し, 粒径の最大値と 最小値それぞれの1/2の25 µm および10 µm とし, 通常の局 所平衡のほかパラ平衡 (paraequilibrium, PE) モードによる 750℃, 800℃での等温変態を1800 sまで計算した。

## 結果および考察

#### 4・1 Cアナライザーによる供試鋼の炭素分析結果

合金 Aの750℃, 15 s保持した試料のC定量マッピング 測定結果および同視野を低加速FE-SEMで観察した組織と ともにFig.4に示す。図にはマッピング中心の矢印(⇒)位 置をライン分析したプロファイルも同時に示すが,測定し た箇所は旧y粒界から生成したαがy相を分断することな く, a/y境界以外のC濃度が均一なマルテンサイト相とα相 が生成している箇所であり, マルテンサイト相の中心はバ ルク濃度 (C=0.15 mass%)であり, α成長とともに吐き出 されたCが界面に濃化している様子が明確に測定されてい ることがわかる。また, 界面への濃化が見られない箇所も あり, 界面によって変態速度に差があると予想される。

次に、同じ合金Aの750℃、15s保持後の試料で、フェラ イト変態が進みα相同志が合体して島状にγ相が残存す る箇所の、Cアナライザー測定結果とFE-SEM観察結果を Fig.5に示す。同じ保持時間でも変態の進行している場所で はγ相へのC濃化が進行し、γ(冷却時にマルテンサイトに 変態している)相中心のC濃度も高くなっていることがわ かる。粒径の大きいγ相の中心は先ほどと同じバルク濃度 (C=0.15 mass%)であるが、Fig.5ではほとんどの界面にお いて、程度が異なるもののCは濃化していることがマッピ ング測定より明らかになった。すなわち、測定場所や界面 によっても、その濃化度合や変態の進行速度が異なること がデータによって示され、面分析の重要性が示唆された。

また、炭素量が異なる合金Bの750℃,15 s保持後の試料 の同様の測定結果をFig.6に示すが、炭素量が高いために 合金Aよりもy相分率が多い結果となっている。α相の生 成量が多い界面では炭素の吐き出しが多く、界面へのC濃 化量も増加していることがマッピング結果より明らかであ り、移動している界面を捉えていると予想される。

最後に、合金A、Bの750℃、15 s保持後試料の、Cアナラ イザーによる低倍率のC定量マッピング測定結果をFig.7 に示す。まず、いずれの試料も粒径の大きいy粒の中心部 分の炭素濃度はバルク濃度であるが、コンタミの影響のほ とんどないCアナライザーでは、マッピング結果より合金 AとBの0.05 mass%というわずかなバルクの炭素濃度差は 明確に測定可能である。また、炭素量の少ない合金 Aの方 が、フェライト変態が進行してy粒径が小さい部分にC濃 化していることが明確にとらえることができ、従来技術で は不可能であったC濃度の2次元の可視化に成功したと言 える。

## 4・2 DICTRA計算結果

炭素の高精度定量分析が可能になったので、二相域焼 鈍におけるC分配挙動を解析するためにDICTRAを用い て $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態の計算を行った。DICTRAの計算結果の一例 として、合金Aの750℃焼鈍時における $\alpha$ 相分率時間変化



Fig. 1. Schematic diagram of developed instrument for carbon mapping in steels.



Fig. 4. SEM images and quantitative carbon mapping and line analysis of alloy A for annealed at 750°C for 15 s using the developed FE-EPMA (C-analyzer).



Fig. 5. SEM images and quantitative carbon mapping and line analysis of alloy A for annealed at 750°C for 15 s using the C-analyzer.

をFig.8 (a) および (c) に示す。保持時間1800 sでは不分配 局所平衡:No-Partition Local Equilibrium (NPLE) 領域から PLE領域へ移行しているが,計算結果は省略するがSi, Mn は分配していない。Si, Mnが分配しないことは一部の試料 のEPMA測定でも確認した。また,保持時間0,15,1800 s におけるCのプロファイル計算結果をFig.8 (b) および (d) に示す。図の上段 (a),(b) はセル幅が10 µm (セル幅は結 晶粒径20 µmの半分),下段 (c),(d) はセル幅が25 µmの 計算結果であるが,セル幅が狭いとセル幅に対する界面移 動が相対的に速くなり,ソフトインピンジメントが早期に 起こり始めるので,y相中心のC濃度が速く増加する。

さらに、局所平衡モードおよびPEモードで計算した合 金Aの750と800℃で15 s保持と、合金B、Cの750℃、15 s 保持後のCプロファイル計算結果をまとめてFig.9に示す。 図より、界面のC濃度はセル幅によらず、局所平衡モード よりもPEモードの方が高くなり、変態速度も速いことが わかる。

#### 4·3 二相域短時間焼鈍時のγ中炭素濃度

ここで、Cアナライザーによる各試料のC定量マッピン グデータを用いて、同時に測定された同一試料の複数界面



Fig. 6. SEM images and quantitative carbon mapping and line analysis of alloy B for annealed at 750°C for 15 s using the C-analyzer.



Fig. 7. Quantitative carbon mapping of alloy A, B for annealed at 750°C for 15 s using the C-analyzer.

の炭素濃度を読み取ることによって、それぞれの試料の相 変態初期における炭素分配挙動が、局所平衡が支配的なの かパラ平衡が支配的なのかを考察した。相変態がNPLEで 進行しているかPEで進行しているかは、Fig.9で示される ようにマトリクス濃度の差はわずかなため、界面のピーク の炭素濃化で判断するのがよいと考えられる。しかも、界 面の炭素濃度は結晶粒径によらないため、FE-EPMAの空 間分解能では多少荒いが、測定点数を増やすことで界面に 濃化する炭素濃度の評価を試みた。そこで、合金A、B、C の750℃、15s保持後の試料、および合金Aの800℃、15s保 持後の試料をFig.4~6と同様の倍率で5視野以上定量マッ ピング測定を実施し、α相が生成している5~7か所の切断 面のラインデータを読み取った。これら30か所以上のC濃 度プロファイルより、界面におけるピークC濃度と、バル ク(マトリクス)のC濃度を求めた。

低炭素鋼のフェライト変態は、変態の初期ではPEであ るが、その後NPLEを経由してPLEへ移行すると考えられ ている。たとえば、Hutchinsonら<sup>20)</sup>は、Fe-C-Ni合金におけ る初析フェライトの成長速度が、変態開始より数十秒後に 急激に遅くなることを見出し、成長が遅くなる前の段階で はNiの拡散スパイクが未発達のため、パラ平衡に近い条件 で成長し、スパイクが発達した後はNPLEモードに遷移す ると述べている。Fig.10a)とb)にFe-C-Mn-Si4元状態図の 局所平衡とパラ平衡下のフェライトの成長の界面共役線を 示す。バルク組成Oを通る炭素の component ray (4面体状 態図の炭素の頂点からでて、Fe, Mn および Siの組成比が 一定となる直線)が、α/(α+γ)相境界と交わる点をaとし、



Fig. 8. Calculated volume fraction of α phase and C profiles of alloy A in isothermal annealed at 750°C using DICTRA.

aを一端とする平衡共役線の他端をそれぞれc, dとする。 Fig.10a)でcを通る炭素の等活量線は、3元系と異なり等活 量面となるが、その面と炭素のcomponent rayが交わる点b がこの合金の当該温度におけるPLE/NPLE境界である。4 元系ではPLE/NPLE境界も全体としては曲面であるが、図 中斜線を施した面に相当する。このように、3元系と同様 の手法でPLE/NPLE境界や遷移温度を計算できる。本合金 は2 mass%のSiを含み、モル分率としてはMnより大きく なるが、a/y相境界やPLE/NPLE境界に与える影響はMnに 比べると小さい<sup>21,22)</sup>。

Fig.11に上記手法でThermo-calcを用いて計算した合金 Aおよび合金Cのパラ平衡によるa/y相境界およびT<sub>0</sub>組成, NPLE/PLE遷移組成を併せて示す。これをみると, a)の1.5 mass%Mn合金では800℃,750℃ともに15 sという短時間 焼鈍で,界面の一部はPEモードによるy相中の炭素濃度に 達している。それに対して, b)の2.0 mass%Mn合金では同 じ15 s保持後でNPLE濃度近傍である。

局所平衡の界面共役線の一端であるFig.10a)のcはMn の拡散スパイクの頂点におけるC濃度である。そこで,保 持時間が15 sの試料のフェライトの厚さがFig.4などより ~10  $\mu$ mとすると,平均の成長速度は,v~0.6  $\mu$ m/sである。 y中のMnの拡散係数をD~10<sup>-18</sup> m<sup>2</sup>/sとすると<sup>23)</sup>, Mnスパ



Fig. 10. a) Local equilibrium (ac) and b) paraequilibrium interfacial tie-line (ad) for the growth of ferrite in an Fe-C-Mn-Si alloy (O). O' is the projection onto the basal plane or Fe-C-Mn phase diagram.

 $w \approx \frac{D}{v} = 1.6 \times 10^{-12} m$  (1)

となり、アナライザーの分解能を大きく下回っている。こ のことから、NPLEモードにおける点cのC濃度は測定が困 難であり、Fig.11の合金A(1.5 mass%Mn)のNPLE境界を 越える高いC濃度は、PEモードによる成長を示唆する。ま た、合金AではPLE/NPLE境界以上のC濃度が観察された のに対し、15 s保持の合金C(2 mass%Mn)ではPLE/NPLE 境界に近いC濃度しか観察されなかった理由としては、1.5 mass%Mn合金ではフェライトの成長速度が速く、かつMn 量も少ないため、Mnスパイクの形成に時間がかかると考 えられる。実際, Hutchinson  $5^{20}$  はFe-C-Ni 合金のフェライ ト成長時に $\alpha/\gamma$ 界面を横切る Ni の流束が Ni 濃度に比例する ことを示し, 界面の移動速度が遅いほど大きくなると考察 している。実験的にも Z.Q.Liu  $5^{14}$  は, Fe-2 mass%Mn-0.05 mass%C および 0.14 mass%C 合金の 600,650 および 700 °C で 60 s~10000 s 等温保持した試料を FE-EPMA 分析し, これ らの温度でNPLE境界に近いC濃化が得られていることを 報告している。

次に、y相中の炭素量が一定となる1800 s保持した合金 A, B, Cを用いて、Cアナライザーによる相中の炭素濃度 と局所平衡モードのDICTRAの計算結果を比較した。結 果をFig.12に示す。図中、C量の少ない方より、合金Cの



Fig. 9. C profiles in alloys A, B and C isothermally annealed at 750°C for 15 s, simulated under local equilibrium and paraequilibrium using DICTRA.



Fig. 11. Results of C composition measurement in γ phase superimposed on paraequilibrium phase diagram and To composition, NPLE/ PLE transition composition.

(脚注) Fig.9のPEモードによるDICTRAのプロファイルについて

PEは合金元素のスパイクがなく、炭素の拡散プロファイルはなだらかに変化すると考えられるが、ここではDICTRAによるシミュレーション結果をそのまま掲載している。



Fig. 12. Comparison of C content between measurement value of C-analyzer and DICTRA.

800℃, 合金Aの800℃, 合金Bの750℃の値である。 原点近 傍の点は各試料のフェライト領域のCアナライザーの測定 値および計算値を用いた。結果より, Cアナライザーの測 定結果はいずれもDICTRAの計算結果とよく一致すること がわかった。従って,本実験の試料も変態が進行した1800 sでは局所平衡モードのC濃度に近似することと考えられ る。

以上より、合金Aでは750℃および800℃の $y \rightarrow a$ 変態に おいて15 sの変態初期ではPEモードで変態が進行するが、 保持時間とともにNPLEモードに移行し、1800 s保持する とPLEモードに移行し変態が進行するようになる。さら に、合金Cでは、750℃、15 sではNPLEモードで変態が進 行していることが明らかになった。鋼の相変態で初析フェ ライトの成長でNPLEモードよりも前の段階に存在すると 考えられているPEモードでの成長が成分原子の濃度分析 により確認された例は初めてであり、今回開発したアナラ イザーによる高精度のC分析により可能になった。

さらに、これらの事実は、実機プロセスの二相域焼鈍工 程においては重要であり、通常均熱時間が120 s程度の短 時間のCAL (Continuous Annealing Line) 工程における焼鈍 では、Mn添加量のわずかな違いにより $y \rightarrow \alpha$ 変態速度が変 化してしまうことを意味する。変態速度はプロセス条件を 決定する上で重要なポイントとなるため、Mn量の影響を 把握しておくことが大事である。

## 5. 結言

測定時のコンタミを抑制することで0.01 mass%の測定 精度で微小領域の炭素分析を可能にしたFE-EPMA (Cアナ ライザー)を開発し、二相域焼鈍中における $y \rightarrow \alpha$ 相変態初 期における炭素分配挙動をDICTRAの計算結果と比較し た。その結果、

Fe-0.15%C-2%Si-1.5%Mn (mass%) 合金では、750℃および800℃のy→α変態において15 s保持後ではPEモード

で変態が進行する

- これらの試料は750,800℃で1800s保持するとPLEモードに移行して変態が進行するようになる
- 3) Fe-0.15%C-2%Si-2%Mn (mass%) 合金では, 750℃, 15 s ではNPLEモードで変態が進行している

ことが明らかになった。このことは、Mn量により変態速 度が変化することを意味しており、プロセス条件を決定す る上で重要である。

しかしながら, DICTRAの計算は1次元であり, 今後の 組織解析のためには2次元に対応した計算手法の開発が望 まれる。

#### 謝辞

本研究は国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合 開発機構 (NEDO) 委託事業「革新的新構造材料等研究開発」 の一環による成果である。

#### 文 献

- W.Cao, J.Shi, C.Wang, L.Xu, M.Wang and H.Dong: Proc. Int. conf. on Advanced Steels 2010 (ICAS2010), China Metallugical Industry Press, Beijing, (2010), 196.
- 2) K.Sugimoto: Mater. Sci. Technol., 25(2009), 1108.
- 3 ) B.C.De Cooman and J.G.Speer: Steel Res. Int., 77(2006), 634.
- 4) A.Z.Hanzaki, P.D.Hodgson and S.Yue: ISIJ Int., 35(1995), 79.
- 5 ) J.Kobayashi, S.Song and K.Sugimoto: ISIJ Int., 52(2012), 1124.
- 6) J.Kobayashi, D.V.Pham and K.Sugimoto: *Steel Res. Int.*, Special Edition: Metal Forming 2012, (2012), 883.
- 7) H.K.D.H.Bhadeshia and D.V.Edmonds: Metall. Trans. A, 10A(1979), 895
- 8) H.K.D.H.Bhadeshia: Proc. R. Soc. A, 466(2010), 3.
- 9) F.G.Caballero, M.J.Santofimia, C.García-Mateo, J.Chao and C.García de Andrés: *Mater. Des.*, **30**(2009), 2077.
- 10) J.G.Speer, E.De Moor, K.O.Findley, D.K.Matlock, B.C.De Cooman and D.V.Edmones: *Metall. Mater. Trans. A*, 42A(2011), 3591.
- 11) J.B.Gilmour, G.R.Purdy and J.S.Kirkaldy: *Metall. Trans.*, 3(1972), 3213.
- 12) H.I.Aaronson and H.A.Domian: Trans. Metall. Soc. AIME, 236(1966), 781.
- 13) H.Guo, G.R.Purdy, M.Enomoto and H.I.Aaronson: Metall. Mater. Trans. A, 37A(2006), 1721.
- 14) Z.-Q.Liu, G.Miyamoto, Z.-G.Yang and T.Furuhara: Acta Mater., 61(2013), 3120.
- 15) P.T.Pinard, A.Schwedt, A.Ramazani, U.Prahl and S.Richter: *Microsc. Microanal.*, **19**(2013), 996.
- 16) T.Yamashita, Y.Tanaka, M.Nagoshi and K.Ishida: Sci. Rep., 6(2016), DOI: 10.1038/srep29825.
- 17) John Agren: J. Phys. Chem. Solids, 43(1982), 385.
- Y.Tanaka, T.Yamashita and M.Nagoshi: *Microscopy*, 66(2017), No.2, 68, DOI: 10.1093/jmicro/dfw102.
- 19) M.Suehiro and J.Ågren: Materia Jpn., 38(1999), 629.
- 20) C.R.Hutchinson, A.Fuchsmann and Y.Brechet: *Metall. Mater. Trans. A*, **35A**(2004), 1211.
- 21) T.Tanaka, H.I.Aaronson and M.Enomoto: *Metall. Mater. Trans. A*, 26A(1995), 561.
- 22) R.Wei, K.Kanno and M.Enomoto: *Metall. Mater. Trans. A*, **42A**(2011), 2189.
- 23) J.Fridberg, L.E.Törndahl and M.Hillert: Jernkontorets Ann., 153(1969), 253.