

令和元年5月30日現在

機関番号：11301

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16H04516

研究課題名(和文) パーライト変形能の起源解明 - 脆性セメンタイト相の微小体積力学特性 -

研究課題名(英文) Physical and mechanical properties of the brittle cementite phase in a confined volume

研究代表者

岡本 範彦 (Okamoto, Norihiko)

東北大学・金属材料研究所・准教授

研究者番号：60505692

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 13,800,000円

研究成果の概要(和文)：延性フェライト相と脆性セメンタイト相のラメラ状組織であるパーライトにおいて、なぜ一般に脆性的であると考えられているセメンタイト相が塑性変形を示すのかを明らかにすることを目的として、微小試料加工技術や微小試験技術等を駆使することにより、セメンタイト相単結晶の微小力学特性を評価した。単結晶マイクロピラー圧縮試験によって、室温においても複数のすべり系が活動することを確認した。また、非弾性X線散乱実験によって、単結晶弾性定数の一部を決定することに成功した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

フェライト相とセメンタイト相のラメラ状組織であるパーライトは工業的に最も重要な脆性/延性積層構造であると言える。本研究では、非常に高い応力レベルでありながらも多数のすべり系がセメンタイト相内で活動可能であることを明らかにし、フェライト層間に拘束された状態でなくとも、微小なサイズ領域ではセメンタイト相が本質的に塑性変形可能であることを明らかにした。本研究で得られた知見はパーライト鋼だけでなく、合金化溶融亜鉛めっき鋼板など同様の脆性/延性積層構造体にも応用できると考えられ、工業的・実用的意義も大きい。

研究成果の概要(英文)：In order to clarify the origin of the deformability of the brittle cementite phase in the pearlite microstructure, consisting of the cementite and ferrite phases, we have investigated the physical and mechanical properties of single crystals of the cementite phase in a confined volume, with the aid of microscale fabrication and testing techniques. We have elucidated that many slip systems are operative in the cementite phase even at room temperature via single-crystal micropillar compression. We have successfully determined some of the single-crystal elastic constants via inelastic X-ray scattering.

研究分野：金属材料，金属物性

キーワード：脆性材料 セメンタイト サイズ効果 塑性変形

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19、CK - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

フェライト相とセメンタイト相のラメラ状組織であるパーライトは工業的に最も重要な脆性/延性積層構造であると言える。パーライトのラメラ間隔が極めて小さくなるとセメンタイト相も室温で塑性変形を示すことが知られているが、なぜ脆性的なセメンタイト相が塑性変形を示すようになるのか、その靱性化機構の詳細は不明である。

### 2. 研究の目的

本研究では、微小試料加工技術や微小試験技術等を駆使することにより、セメンタイト相単結晶の微小力学特性を評価し、パーライト中の脆性セメンタイト相の靱性化機構を解明することを目的とした。

### 3. 研究の方法

#### (1) セメンタイト相試料作製

Fe-C 二元系セメンタイト相( $\text{Fe}_3\text{C}$ )は高圧下でのみ安定であり、常温・常圧では準安定であるため、粗大な単結晶を得るのは事実上不可能である。しかし、現実には Fe-C 系においてもセメンタイト相が析出するのは、 $\text{Fe}_3\text{C}$ よりもCリッチな黒鉛の原子容(モル体積)が $\text{Fe}_3\text{C}$ よりも相当大きいため、圧力効果により準安定的に存在できるからである。過共晶組成の純鉄と黒鉛をアーク溶解することにより、粒径 20  $\mu\text{m}$  程度のセメンタイト相単結晶粒を含む試料を得た(図 1(a))。

#### (2) 単結晶マイクロピラー圧縮試験

上記の微小単結晶粒について、電子線後方散乱回折法(EBSD)により結晶方位を同定した。その後、集束イオンビーム(FIB)法により角柱状の単結晶マイクロピラーを切削加工した。試料サイズは一辺 1~10  $\mu\text{m}$  でアスペクト比は約 1:3 とした。FIB 加工前に行った EBSD 解析の結果を元に、各マイクロピラーの圧縮軸方向および側面面指数を決定した。圧縮試験は、ダイヤモンドフラットパンチを備えたナノインデントにより、室温、荷重速度一定で行った(図 1(b))。

#### (3) 非弾性 X 線散乱実験

EBSD による結晶方位解析を行った後、(001)面方位のセメンタイト結晶粒を見出し、長軸方向が [100]方位となるように短冊状試料を放電加工により切り出した。さらにその 4 側面を機械研磨し、先端部結晶粒の径が約 40  $\mu\text{m}$  となるような長さ約 10 mm、底辺約 1 mm の 4 角錐状試料を作製した。フェライト相は酸によりできるだけ除去した。SPring-8 のビームライン BL35XU にて非弾性 X 線散乱実験を行った。使用波長は 0.057 nm (21.747 keV)、室温にて測定を行った。計 24 のアームポジション、各ポジションで  $-20\text{meV} < \Delta E < 20\text{meV}$  の往復で測定した。

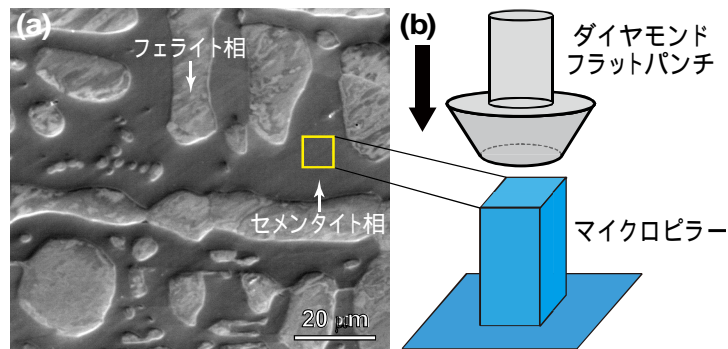


図 1. (a) アーク溶解および熱処理後の微細組織 SEM 二次電子像. (b) マイクロピラー圧縮試験の模式図.

#### 4. 研究成果

##### (1) 単結晶マイクロピラー圧縮試験

様々な圧縮軸方位の単結晶マイクロピラー圧縮試験を行ったところ、室温において複数のすべり系が活動することがわかった。中でも、(010)[100]すべり系がもっとも容易なすべり系であった。(010)[100]すべり系以外に活動が確認されたのは、(001)<110>, {011}<011>, {110}<111>などのすべり系であった。(010)面すべりの一般化積層欠陥エネルギーを第一原理により計算したところ、[001]方向すべりよりもパーガースペクトルの長い[100]方向すべりが選択されるのは、[001]方向の積層欠陥エネルギーが極めて大きいことに起因することがわかった。活動することを見出したすべり系によって von Mises 条件が満たされることより、パーライト中でセメントタイト相(多結晶)が変形能を示し得ることが理解できる。

##### (2) 非弾性 X 線散乱実験

(332)反射周りで、 $\Delta q$ の純粋な成分( $\Delta q_x$ ,  $\Delta q_y$ ,  $\Delta q_z$ のいずれか)が、12個のアナライザーの1つに入射するようなアームポジションを選択し、縦波および横波のフォノンエネルギーの  $\Delta q$  依存性を調べた結果、 $\Delta q_x$ ,  $\Delta q_y$ ,  $\Delta q_z$  方向いずれについても  $\Gamma$  点近傍のフォノン分散が  $\Gamma$  点に関して非対称であることが確認された。これは、格子定数の入力値に誤差があり、逆格子原点( $\Gamma$  点)が偏位しているに起因していることがわかった。得られたフォノン分散から  $c_{11}$ ,  $c_{22}$ ,  $c_{33}$ ,  $c_{44}$ ,  $c_{55}$ ,  $c_{66}$ の概算値を得ているが(未公表)、 $c_{12}$ ,  $c_{13}$ ,  $c_{23}$ を含めたすべての独立な弾性定数のより精密な値を得るために、逆格子原点の較正を行い純粋成分でない  $\Delta q$  での測定値を含めた弾性定数フィッティングを行う必要がある。

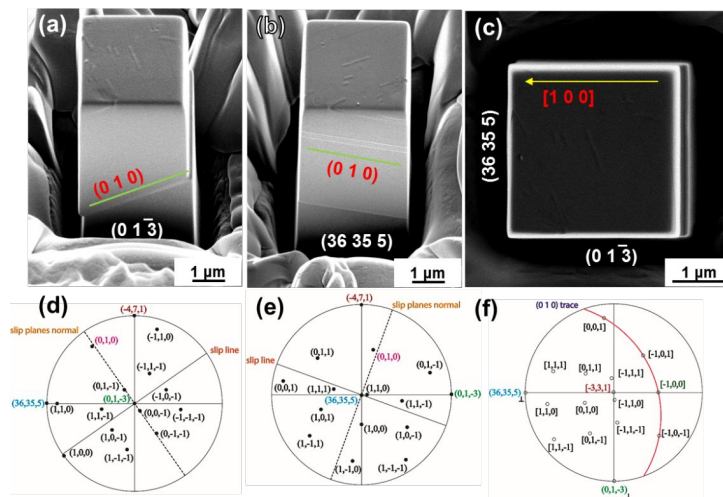


図 2. [331]方位マイクロピラーの圧縮後の(a-c) SEM 二次電子像および(d,e)側面と(f)荷重軸方位のステレオ解析図。

#### 5. 主な発表論文等

(雑誌論文) (計 14 件)

Norihiko L. Okamoto, Masaya Higashi, and Haruyuki Inui, Crystal Structure of  $\eta''$ -Fe<sub>3</sub>Al<sub>7+x</sub> Determined by Single-Crystal Synchrotron X-ray Diffraction Combined with Scanning Transmission Electron Microscopy, Science and Technology of Advanced Materials, in publication (2019). 査読有

<https://doi.org/10.1080/14686996.2019.1613174>

仙石晃大, 竹林浩史, 岡本範彦, 乾晴行, ホットスタンプ GA の焼戻しによるめっき構造の変化及び耐食性に及ぼす影響, 鉄と鋼 Vol. 105, in publication (2019). 査読有  
<https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2018-155>

Masaya Higashi, Shogo Momono, Kyosuke Kishida, Norihiko L. Okamoto, and Haruyuki Inui, Anisotropic plastic deformation of single crystals of the MAX phase compound  $Ti_3SiC_2$  investigated by micropillar compression, Acta Materialia, Vol. 161, 161–170 (2018). 査読有  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.09.024>

Norihiko L. Okamoto, Shota Michishita, Yukichika Hashizume, and Haruyuki Inui, Fracture Toughness of the Fe-Zn Intermetallic Compounds Measured by Bend Testing of Chevron-Notched Single-Crystal Microbeams, ISIJ International, Vol. 58, No. 9, 1569–1577 (2018). 査読有  
<https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-068>

Haruyuki Inui, Norihiko L. Okamoto, and Shu Yamaguchi, Crystal structures and mechanical properties of Fe-Zn intermetallic compounds formed in the coating layer of Galvannealed steels, ISIJ International, Vol. 58, No. 9, 1550–1561 (2018). 査読有  
<https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-066>

Norihiko L. Okamoto, Masahiro Inomoto, Hiroshi Takebayashi and Haruyuki Inui, Crystal Structure Refinement of the  $\Gamma$ - and  $\Gamma_1$ -Phase Compounds in the Fe-Zn System and Orientation Relationships among  $\alpha$ -Fe,  $\Gamma$  and  $\Gamma_1$  Phases in the Coating Layer of Galvannealed Steel, Journal of Alloys and Compounds, Vol. 732, 52–63 (2018). 査読有  
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.10.146>

岡本範彦, 乾晴行, 合金化溶融亜鉛めっき鋼板皮膜を構成する Fe-Zn 系金属間化合物の結晶構造と力学特性, 日本金属学会会報誌まてりあ 第 57 巻, 第 4 号, 169–175 頁 (2018). 査読有  
<https://doi.org/10.2320/materia.57.169>

仙石晃大, 竹林浩史, 岡本範彦, 乾晴行, ホットスタンプ加熱過程における合金化溶融亜鉛めっき構造の変化, 鉄と鋼 Vol. 104, No. 6, 331–337 (2018). 査読有  
<https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2017-100>

Yukichika Hashizume, Norihiko L. Okamoto, and Haruyuki Inui, Microscale Deformation of the  $\Gamma$  and  $\delta_{1p}$  Phases in the Fe-Zn System, GALVATECH 2017, pp. 981–985 (2017). 査読有

Norihiko L. Okamoto, Yukichika Hashizume, Shota Michishita, and Haruyuki Inui, Plastic Deformation and Fracture Behavior of Single Crystals of the Intermetallic Compounds in the Fe-Zn System, GALVATECH 2017, pp. 200–203 (2017). 査読有

Haruyuki Inui, and Norihiko L. Okamoto, Crystal Structure and Mechanical Properties of Intermetallic Compounds in the Fe-Zn System in the Coat Layer of Galvanized Steel, GALVATECH 2017, pp. 6–10 (2017). 査読有

Norihiko L. Okamoto, Shohei Takemoto, Masatake Yamaguchi, and Haruyuki Inui, FCC Metal-Like Deformation Behaviour of  $Ir_3Nb$  with the  $L1_2$  Structure, International Journal of Plasticity, Vol. 97, 145–158 (2017). 査読有  
<https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2017.05.013>

Norihiko L. Okamoto, Jumpei Okumura, Masaya Higashi, and Haruyuki Inui, Crystal Structure of  $\eta'$ -Fe<sub>3</sub>Al<sub>8</sub>; Low-Temperature Phase of  $\eta$ -Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> Accompanied by an Ordered Arrangement of Al Atoms of Full Occupancy in the C-axis Chain Sites, Acta Materialia, Vol. 129, 290–299 (2017). 査読有

<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2017.02.060>

Zhenghao M. T. Chen, Norihiko L. Okamoto, Masahiko Demura and Haruyuki Inui, Micropillar Compression Deformation of Single Crystals of Co<sub>3</sub>(Al,W) with the L1<sub>2</sub> Structure, Scripta Materialia, Vol. 121, 28–31 (2016). 査読有

<http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.04.029>

[学会発表] (計 15 件)

岡本範彦,  $\eta$ -Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> 相 Fe-rich 側の低温規則相 $\eta'$ 相の結晶構造精密化, 日本金属学会第 160 回大会, 千葉工業大学, 2018 年 3 月 20 日.

岡本範彦, マイクロピラー変形試験による格子欠陥挙動解析の最前線, 第 65 回応用物理学会春季学術講演会「結晶欠陥」関連学会合同シンポジウム, 早稲田大学, 西早稲田キャンパス, 2018 年 3 月 17 日.

Nobuyuki Kadota, Compression Testing of Single Crystals of  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> on Micron Meter Scale by Means of FIB Machining Combined with EBSD Orientation Mapping, TMS 2018 Annual Meeting & Exhibition, Phoenix, AZ, 2018/3/13

Norihiko L. Okamoto, Plastic Deformation and Fracture Behavior of Single Crystals of the Intermetallic Compounds in the Fe-Zn System, Galvatech2017, Tokyo, 2017/11/14  
Haruyuki Inui, Crystal structure and mechanical properties of intermetallic compounds in the Fe-Zn system in the coat layer of Galvanized steel, Galvatech2017, Tokyo, 2017/11/13

Yukichika Hashizume, Microscale Deformation and Fracture of the  $\Gamma$  and  $\delta_{1p}$  Phases in the Fe-Zn System, Galvatech2017, Tokyo, 2017/11/12-13

Haruyuki Inui, Ambient-temperature plasticity of brittle intermetallics at micron-meter size scales, Intermetallics Conference 2017, Kloster Banz, Germany, 2017/10/6

Norihiko L. Okamoto, Low-Temperature Phase of  $\eta$ -Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> with an Ordered Arrangement of Aluminium Atoms in the C-Axis Chain Sites, Intermetallics Conference 2017, Kloster Banz, Germany, 2017/10/4

岡本範彦, GA 鋼板のめっき被膜を構成する Fe-Zn(-Al)系金属間化合物の結晶構造解析, 日本金属学会第 159 回大会, 北海道大学, 2017 年 9 月 7 日.

岡本範彦, 合金化溶融亜鉛めっき鋼板の被膜を構成する Fe-Zn 系金属間化合物相の微小単結晶変形・破壊試験, 日本鉄鋼協会第 173 回秋季講演大会, No. 272, 首都大学東京, 2017 年 3 月 17 日.

Norihiko L. Okamoto, Icosahedral Cluster Arrangements in Dislocation Cores and Stacking Faults in Complex Fe-Zn Intermetallic Compounds, Materials Research Society Fall Meeting, Boston, MA, 2016/11/30

Norihiko L. Okamoto, Behavior of Fe-Centered  $Zn_{12}$  Icosahedra in the Plastic Deformation of Fe-Zn Intermetallic Compounds Constituting the Coating Layer of Galvannealed Steels, Materials Research Society Fall Meeting, Boston, MA, 2016/11/29  
Yukichika Hashizume, Compression Deformation of Single-Crystal Micropillars of the  $\delta_{1p}$  Phase in the Fe-Zn System, Materials Research Society Fall Meeting, Boston, MA, 2016/11/29  
Masaya Higashi, Micropillar Compression of Single Crystals of a MAX Phase  $Ti_3SiC_2$ , Materials Research Society Fall Meeting, Boston, MA, 2016/11/29  
Haruyuki Inui, Micropillar Testing as a New Tool to Investigate Fundamentals of Plastic Deformation in Brittle Intermetallics, Materials Research Society Fall Meeting, Boston, MA, 2016/11/28

(図書) (計 0 件)

(その他)

研究者個人ホームページ:

<http://nlokamoto.web.fc2.com>

所属研究室ホームページ:

<http://ilab.imr.tohoku.ac.jp/index.html>

## 6. 研究組織

### (1) 研究分担者

該当者無し.

### (2) 研究協力者

該当者無し.

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。