

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 15 日現在

機関番号：11301

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2013～2014

課題番号：25630315

研究課題名(和文)変態歪蓄積を利用した巨大歪加工による構造用金属材料の結晶粒微細化

研究課題名(英文) Grain refinement of structural metallic materials by accumulation of transformation strain

研究代表者

宮本 吾郎 (Miyamoto, Goro)

東北大学・金属材料研究所・准教授

研究者番号：60451621

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、変態に伴う歪蓄積を利用した超強加工を必要としない結晶粒微細化法を確立することを目的として、Fe-Ni-C合金の繰返し変態に伴う組織変化を調査した。その結果、Fe-Ni合金では、結晶粒径は1サイクル後に減少するがその後の変化は小さいのに対して、少量の炭素を添加することで、10サイクルまで結晶粒は連続的に微細化し続け、サブミクロン組織を得ることが可能であることが明らかとなった。

研究成果の概要(英文)：In order to establish novel grain refinement method, we've investigated microstructure change during cyclic displacive forward and reverse transformations. It was found that displacive reversion takes place in Fe-18Ni and Fe-23Ni alloys. As a results of reversion and forward transformations in Fe-Ni alloy, grain size decreases although further refinement cannot be achieved with increasing the number of cycles. On the other hand, grain size decreases continuously with increasing number of cycles in carbon added alloy. Eventually, sub-micron grain can be obtained after 10 cycles in this alloy.

研究分野：金属組織制御学

キーワード：マルテンサイト変態 逆変態 組織微細化 結晶学

1. 研究開始当初の背景

近年、構造金属材料の高強度化・高靱性化法として粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の結晶で構成されるバルク金属材料“バルクナノメタル”が注目されている。超微細粒組織を得る方法としては、歪量(ϵ)4以上(98%以上の圧延に相当)の変形を加える巨大歪加工法が一般的であり、繰り返し重ね圧延や多方向鍛造などがこれまで開発されてきたが、いずれも低温での大変形を必要とするため負荷荷重の上限により作製できる試料サイズには制限があった。

本研究では、従来の変形によって歪を導入する手法とは異なり、固相中の相変態に伴い試料内部に発生する変態歪に注目し、これを蓄積させることで巨大歪を導入する。例えば、鉄合金における高温相(fcc構造)から低温相(bcc構造)へのせん断型変態では、 $\epsilon = 0.2$ を超える大きな変態歪が発生し、高密度の格子欠陥が bcc 中に導入されることが知られている(図1:①冷却)。加熱中にせん断型 bcc \rightarrow fcc 変態が生じその変態歪も $\epsilon = 0.2$ 程度であるとすれば(図1:②加熱)、10回加熱・冷却を繰り返すことで理想的には $\epsilon = 4$ の巨大歪を試料中に導入することが可能となる。この処理は試料の形状変化を伴わないため無限に繰り返すことが可能であり、これまでの変形を用いた手法に比べて試料サイズに制限のない有力な巨大歪加工法となりえる。

2. 研究の目的

せん断型 bcc \leftrightarrow fcc 変態が起こる条件を明らかにし、bcc \leftrightarrow fcc 変態を繰り返すことで結晶粒を微細化する手法を確立することを目的とする。

3. 研究の方法

せん断型 fcc \leftrightarrow bcc 変態の繰り返しにより変態歪を蓄積して巨大歪加工を行うために、Fe-Ni合金を用いてせん断型 bcc \leftrightarrow fcc 変態が起こる Ni 量、加熱・冷却速度条件を明確化する。さらに、繰り返し数が組織に及ぼす影響を明確にする。また、結晶粒微細化を促進させるため、bcc 相中の格子欠陥量の増大と加熱時の格子欠陥の消滅を抑制することが知られている炭素に注目し、Fe-Ni合金の繰り返し変態組織に及ぼす炭素添加の

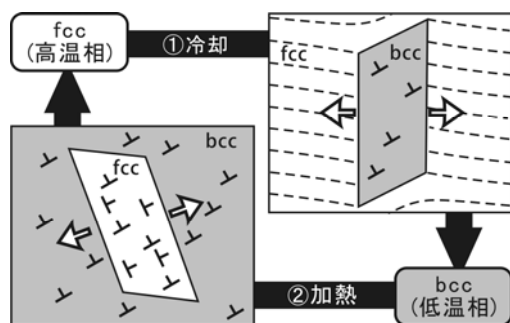


図1 fcc \leftrightarrow bcc 繰り返し変態による歪の蓄積

影響を調査する。これらの実験により、変態歪蓄積を利用した巨大歪加工による結晶粒微細化法を確立する。

4. 研究成果

(1) 逆変態温度の Ni 濃度依存性

せん断型逆変態を発生させるために、初めに Ni 濃度が逆変態温度に及ぼす影響を調べた。実験には、Fe-11Ni, 18Ni, 23Ni 合金を用いて、0.1K/s~100K/s の種々の速度で加熱した際の逆変態開始 (A_s) および終了 (A_f) 温度を熱膨張計により測定した。

加熱速度が大きくなるほど逆変態温度が上昇するが、20K/s 以上ではほぼ一定となることを確認した。図2は20K/sで加熱した際の A_s および A_f 点の Ni 濃度依存性を Fe-Ni 状態図と比較したものである。これを見ると、Ni 濃度が増加するほどオーステナイトが安定化されて逆変態温度は低下する。いずれの合金においても A_s , A_f 点ともに T_0 温度よりも高く、 A_{e3} 温度に近いことが分かる。つまりいずれの合金でも熱力学的にはせん断型の逆変態を起こす可能性があることが分かる。

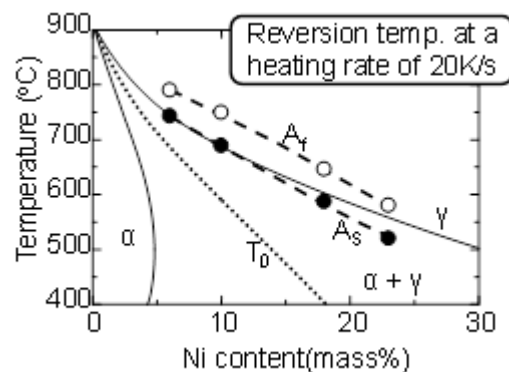


図2 Fe-Ni合金における逆変態温度

(2) 逆変態オーステナイト形成のその場観察

次に、せん断型逆変態が起こるかどうかを調べるため、鏡面に研磨した Fe-11Ni, 18Ni, 23Ni 合金を小型ステージで加熱しながら、表面組織をレーザー顕微鏡で観察した。

図3に Fe-23Ni 合金を 20K/s で加熱した際の表面組織及び処理前後の方位マップを示す。これを見ると、加熱中の逆変態により、明瞭な表面起伏が生じ、その後の正変態によりさらに新たな表面起伏が重畳することから、逆・正変態ともにせん断型で発現していることが分かる。また、変態前後の方位マップおよび極点図を見ると、bcc \rightarrow fcc および fcc \rightarrow bcc の2回の相変態を経ているにもかかわらず、極点図はほとんど変化しておらず、方位マップ中のオーステナイト粒界もそのままであることが分かる。これは、せん断型逆変態に伴い、オーステナイトメモリー現象が発現していることを明確に表している。

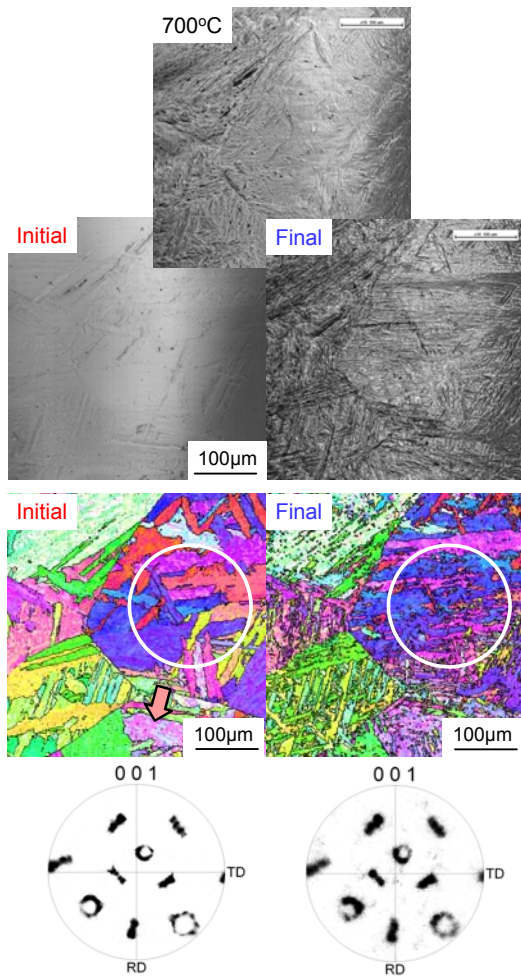


図3 Fe-23Ni合金の加熱中の表面組織の変化及び処理前後の方位マップと極点図

さらに、マルテンサイト組織については類似してはいるものの微細化しており、メモリー現象は逆変態に比べると弱い。いずれにしても、せん断型逆・正変態を経ることでマルテンサイト組織は微細化する。同様の明瞭かつ鋭い表面起伏はFe-18Ni合金でも見られるものの、Fe-11Ni合金では見られなかったため、11Ni合金ではせん断型逆変態は発現しないと判断した。

(3) 繰り返し処理による組織微細化

繰り返しせん断型変態によるマルテンサイトの組織変化を調査するため、Fe-18Ni合金、Fe-23Ni合金およびFe-18Ni-0.1C合金を700°Cまで加熱し、その後室温まで冷却するサイクルを繰り返し、各サイクル後の硬さ、組織を調べた。

図4にFe-18NiおよびFe-18Ni-0.1C合金の繰り返し変態後の硬さを示す。いずれの合金でも1サイクル後に硬さは上昇するがその後の繰り返しでの硬さ上昇は小さい。また、炭素添加の方が、徐々に硬さが増加することが分かる。

図5は両合金の繰り返し変態後の組織を示している。18Ni合金では、初期に小角粒界

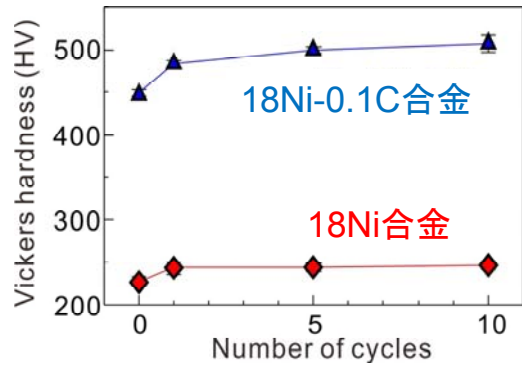


図4 繰り返し変態に伴う硬さ変化

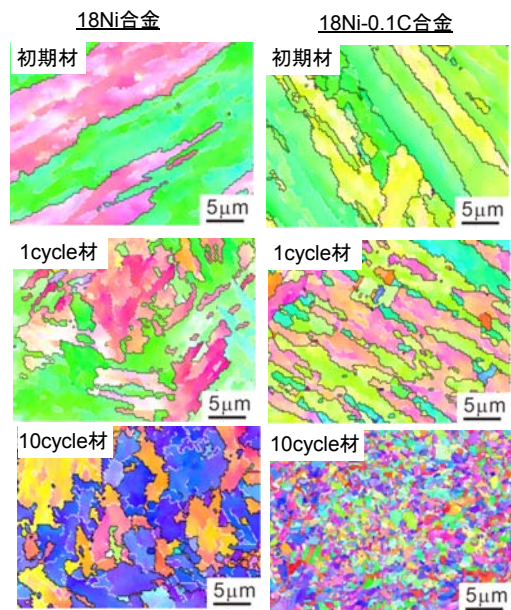


図5 マルテンサイトおよびベイナイト組織のサイズに及ぼす変態前加工の影響

を多く含むサブブロック組織が明瞭に見られ、その傾向は繰り返し変態後も変わらないが、大角粒界が多く導入されることで組織が微細化する。一方、Fe-18Ni-0.1C合金では、ほとんどの粒界が大角粒界であり、1サイクル、10サイクル材と繰り返し数が増加するにつれて顕著に組織微細化が進む。

炭素添加による微細化の理由を更に調査するため、Fe-18Ni-0.1C合金とほぼMs点の等しいFe-23Ni合金を用意して、同じ条件で繰り返し変態を施し組織変化を調べた(図6)。Fe-23Ni合金の10サイクル後の組織は、Fe-18Ni合金とほぼ同様であり、Fe-18Ni-0.1C材で見られたようなサブミクロンの顕著な結晶粒微細化は見られない。この結果は、炭素添加による結晶粒微細化効果は変態温度の低下といった熱力学的な因子ではなく、回復・再結晶の抑制およびせん断型変態に伴う欠陥密度増加、蓄積欠陥量の増大といったことに起因していると考えられる。

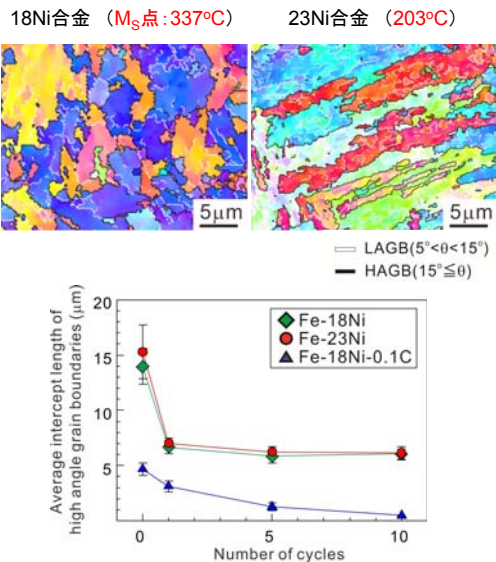


図6 10サイクル後のFe-18Ni およびFe-23Ni合金の方角マップおよびサイクル数に伴う結晶粒径の変化。

まとめ

本研究では、変態に伴う歪蓄積を利用した超強加工を必要としない結晶粒微細化法を確立することを目的として、Fe-Ni-C合金の繰り返し変態に伴う組織変化を調査した。その結果、Fe-Ni合金では、結晶粒径は1サイクル後に減少するがその後の変化は小さいのに対して、少量の炭素を添加することで、10サイクルまで結晶粒は連続的に微細化し続け、サブミクロン組織を得ることが可能であることが明らかとなった。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計 5件)

1. 宮本吾郎, 金下武士, 知場三周, 古原忠, 鉄鋼のマルテンサイト/ベイナイト変態における結晶学的拘束, 日本金属学会誌 (査読有), in press.
2. T.Chiba, G.Miyamoto, T.Furuhara, Comparison of Variant Selection between Lenticular and Lath Martensite Transformed from Deformed Austenite, ISIJ Int., (査読有), 53(2013), pp.915-919, DOI: 0.2355/isijinternational.53.915

〔学会発表〕(計 15件)

1. 知場三周, 宮本吾郎, 古原忠, せん断型繰り返し変態によるFe-18Ni合金の組織微細化, 熱処理協会第78回講演大会, 2014.11.27, 鹿児島大.
2. 金下武士, 宮本吾郎, 古原忠, Fe-2Mn-C合金のオーステナイト粒界から生成し

たベイナイトのバリエーション選択, 日本鉄鋼協会第168回講演大会, 2014.9.25, 名古屋大

3. 長見裕也, 宮本吾郎, 古原忠, 低炭素鋼のベイナイト組織に及ぼすMnSおよびVCの影響, 日本鉄鋼協会第168回講演大会, 2014.9.25, 名古屋大
4. 知場三周, 宮本吾郎, 古原忠, 単結晶Fe-Ni合金のレンズマルテンサイト生成に及ぼす応力の影響, 日本金属学会, 第155回講演大会, 2014.9.25, 名古屋大
5. 宮本吾郎, 古原忠, EBSD法を用いた鉄系マルテンサイトの結晶学解析, 日本金属学会第154回講演大会, 2014.3.21, 東工大.

〔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〕

なし

6. 研究組織

(1) 研究代表者

宮本吾郎 (Miyamoto Goro)
東北大学・金属材料研究所・准教授
研究者番号: 60451621