

令和 6 年 6 月 14 日現在

機関番号：12612

研究種目：若手研究

研究期間：2020～2023

課題番号：20K15046

研究課題名（和文）マルテンサイト組織の三次元解析によるバリエント結合則の本質的評価

研究課題名（英文）Evaluation of variant pairing in martensite microstructure by 2D and 3D analysis

研究代表者

篠原 百合（Shinohara, Yuri）

電気通信大学・大学院情報理工学研究科・准教授

研究者番号：30755864

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,200,000円

研究成果の概要（和文）：鉄鋼材料のマルテンサイト組織におけるバリエント結合則を明らかにするために、変形の連続性に関する条件(rank-1接続)を軸として二次元(2D)+三次元(3D)解析からバリエントペアの優先度を予測する手法の開発を試みた。粒内で形成するバリエントペアおよびクラスタについてrank-1接続の観点から3D形態を考察した結果、優先度の議論が可能になった。また、クラスタの形態ごとに優先度が異なることも明らかとなった。相の3粒界で発生するバリエントペアについては、優先度および形態を予測可能なことが明らかとなった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

鉄鋼材料や形状記憶合金のマルテンサイト組織では、特定のバリエント同士が結合して形成することが知られている(自己緩和組織)。バリエント/バリエント結合面は材料の変形能や降伏応力に大きな影響を及ぼすことから、バリエント結合則の理解は重要と考えられる。本研究成果を発展させることで、高度な組織制御のための指針を得ることが期待できる。また得られた3D観察に関する知見は、他のマルテンサイト組織を有する材料にも応用可能である。

研究成果の概要（英文）：This study attempted to predict the priority of variant pairing in martensite microstructure of steel using 2D+3D analysis. The 3D morphology of intragranular variant pairs and clusters was considered from the viewpoint of rank-1 connections, and the priority of pairing and clustering could be discussed. For variant pairs formed at 3 prior austenite grain boundaries, the priority and morphology can be predicted.

研究分野：金属組織学

キーワード：マルテンサイト 鉄鋼材料 バリエント結合則 結晶学

様式 C - 19、F - 19 - 1 (共通)

1. 研究開始当初の背景

鉄鋼材料や形状記憶合金のマルテンサイト組織では、特定のバリエーション同士が結合して発生することが知られている(自己緩和組織)。バリエーション/バリエーション結合面(以下、結合面)は材料の変形能や降伏応力に大きな影響を及ぼす[Archie et al, Mater. Sci. Eng. A (2018) 539]ことから、バリエーション結合則(どのようなバリエーション同士が結合しやすいか)の理解は重要と考えられる。これまで、マルテンサイト組織の結晶学は現象論によって説明されてきたが、現象論により明らかにされるのは、そのペアが変態歪みの緩和に有利か否かのみであり、理論上どのペアが形成しやすいか(優先度)を定量的に予測する手法は確立されていない。

近年、形状記憶合金のマルテンサイト組織の優先度を、結合面における変形の連続性に関する条件(rank-1 接続)から議論することが試みられている[Inamura et.al, Philos. Mag (2012) 618]。rank-1 接続によって、結合面に幾何的に要請されるミスフィット(ねじれ)が評価できる。このミスフィットが小さなバリエーションペアが実際の組織で優先的に形成されることが報告されている。

申請者は、鉄鋼材料の優先度もミスフィットという定量的な尺度を通じて予測可能であると考え、レンズ・薄板状マルテンサイトに対して調査を行ってきた。その結果、より高精度にバリエーションペアの優先度を予測するためには、結合面のミスフィットの大きさを軸にして、核生成サイト(粒内、 $\text{旧}\gamma$ 粒界)など他の因子との複合効果を考慮する必要があると着想した。

2. 研究の目的

本課題では鉄鋼材料のバリエーション結合則を明らかにするために、結合面における rank-1 接続を軸として試料表面の二次元(2D)解析+三次元(3D)解析からバリエーションペアおよびクラスタの優先度を予測する手法の開発を試みた。

3. 研究の方法

(1)実験方法

研究に使用したのは、薄板状およびレンズマルテンサイトが形成する Fe-Ni-C 合金である。マルテンサイト変態開始温度(M_s)直下および 77K でサブゼロ処理を行い、マルテンサイトを形成させた。マルテンサイト組織の 2D 解析は、電子線後方散乱回折法(EBSD)および透過型電子顕微鏡観察にて行った。バリエーションの同定には、EBSD で取得した結晶方位マップと晶癖面のトレース解析を併用した。3D 解析はシリアルセクションング 光学顕微鏡法、シリアルセクションング EBSD 法および二面解析法により行った。

(2)解析

現象論に基づいて、24 種類のバリエーションの変形勾配を計算した後、結合面における rank-1 接続からミスフィットを計算した。 γ 相およびマルテンサイトの格子定数は実験から得られたものをを用いた。

4. 研究成果

(1) 粒内のバリエーション結合則

レンズマルテンサイトで形成される全てのバリエーションペア(552 種)の結合面について、rank-1 接続から理論上のミスフィットを評価した。また、77K と M_s 直下でサブゼロ処理した組織についてバリエーションペアの結合頻度を計測した。その結果、いずれの試料でもミスフィットが小さ

な 3 種類のペア(K-S バリエント表記:V1/V17, V1/V6, V1/V16)が全体の 70%以上を占め、高頻度に形成されることが明らかになった。また、同一晶癖面グループに属するバリエントが密集して形成する様子が観察された。以上の観察結果と晶癖面と結合面の幾何学的関係から、レンズマルテンサイトにおいて形成が可能なバリエントペアと、それらの組み合わせで構成されるバリエントク

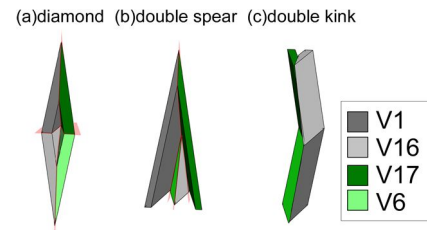


図1 バリエントクラスタの3D形態

ラスタの3D形状を考察した。同一晶癖面グループのバリエントから構成可能なクラスタ形態は diamond 型, double spear 型, double kink 型の三種類である(図1)。これらのクラスタを構成するバリエントは共通していることから、従来の現象論では優先度を議論できない理論解析の結果、double kink 型と double spear 型はクラスタの形成によってミスフィットが相殺する一方、diamond 型はミスフィットが累積することが判明した。よって、diamond 型の形成は rank-1 接続の観点から不利であると考えられる。実際に、diamond 型が 2D 観察可能な<001> γ から EBSD 測定を行ったが、形成は確認できなかった。

薄板状マルテンサイトについても解析を行ったところ、V1/V17, V1/V6, V1/V16 ペアはレンズマルテンサイトと同様に、理論上のミスフィットが小さなものであり、実際の組織でも高頻度に形成された。V1/V16 ペアの内部では結晶方位マップ上で結晶方位回転が見られたため、詳細な解析を行った。薄板状マルテンサイトの結晶学は、現象論における不変面条件によく従うことが報告されている。そのため、不変面条件を満たす場合のバリエントの結晶方位を基準として、偏差を可視化した。偏差は結合面付近で最大となり、結合面から離れると減少した。偏差の回転軸と回転量は rank-1 接続から要請される理論値とほぼ一致した。従って、結合面に要請される理論的なミスフィットは、実際の組織では不変面条件からの偏差として現れることが明らかとなった。

マルテンサイト組織の 3D 組織をシリアルセクションング 光学顕微鏡法で取得することを試みた。観察領域 500 $\mu\text{m} \times 300 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ で 3D 像を構築した。機械研磨+エッチング後の 2D スライスを通した積層したが、結合面付近の組織が明瞭にエッチングされておらず、結合面に関して十分な精度の情報が得られなかった。2D+3D 解析の結果、ミスフィットが最も小さなペアは V1/V17 である一方、最も高頻度に形成したペアはミスフィットが二番目に小さな V1/V6 ペアであることが判明した。

以上の結果より、粒内で形成するバリエントペアおよびクラスタについて rank-1 接続の観点から優先度の議論が可能になった。また、クラスタの形態ごとに優先度が異なることも明らかとなった。しかし、ミスフィットの小ささと形成頻度の順位に齟齬が見られたことから、ミスフィットの大きさ以外の因子も形成頻度に影響を及ぼすことが判明した。

(2) 旧 γ 粒界で発生するバリエントの結合則

薄板状マルテンサイト組織の旧 γ 粒界(方位差 $36^\circ @ [6,1,11]$)で形成するバリエントをシリアルセクションング EBSD 法で 3D 観察した。観察領域は、40 $\mu\text{m} \times 40 \mu\text{m} \times 35 \mu\text{m}$ である。スライス時の FIB 加工により生じるノイズは、画像処理によって低減させた。また、FIB 加工によりマルテンサイトが誘起されることも判明したが、

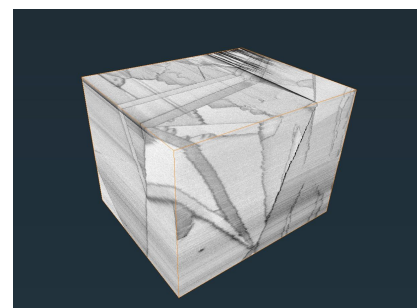


図2 シリアルセクションング EBSD 法で構築した 3D 像

このマルテンサイトは母相との界面が湾曲しているため、FIB 加工前から試料内に存在したマルテンサイトとは区別が可能であった。

図 2 に構築した 3D 像を示す。2D 像上では旧 γ 粒界を跨いで形成されているように観察されたバリエントペアは、実際の 3D 組織でも旧 γ 粒界に沿って形成していた。また、2D ではペアとして観察されたバリエントが、実際の 3D 組織では 6 つのバリエントが結合したクラスタを形成している様子が観察された。しかし、クラスタを構成するバリエントの組み合わせは rank-1 接続の観点から形成が有利なものとは異なっていた。バリエントペアおよびクラスタが旧 γ 粒界で rank-1 接続を満足するためには、旧 γ 粒界が特定の方位差と粒界面を有する必要があるため、この旧 γ 粒界では条件を満足できなかったことが示唆される。

焼鈍双晶として高頻度に観察される β 粒界についても解析を行った。粒界面が(111) の β 粒界で観察されたマルテンサイトについても、バリエントペアが粒界を跨ぐように形成しており、バリエントペアの結合面は粒界と平行であった。理論解析の結果、形成していたペアはいずれも rank-1 接続から要請される理論上の結合面が(111) γ で、かつ、結合面に生じるミスフィットが小さな二種類であることが判明した。二種類のペアをミスフィットの小さな順に、I 型、II 型としたとき形成頻度は I 型>II 型であった。よって、 β 粒界で形成するバリエントペアの形態および優先度は rank-1 接続の観点から予測できると考えられる。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計9件（うち査読付論文 8件/うち国際共著 1件/うちオープンアクセス 2件）

1. 著者名 Heima Akira, Shinohara Yuri, Inamura Tomonari	4. 巻 65
2. 論文標題 Comparison of Dislocation Accumulation Behavior upon Thermal Cycling in Ti-30Ni-20Cu and Ti-39Ni-11Pd Shape Memory Alloys	5. 発行年 2024年
3. 雑誌名 MATERIALS TRANSACTIONS	6. 最初と最後の頁 352 ~ 355
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/matertrans.mt-m2023202	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 Shinohara Yuri, Hishida Mayuko, Tanaka Yasuaki, Inamura Tomonari	4. 巻 259
2. 論文標題 Analysis of thin-plate martensite microstructure in steel focusing on incompatibility and its visualization	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Acta Materialia	6. 最初と最後の頁 119275 ~ 119275
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.actamat.2023.119275	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 Takahashi Nozomi, Shinozaki Sho, Shinohara Yuri, Tanaka Yasuaki, Kawata Hiroyuki, Inamura Tomonari	4. 巻 64
2. 論文標題 Geometry of Butterfly Martensite in Fe-18Ni-0.7Cr-0.5C Alloy	5. 発行年 2024年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 202 ~ 211
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/isijinternational.isijint-2023-277	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 Matsumura Ryutaro, Ueda Yuri, Hagihara Koji, Shinohara Yuri, Inamura Tomonari	4. 巻 65
2. 論文標題 Local Plastic Deformation of Kink Band Opposing External Stress in Mg-Zn-Y Alloy	5. 発行年 2024年
3. 雑誌名 MATERIALS TRANSACTIONS	6. 最初と最後の頁 101 ~ 104
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/matertrans.mt-m2023155	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 Heima A., Shinohara Y., Akamine H., Nishida M., Inamura T.	4. 巻 269
2. 論文標題 Peculiar martensitic microstructure and dislocation accumulation behavior in Ti-Ni-Cu shape memory alloys almost satisfying the triplet condition	5. 発行年 2024年
3. 雑誌名 Acta Materialia	6. 最初と最後の頁 119823 ~ 119823
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.actamat.2024.119823	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 Matsumura Ryutaro, Shinohara Yuri, Inamura Tomonari	4. 巻 64
2. 論文標題 Numerical Analysis of Disclinations in Connecting Kink Bands Formed by Multiple Basal Shear	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 MATERIALS TRANSACTIONS	6. 最初と最後の頁 817 ~ 826
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/matertrans.mt-md2022020	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 Porta Francesco Della, Heima Akira, Shinohara Yuri, Akamine Hiroshi, Nishida Minoru, Inamura Tomonari	4. 巻 169
2. 論文標題 Triplet condition: A new condition of supercompatibility between martensitic phases	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Journal of the Mechanics and Physics of Solids	6. 最初と最後の頁 105050 ~ 105050
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.jmps.2022.105050	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 該当する

1. 著者名 Shinohara Yuri, Akabane Satomu, Inamura Tomonari	4. 巻 11
2. 論文標題 Analysis of variant-pairing tendencies in lenticular martensite microstructures based on rank-1 connection	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Scientific Reports	6. 最初と最後の頁 -
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1038/s41598-021-93514-z	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 Shinohara Yuri	4. 巻 60
2. 論文標題 Microstructure Analysis in a Fe-Ni-C Alloy with Lenticular Martensite Based on Kinematics and Crystallography	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Materia Japan	6. 最初と最後の頁 712 ~ 716
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/materia.60.712	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 -

〔学会発表〕 計24件 (うち招待講演 2件 / うち国際学会 2件)

1. 発表者名 篠原百合
2. 発表標題 鉄鋼材料の薄板状マルテンサイト組織におけるバリエントベア内部の組織解析
3. 学会等名 日本金属学会2024年春季講演大会 (招待講演)
4. 発表年 2024年

1. 発表者名 高橋希, 篠原百合, 川田裕之, 稲邑朋也
2. 発表標題 ラスマルテンサイトにおける変態の進行に伴うバリエント結合則の変化
3. 学会等名 日本金属学会2024年春季講演大会
4. 発表年 2024年

1. 発表者名 彦坂元, 副島洋平, 赤嶺大志, 篠原百合, 西田稔, 稲邑朋也
2. 発表標題 Ti-Niにおける自己調整組織のNi濃度依存性とその支配因子
3. 学会等名 日本金属学会2024年春季講演大会
4. 発表年 2024年

1. 発表者名 張雪禹, 松村隆太郎, 篠原百合, 稲邑 朋也
2. 発表標題 湾曲したリッジキンクに関するエネルギー論的考察
3. 学会等名 日本金属学会2024年春季講演大会
4. 発表年 2024年

1. 発表者名 井上 ひかり, 平間 慧, 篠原 百合, 稲邑 朋也
2. 発表標題 TiNiCuHf形状記憶合金におけるマルテンサイト変態過程のその場観察
3. 学会等名 2023年金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 高田 龍平, 平間 慧, 篠原 百合, 稲邑 朋也
2. 発表標題 マルテンサイト組織の適合条件を調整したTiNi基形状記憶合金におけるMsの熱サイクル数依存性
3. 学会等名 2023年金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 目黒 まりん, 北尾 崇郎, 篠原 百合, 稲邑 朋也
2. 発表標題 Fe-Ni-C合金の応力誘起マルテンサイトによる形状記憶効果におよぼすマルテンサイト形態の影響
3. 学会等名 2023年金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 高橋希, 篠崎翔, 篠原百合, 稲邑朋也, 川田裕之
2. 発表標題 '-マルテンサイトにおける(100) を結合面とするパタフライ型バリエーションペアの普遍性
3. 学会等名 2023年鉄鋼協会秋季講演大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 篠原百合, 佐橋侑馬, 稲邑朋也, 田中泰明
2. 発表標題 粒界に形成する薄板状マルテンサイトのバリエーションペアにおける結合則
3. 学会等名 2023年鉄鋼協会秋季講演大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 松村隆太郎, 上田佑理, 篠原百合, 稲邑朋也
2. 発表標題 結合したキンクバンドのせん断により発生する回位多重極子の弾性エネルギー
3. 学会等名 日本金属学会 第171回秋期講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 平間慧, 篠原百合, 稲邑朋也
2. 発表標題 Ti-30Ni-20Cu合金においてマルテンサイト変態により形成される転位組織
3. 学会等名 日本金属学会 第171回秋期講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 篠原百合, 赤羽里夢, 稲邑朋也
2. 発表標題 3粒界におけるレンズマルテンサイトのバリエーション結合則
3. 学会等名 2021年鉄鋼協会秋季講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 稲邑 朋也, 松村 隆太郎, 張 雪禹, 篠原 百合
2. 発表標題 キンク組織とその変形に関する運動学的考察
3. 学会等名 2021年金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 高橋 希, 篠原 百合, 稲邑 朋也, 田中 泰明, 諏訪 嘉宏
2. 発表標題 Fe-Ni-Cr合金におけるラスマルテンサイトのバリエーション結合則
3. 学会等名 2021年金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 松村 隆太郎, 篠原 百合, 稲邑 朋也
2. 発表標題 キンクバンドのせん断により発生する回位多重極子
3. 学会等名 2021年金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 平間 慧, Della Porta Francesco, 篠原 百合, 西田 稔, 稲邑 朋也
2. 発表標題 Ti-Ni-Cu形状記憶合金における特異なマルテンサイト組織
3. 学会等名 2021年金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 松村 隆太郎, 篠原 百合, 稲邑 朋也
2. 発表標題 キンクバンドのせん断により発生する回位多重極子の弾性エネルギー
3. 学会等名 2022年金属学会春期講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 張 雪禹, 松村 隆太郎, 篠原 百合, 稲邑 朋也
2. 発表標題 Ridgeキンクにおける区分的に均一なキンク列による回位の緩和
3. 学会等名 2022年金属学会春期講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Yuri Shinohara, Satomu Akabane, Tomonari Inamura
2. 発表標題 Variant Pairings of Lenticular Martensite in Fe-Ni-C Alloy
3. 学会等名 The 16th International Conference on Martensitic Transformation (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Tomonari Inamura, Francesco Della Porta, Akira Heima, Yuri Shinohara, Minoru Nishida
2. 発表標題 Compatibility Condition at Triple Junction of Martensite and Unusual Microstructure in TiNiCu Alloy
3. 学会等名 The 16th International Conference on Martensitic Transformation (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 篠原百合
2. 発表標題 Fe-Ni-C合金のマルテンサイト組織におけるバリエーション隣接傾向と結合形状
3. 学会等名 日本金属学会2020年秋期講演大会 (招待講演)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 松村 隆太郎, 深堀 恒輔, 篠原 百合, 稲邑 朋也
2. 発表標題 複数の底面すべりにより形成されたキンクバンドの結合状態の解析
3. 学会等名 日本金属学会2021年春期講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 高橋希, 篠原 百合, 稲邑 朋也, 田中 泰明
2. 発表標題 鉄合金マルテンサイトのバリエーション結合則に及ぼす格子不変変形の影響
3. 学会等名 日本金属学会2021年春期講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 篠原百合, 菱田真由子, 稲邑朋也, 田中泰明
2. 発表標題 不変面条件からの偏差により導入される薄板状マルテンサイト内部の方位変化
3. 学会等名 日本鉄鋼協会2021年春季講演大会
4. 発表年 2021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
---------------------------	-----------------------	----

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
---------	---------