

平成 30 年 6 月 12 日現在

機関番号：10101

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2015～2017

課題番号：15K14172

研究課題名(和文) ODS鋼のバリエーション選択規制による粗大フェライト粒創出と高温強度の飛躍的向上

研究課題名(英文) Coarse ferrite grain formation by variant selection rule and extremely improved high-temperature strength in ODS steel

研究代表者

鵜飼 重治 (Ukai, Shigeharu)

北海道大学・工学研究院・特任教授

研究者番号：00421529

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：9CrODS鋼に対しAr3温度(780℃)以上のオーステナイト域で熱間圧延を施すと動的フェライト変態が起こる。この変態は冷却中にバリエーション選択が規制された状態で起こるフェライト変態ではなく、熱間圧延中にマッシブ変態機構で進行することを初めて明らかにした。マッシブ変態はfcc/bcc界面での鉄原子の並び変えでfccからbcc構造に変化するもので、熱間圧延中の0.044秒という極めて短時間で変態が終了する。これに伴い結晶方位の揃った粗大フェライト粒が形成される。700℃での引張試験で期待した引張強度は得られなかった。これは粗大フェライト粒内の低角度粒界で選択的にすべり変形が起こるためと考えられる。

研究成果の概要(英文)：The 9CrODS steel can be transformed to ferrite during hot-rolling at austenite phase above Ar3 temperature (780°C). It was originally revealed that this dynamic ferrite transformation is not by variant selection rule, but by "massive transformation". The fcc to bcc structure change by massive transformation can be controlled through sequential displacement of Fe-atoms at the fcc/bcc interfaces rather than long distance diffusion of carbon, which enables to complete the ferrite transformation within short period (0.044 sec) of hot-rolling. The coarse ferrite grain produced by massive transformation contains agglomeration of the fine grains with similar crystal orientation. Tensile strength at 700°C cannot attain the expected one, which is attributed to the selective slip deformation at low-angle grain boundaries inside coarse grain.

研究分野：材料工学

キーワード：マッシブ変態 動的フェライト変態 ODSフェライト鋼

1. 研究開始当初の背景

申請者はマルテンサイト系 9CrODS 鋼において、1050°Cのオーステナイト域で 80%の強圧延（熱間圧延）を施した後に空冷すると、700°Cでの高温強度が飛躍的に向上することを見出した。その後の調査で、熱間圧延を施した 9CrODS 鋼には粗大なフェライト粒が形成していることを見出した。一般に、強圧延したオーステナイト粒から空冷中に生成するフェライト粒は超微細粒化するのが常識であるが、申請者が見出した粗大フェライト粒の生成はこれとは逆の現象である。申請者はこれを説明するため「バリエーション選択規制」という新モデルを導入した新たな機構を提案しており、これを検証する必要がある。さらに、硬いマルテンサイトを軟らかい粗大フェライト粒で置換えることで、高温強度が向上する原因は従来の鉄鋼材料学に基づく理解では説明できない。

2. 研究の目的

本研究の目的は、マルテンサイト系 ODS 鋼を対象にオーステナイト域で強圧延を施した後空冷すると、特異な粗大フェライト粒が生成し画期的な高温強度が発現するメカニズムを明らかにすることである。

具体的には、オーステナイト域での強圧延で超微細粒でなく粗大化したフェライト粒が生成する機構を申請者が提案するバリエーション選択規制モデルの妥当性検証を通して明らかにする。また、同時に軟化した粗大フェライト粒の形成が逆に飛躍的な高温強度の向上をもたらす機構を明らかにする。

3. 研究の方法

(1) 熱間圧延による粗大フェライト粒の形成機構の解明

① ODS 鋼試料の作製と熱間圧延

マルテンサイト系 ODS 鋼を作製し、これに圧延温度と圧延率をパラメータとして熱間圧延を行う。熱間圧延後の冷却速度は空冷 (AC) と水冷 (WQ) で制御する。

② 粗大フェライト粒の最適発現条件の探索

最も粗大化したフェライト粒が得られる最適な加工熱処理条件を探索する。

③ 粗大フェライト粒の形成機構の解析

オーステナイト (γ) 粒の結晶粒界から核発生・成長する粗大フェライト粒に着目して、フェライト粒との間の方位差角を FE-SEM/EBSD で測定する。粗大に成長しているフェライト粒はそれと近い方位を有する周りのフェライト粒と合体していることを検証する。

(2) 粗大フェライト粒形成に及ぼす酸化物分散粒子の影響評価

マルテンサイト系 ODS 鋼でフェライト粒が粗大化した原因がバリエーション選択規制とすると、熱間圧延で形成されるオーステナイト粒の Brass 方位への集積度が ODS 鋼で顕著

であったことがその要因と考えられる。そこで、マルテンサイト変態開始温度が室温以下でオーステナイト粒が室温まで安定な組成を選定し、これらに熱間圧延を行った後、急冷処理を施し、形成されるオーステナイト粒の集合組織を FE-SEM/EBSD で解析し、酸化物粒子が結晶粒サイズや Brass 方位 {110} <112> の発達に及ぼす影響を評価する。

(3) 熱間圧延 9CrODS 鋼における高温強化機構の解明

粗大フェライト粒の体積率が異なる試料の 700°Cでの引張試験等を行い、高温強度特性に及ぼす粗大フェライト粒の効果を評価する。また、強度試験前後に FE-SEM/EBSD による Kernel Average Misorientation (KAM) マップを作成し、試験中に粗大フェライト粒とマルテンサイト粒に蓄積した歪量を求め、両相の歪分担、応力分担を解析して、粗大フェライト粒による強化機構を明らかにする。

4. 研究成果

(1) 熱間圧延による粗大フェライト粒の形成機構の解明

① ODS 鋼試料の作製と熱間圧延

メカニカルアロイング (MA) と 1150°C 熱間押出で 9CrODS 鋼棒材を作製し、これに熱間圧延を施した。熱間圧延は Ar₃ (780°C) 以上の温度で 6 回施し、最終圧延率は 80% である (図 1)。最終 6 回目の熱間圧延後の温度をパラメータに 730°C~930°C とし、冷却は空冷と水冷とした (表 1)。6 回目の熱間圧延後の冷却曲線を熱間圧延を施していない通常の 9CrODS 鋼の連続冷却変態 (CCT) 線図上にプロットした結果を図 2 に示す。これから、すべての試料はマルテンサイト組織になりフェライトは生成しないと予想される。

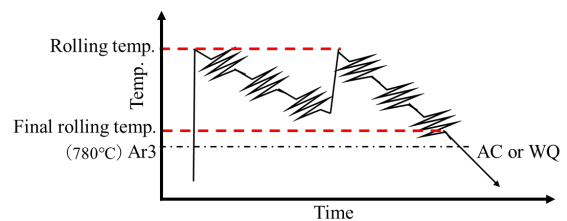


図 1 熱間圧延プロセス：Ar₃(780°C)以上の温度で 6 回実施、最終圧延率は 80%

表 1 各試料の熱間圧延温度と冷却速度：AC940D~AC730D は 9CrODS 鋼、AC830F は後述の酸化物粒子を含まない F82H

Sample Name	Rolling temperature (°C)	Cooling rate
AC930D	1300 -->1065 --> 1300 -->930	AC
AC830D	1200 -->1015 --> 1200 -->830	AC
AC805D	1070 --> 930 --> 1070 -->805	AC
WQ800D	1070 --> 930 --> 1070 -->800	WQ
AC730D	980 --> 670 --> 980 -->730	AC
AC830F	1200 -->1015 --> 1200 -->830	AC

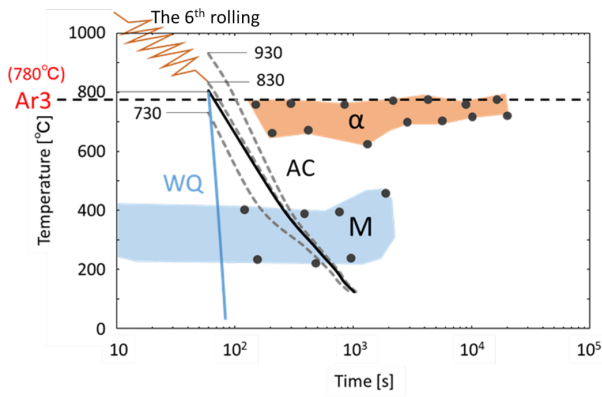


図2 各試料の6回目の熱間圧延後の冷却曲線と熱間圧延を行っていない通常の9CrODS鋼の連続冷却変態(CCT)線図

② 粗大フェライト粒の最適発現条件の探索

熱間圧延-冷却後に得られた組織をEBSD/IPFマップに基づき解析した結果から(表2)、全ての試料でマルテンサイト組織が観察され、これは図2に示す全ての試料の冷却曲線がマルテンサイト生成曲線(M)を横切ることから納得される。しかし、CCT曲線からは予測できない、特徴的な以下の2点を今回初めて明らかにした。

表2より、水冷以外の試料で等軸フェライト粒が生成していることが確認された。このことは図2で、熱間圧延材ではフェライト(α相)ノーズが短時間側にシフトし、冷却曲線がこれを横切ったことを示している。すなわち、熱間圧延でオーステナイト粒が微細化しフェライト粒の核生成が容易になったことを示している。

表2より粗大フェライト粒が805°C以下の試料で観察された。その例を図3に示す。この粗大フェライト粒は水冷材でも観察されたことから、この粗大フェライト粒は空冷中ではなく、熱間圧延中に「動的フェライト変態」で生成したことを初めて明らかにした。

表2 熱間圧延試料に形成した組織のまとめ

試料名	等軸フェライト粒	粗大フェライト粒	マルテンサイト粒
AC930D	○		○
AC830D	○		○
AC805D	○	○	○
WQ800D		○	○
AC730D	○	○	○

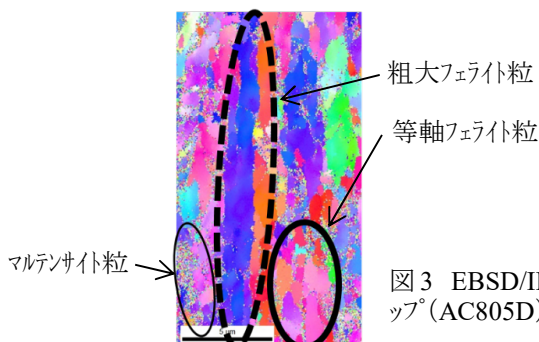


図3 EBSD/IPFマップ(AC805D)

③ 粗大フェライト粒の形成機構の解析

図3に示した粗大フェライト粒のTEM解析結果から(図4)、粗大フェライト粒は結晶方位が僅かに数度しか異なる結晶粒の集合であることが判明した。EPMAによる炭素濃度測定より、粗大フェライト粒内の炭素濃度は0.13wt%と製造時濃度を維持しているが、その周りの等軸フェライト粒の炭素濃度は0.04wt%程度にまで低下していることを確認した。このことは熱間圧延中に動的変態で生成したフェライト粒は、炭素の長距離拡散で起こるいわゆる共析変態では無く、炭素濃度一定で変態が進行する「マッシュ変態」機構で生成したと考えた。

マッシュ変態はfccからbccに格子変態で核生成し、fcc/bcc界面での鉄原子の並び変えでbcc構造に変態が進行するもので、熱間圧延中の0.044秒という極めて短時間に変態が終了する現象を説明できる。マッシュ変態を自由エネルギーの観点から調べた結果を図5に示す。炭素濃度一定でマッシュ変態が起こるためには、熱間圧延で導入された歪エネルギーによって、オーステナイト粒の自由エネルギーがフェライト粒のそれを上回る必要があり、熱間圧延中にこのような条件が満足された可能性がある。

当初は粗大フェライト粒の生成機構として、冷却中に生成するフェライト粒の結晶方位がバリエーション選択規制で単一方位に揃いこれらが集合して形成したと考えていた。本研究により、冷却中ではなく、熱間圧延中にマッシュ変態機構で結晶方位の揃った粗大フェライト粒が短時間に生成したことが判明した。

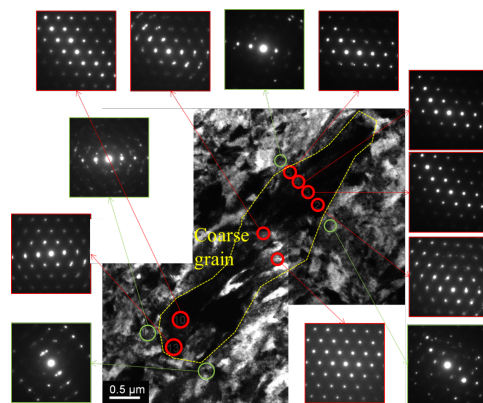


図4 TEMによる粗大フェライト粒内の結晶方位解析結果(AC805D)

(2) 粗大フェライト粒形成に及ぼす酸化物分散粒子の影響評価

上記のマッシュ変態がODS鋼特有の現象であるかを確認するため、酸化物粒子を含まない核融合炉用フェライト鋼であるF82Hを用いて表1のAC830Dと同じ熱間圧延を行った。この試料は表1中でAC830Fである。熱間圧延-空冷後の組織を図6に示す。製造時

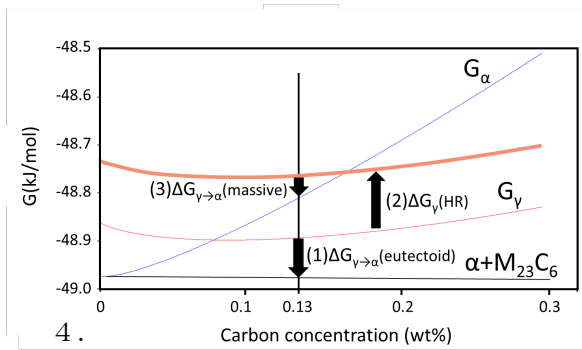


図5 マッシブ変態の駆動 $\Delta G_{\gamma \rightarrow \alpha}(\text{massive})$ の見積もり (800°C): 熱間圧延で導入された歪エネルギー $\Delta G_{\gamma}(\text{HR})$ 分だけ γ 相の自由エネルギー G_{γ} が増加し、これと α 相の自由エネルギー G_{α} との差がマッシブ変態の駆動力となる。

に比べ、熱間圧延を施すと大きなパケット粒やブロック粒から成るフルマルテンサイト組織になっている。このことは熱間圧延で導入された歪エネルギーでオーステナイトは動的再結晶してしまい粗大なオーステナイト粒になったことを示している。言い換えると、ODS 鋼では熱間圧延中に導入される転位歪は酸化粒子でピン留めされ、動的回復・再結晶が抑制され転位歪が蓄積されるため、これを駆動力としてマッシブ変態が生じ、粗大フェライト粒が形成されたと考えることができる。

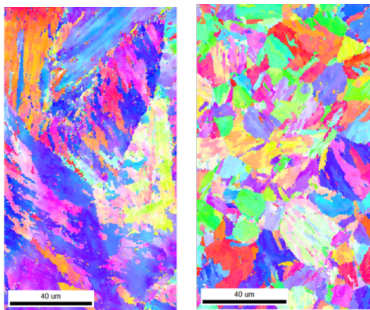


図6 酸化粒子を含まない F82H フェライト鋼の EBSD/IPF: 左図は熱間圧延後 (AC830F)、右図は製造時

(3) 熱間圧延 9CrODS 鋼における高温強化機構の解明

マッシブ変態で粗大フェライト粒が形成した試料に対し (AC805D)、700°C 引張試験を行った結果を図7に示す。0.2%耐力は 245MPa、引張強さは 320MPa、一様伸びは 6.5%となった。引張強さは予想していた程には大きな向上は確認されなかった。その原因を調べるため、引張試験後に蓄積している歪を EBSD の Inverse pole figure (IPF) と Image quality (IQ) マップから推定した (図8)。図4より粗大フェライト粒は低角度粒界から成る結晶粒の集合であったが、引張試験後には、低角度粒界で変形が集中して高角度化している様子が

確認された。図8から、粗大フェライト粒の IQ マップは比較的黒く、歪が蓄積していることが分かる。このことから、粗大フェライト粒の小角粒界で選択的にすべり変形が起こったことが熱間圧延材で予想通りの引張強度が得られなかった要因と考えられる。

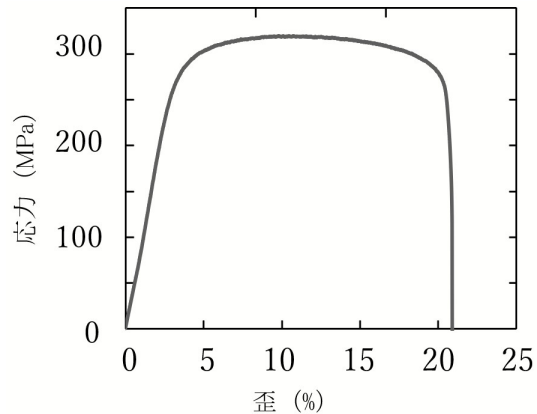


図7 熱間圧延後の 700°C 引張試験結果 (AC805D)

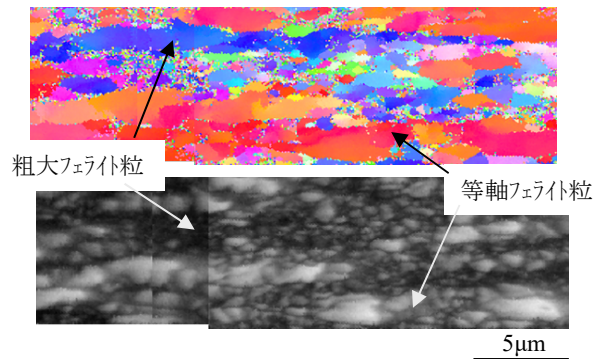


図8 700°C 引張試験後の EBSD 測定結果 (AC805D): 上段は IPF マップ、下段は IQ マップ

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 2 件)

- ① S. Kasai, S. Ukai, T. Yamashiro, S. Zhang, N. Oono, S. Hayashi, S. Ohtsuka and H. Sakasegawa, Dynamic deformation-induced ferrite transformation by hot-rolling in 9CrODS ferritic steel, Metallurgical and Materials Science A, 査読有, 2018, under review.
- ② T. Yamashiro, S. Ukai, N. Oono, S. Ohtsuka and T. Kaito, Microstructural Characterization of 11Cr ODS steel, J. Nucl. Mater., 査読有, 472 (2016) 247-251.

[学会発表] (計 5 件)

- ① 笠井将樹、鵜飼重治、林重成、大野直子、大塚智史、9CrODS 鋼におけるマッシブ的フェライト変態の熱力学的評価、日本金属学会 2018 春期大会、2018 年 3 月 19-21 日、千葉工業大学
- ② 笠井将樹、鵜飼重治、林重成、大野直子、

大塚智史、ODS 鋼に特有なマッシュ的フェライト変態機構、日本金属学会北海道支部講演大会、2018年1月25-26日、札幌市教育文化会館

- ③ 笠井将樹、鵜飼重治、林重成、大野直子、大塚智史、9CrODS フェライト鋼のマッシュ変態、学術振興会耐熱材料123委員会、2017年7月3-4日、東京工業大学
- ④ 笠井将樹、鵜飼重治、大野直子、大塚智史、9CrODS フェライト鋼のマッシュ変態、日本金属学会北海道支部サマーセッション、2017年7月14日、室蘭工業大学
- ⑤ 山城徹弥、鵜飼重治、大野直子、大塚智史、皆藤威二、11CrODS 鋼の動的フェライト変態、日本金属学会北海道支部冬季講演大会、2015年12月17-18日、北海道大学

〔図書〕（計 0 件）

〔産業財産権〕

○出願状況（計 0 件）

○取得状況（計 0 件）

〔その他〕

ホームページ等

<http://labs.eng.hokudai.ac.jp/labo/AHTM/>

/

6. 研究組織

(1) 研究代表者

鵜飼 重治 (UKAI SHIGEHARU)

北海道大学・大学院工学研究院・特任教授

研究者番号：00421529