

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 5 年 6 月 28 日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2020～2022

課題番号：20H02488

研究課題名(和文) 応力による拡散変態促進メカニズムの解明と応力分布を利用した組織制御への展開

研究課題名(英文) Acceleration of diffusional transformation by applied stress and its application to microstructural control

研究代表者

上路 林太郎 (UEJI, Rintaro)

国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究拠点・主幹研究員

研究者番号：80380145

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 13,700,000円

研究成果の概要(和文)：鉄鋼材料の機械的性質向上に有効な加工熱処理プロセスにおいて、そのプロセス条件の最適化に必要な応力と変態の相関について、降伏応力以下の外力による拡散変態促進のメカニズムを解明した。実用鋼の一種であるばね鋼(Fe-0.53C-1.5Si-0.8Cr-0.7Mn)に対して、変態後の組織観察を電子線背面散乱回折(EBSD)により、一定以上の応力負荷によりパーライトノジュールが微細化することが明らかとなった。このことは、応力による拡散変態の促進が核形成サイト密度の増殖によることを示唆している。また弾性定数測定系を用い、弾性定数の共振法による高温域のオーステナイトの弾性定数の測定結果が得られた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

構造用金属材料の高強度化は構造物の軽量化などに貢献する基本的課題である。一般に高強度化は靱性や延性の劣化を伴う。そのため、熱処理条件の最適化により強化相と軟質相の複合組織化を図り、実用に適した機械的性質を付与する必要がある。工業生産技術の発展に伴い、新しい指導原理に基づく複合組織化加工熱処理技術も開発され続けており、需要の規模が大きく、その社会的要望も大きい。本研究では、応力の増大に伴い拡散変態が促進されることをメカニズムとともに明らかにした。TTT図に大きな変化が見られた数秒～数百秒間で冷却が完了する製造プロセスにおいて、現実的に付与可能な小応力による新しい組織制御法の可能性を見出した。

研究成果の概要(英文)：Concerning the thermomechanical heat treatment process, which is effective for improving the mechanical properties of steel materials, the relationship between stress and transformation necessary for optimizing the process conditions was clarified. For spring steel (Fe-0.53C-1.5Si-0.8Cr-0.7Mn), electron back scattering diffraction (EBSD) measurement was performed to observe the structure after transformation. It was clarified that were miniaturized by the stress larger than the threshold stress independent with the grain size. This suggests that the promotion of diffusion transformation by stress is due to the increase in nucleation site density. Also, the elastic constants of austenite at high temperatures were measured by the resonance method of elastic constants using an elastic constant measurement system.

研究分野：材料組織学

キーワード：構造材料 鉄鋼 相変態 残留応力 高温変形

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

構造用金属材料の高強度化は構造物の軽量化などに貢献する基本的課題である。一般に高強度化は靱性や延性の劣化を伴う。そのため、熱処理条件の最適化により強化相と軟質相の複合組織化を図り、実用に適した機械的性質を付与する必要がある。例えば鉄鋼材料の場合、マルテンサイトの硬質相と軟質な拡散変態生成物からなる複合組織化方法が種々提案されている。近年では、Q & P 処理(Speer et al., Acta Mater. 2003 など)や動的変態と動的再結晶の複合利用(Zhao et al., Adv. Sci. Mater. 2018 など)といった新しい加工熱処理法が提案され一部は実用化も検討されている。工業生産技術の発展に伴い、新しい指導原理に基づく複合組織化加工熱処理技術も開発され続けており、需要の規模が大きく、その社会的要望も大きい。

熱処理技術では、化学組成・初期組織など素材の内部因子と、加熱温度や冷却速度に代表される外部因子の相関を利用した組織制御がなされる。外部因子としては温度や冷却速度といった熱的因子が重視される一方で、応力も重要な因子である。実際に、応力と相変態の相関について、マルテンサイト変態やベイナイト変態などでは多くの精緻な研究(Patel et al., Acta metall., 1953 など)が行われてきた。しかし、拡散変態との相関に関する研究例はごく限られた例のみで少なく、その実態が不明であった。

この問題意識のもと、申請者らは、近年、高炭素鋼の焼入れ性と応力の相関を検討した結果、降伏応力以下の小さな圧縮応力により、パーライト変態の潜伏時間を短くすることを明確に示した(Ueji et al., Mater. Lett. 2019 など)。オーステナイト化後に各種変態温度まで急冷し、その後一定の一軸圧縮応力下で等温保持し、試験片の体積膨張(線膨張ではない)測定により得た。ベイナイト開始温度(Bs)より高温側のパーライト変態でも、応力の増大に伴い拡散変態が促進される。すなわち、拡散変態促進メカニズムが判明すれば、TTT 図に大きな変化が見られた数秒～数百秒間で冷却が完了する製造プロセス(熱延後冷却ラインや加熱鍛造など)において、現実的に付与可能な小応力による新しい組織制御法の可能性があることを意味している。

2. 研究の目的

本研究では、降伏応力以下の応力による拡散変態促進のメカニズムを解明し、不均一応力場を利用した新しい組織制御法の確立を目指す。メカニズム解明は、応力付加温度-変態膨張曲線の測定データ等に基づき、炭素鋼を主な対象として行う。さらに、炭素鋼の準安定状態の弾性定数測定を試みる。得られた定量データに基づき、温度勾配下の弾塑性変形により不均一応力場を得ることのできる不均一温度圧縮法による応力分布利用組織制御を試み、傾斜組織化や局所組織制御を実現できる応力利用型複合組織制御法の確立を目指す。

3. 研究の方法

高温圧縮試験機を用いて、等圧保持時の膨張測定と組織観察を実施し、変態挙動を研究する。炭素鋼(JIS-SUP12 ばね鋼：パーライト変態を対象とする場合)および拡散変態を遅延させる元素(Mo 等：フェライト変態を対象とする場合)を適量含有させた低炭素鋼の二種類の円柱試験片(直径 8mm × 高さ 12mm)を用いる。各種条件でオーステナイト化の後、変態温度に急冷し保持開始直後に均熱を保持したまま各種応力を付与する。二次元計測装置を用いて、圧縮方向高さと同直径を計測し、体積変化と組織観察から相変態速度を推定する。また、多結晶体の応力

弾性定数測定については、3mm角直方体などの小型試験片に対して、対頂角に発振器と授振器を設置して高温における弾性率を測定できる共振型弾性定数測定装置に加熱ガス冷却機構を追加し、準安定状態での等温保持中の弾性率測定を可能にする環境を整える。

4. 研究成果

等温保持測定に先立ち、オーステナイト化熱処理後にただちにガス急冷し、旧オーステナイト粒径 d を測定した。いずれのオーステナイト化条件でも著しく成長した異常粒は見られず、オーステナイト化温度の増大に伴い、平均粒径は $18\mu\text{m}$ から $173\mu\text{m}$ と増大した。体積変化率(体積膨張量 V /初期体積 V_0)が 0.2%に達した時間を見かけの潜伏時間とした。潜伏時間は粒径の 1 次関数になり、粒径が大きくなると潜伏時間が長くなった。

各種 d を有する SUP12 の見かけの潜伏時間と付加応力の関係を測定した。負荷応力が約 60 MPa よりも低い場合は、潜伏時間は応力負荷に伴う変化をほとんど示さない。一方で、負荷応力が 60MPa よりも大きい場合は、負荷応力の増大に応じて潜伏時間が短くなる。また、粒径が大きいほど応力負荷に伴う潜伏時間短縮が大きくなることが明らかとなった。

以上のことから、応力付与に伴う拡散変態の促進メカニズムは図 1 に示すように、粒界の存在に依存しない核形成サイトの増大によるものと推定される。粒径に依存しないため、もともと核生成サイトの少ない粗大粒において応力の影響が大きくなる。また、核生成には局所的な塑性変形が必要であり、塑性変形に必要な転位の熱活性化過程が応力による核生成を律速していることが明らかとなった。

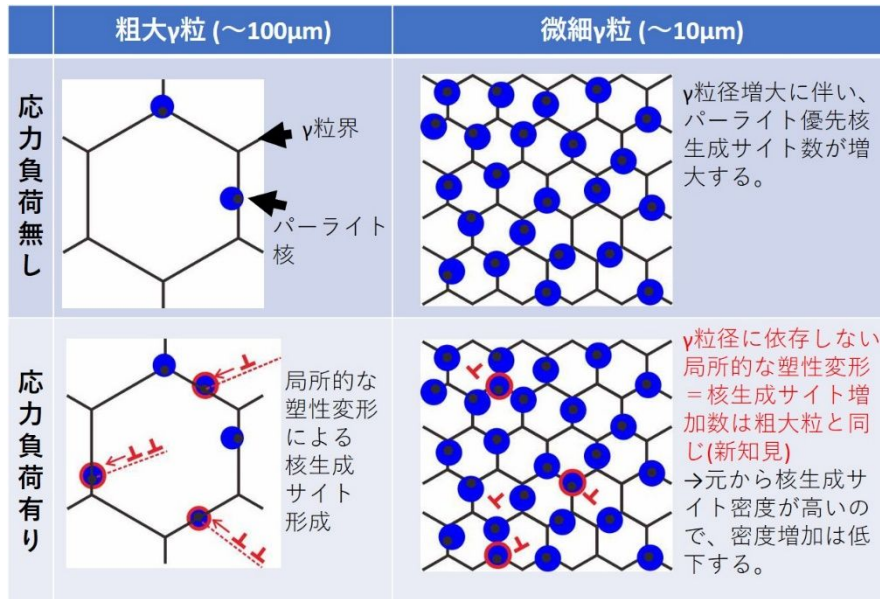


図1 応力付与による拡散変態促進のメカニズム。

弾性定数測定に関して、鉄系サンプルで、高温時の弾性定数測定を可能にする測定系を構築した。高温域における母相と生成相の弾性定数の大小を明らかにした。得られた知見をもとに不均一温度場と組織形成の関係を実証できる材料試験方法を目指した。試験片形状を変えたものでは、大きな温度変化が得られず不均一組織が得られなかったものの、圧縮ジグに冷却しやすいセラミックス系素材を用いた場合、圧縮部に不均一な組織が 粒径が大きい場合に生じた。

まとめると、鉄鋼材料の機械的性質向上に有効な加工熱処理プロセスにおいて、そのプロセス条件の最適化に必要な応力と変態の相関について、降伏応力以下の外力による拡散変態促進のメカニズムを解明した。実用鋼の一種であるばね鋼 (Fe-0.53C-1.5Si-0.8Cr-0.7Mn) に対して、変態後の組織観察を電子線背面散乱回折 (EBSD) により、一定以上の応力負荷によりパーライトノジュールが微細化することが明らかとなった。このことは、応力による拡散変態の促進が核形成サイト密度の増殖によることを示唆している。また弾性定数測定系を用い、弾性定数の共振法による高温域のオーステナイトの弾性定数の測定結果が得られた。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計7件（うち査読付論文 6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 Ueji Rintaro, Nagata Kenji, Somekawa Hidetoshi, Demura Masahiko	4. 巻 222
2. 論文標題 Application of a sparse mixed regression method to design the optimal composition and heat treatment conditions for transformation-induced plasticity steel with high strength and large elongation	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Scripta Materialia	6. 最初と最後の頁 115028 ~ 115028
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.scriptamat.2022.115028	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 -
1. 著者名 Ueji Rintaro, Kimura Yuuji, Inoue Tadanobu	4. 巻 62
2. 論文標題 Preferable Resistance against Hydrogen Embrittlement of Pearlitic Steel Deformed by Caliber Rolling	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 368 ~ 376
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/isijinternational.isijint-2021-429	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 -
1. 著者名 上路 林太郎, 井上 忠信	4. 巻 5
2. 論文標題 日本刀型鋼板に関する研究の構想およびその後の研究	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 ぷらすとす	6. 最初と最後の頁 217 ~ 220
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.32277/plastos.5.52_217	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 -
1. 著者名 上路 林太郎, 邱 海, 井上 忠信	4. 巻 73
2. 論文標題 鋼板の結晶方位のばらつきを利用した剛性と残留応力制御	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 化学工業	6. 最初と最後の頁 104-108
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 無
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 -

1. 著者名 Ueji Rintaro, Shibata Akinobu, Ushioda Kohsaku, Kimura Yuuji, Ohmura Takahito, Inoue Tadanobu	4. 巻 194
2. 論文標題 Crystallographic orientation dependence of deformation-induced martensitic transformation of 1.3 GPa-class 0.6 %C bainitic steel with retained austenite	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Scripta Materialia	6. 最初と最後の頁 113666 ~ 113666
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.scriptamat.2020.113666	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 -

1. 著者名 Ueji Rintaro, Kimura Yuuji, Ushioda Kohsaku, Ohmura Takahito, Inoue Tadanobu	4. 巻 61
2. 論文標題 Bainite Transformation and Resultant Tensile Properties of 0.6%C Low Alloyed Steels with Different Prior Austenite Grain Sizes	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 582 ~ 590
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2020-389	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 -

1. 著者名 Ueji Rintaro, Kimura Yuuji, Ushioda Kohsaku, Ohmura Takahito, Inoue Tadanobu, Akinobu Shibata	4. 巻 1121
2. 論文標題 Orientation dependence of transformation induced plasticity in high carbon bainitic steel	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering	6. 最初と最後の頁 12022-1 ~ 12022-6
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1088/1757-899X/1121/1/012022	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 -

〔学会発表〕 計7件 (うち招待講演 1件 / うち国際学会 1件)

1. 発表者名 上路 林太郎, Wu Gong, Harjo Stefanus, 川崎卓郎, 柴田 暁伸, 木村 勇次, 井上 忠信
2. 発表標題 その場中性子回折を用いた高炭素TRIP鋼の引張および圧縮変形の比較
3. 学会等名 2022年度塑性加工春季講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 上路 林太郎, 井上 忠信
2. 発表標題 高炭素鋼における等温拡散変態の応力依存性とオーステナイト粒径の関係
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第180回秋季講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 北角 健太郎, 伊藤 祐介, 寺本 武司, 田中 克志, 上路 林太郎
2. 発表標題 CrCoNiミディアムエントロピー合金における短範囲秩序の形成
3. 学会等名 日本金属学会2020年秋期講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 上路 林太郎, 柴田 暁伸, 潮田 浩作, 木村 勇次, 大村 孝仁, 井上 忠信
2. 発表標題 低合金TRIP鋼における変形誘起マルテンサイト変態の発生と 母相引張軸方位の関係
3. 学会等名 日本金属学会 2021年春期大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 上路 林太郎, 木村 勇次, 潮田 浩作, 大村 孝仁, 井上 忠信, 柴田 暁伸
2. 発表標題 Orientation Dependence of Transformation Induced Plasticity in High Carbon Bainitic Steel
3. 学会等名 The 19th International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 19) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 北角 健太郎、伊藤 祐介、寺本 武司、田中 克志、上路 林太郎
2. 発表標題 CrCoNi合金の短範囲秩序の形成に伴う電気抵抗変化
3. 学会等名 日本金属学会 2021年春季大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 上路林太郎
2. 発表標題 オーステナイトの変形と変態組織（三島賞受賞講演）
3. 学会等名 日本鉄鋼協会 第185回春季講演大会（招待講演）
4. 発表年 2023年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

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	田中 克志 (TANAKA Katsushi) (30236575)	神戸大学・工学研究科・教授 (14501)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------