

令和 3 年 6 月 14 日現在

機関番号：12608

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2018～2020

課題番号：18H01729

研究課題名(和文) フェライトを初期組織とした新規マルテンサイト逆変態の探索

研究課題名(英文) investigation of a new type of martensitic reversion from ferrite initial structure

研究代表者

中田 伸生 (Nakada, Nobuo)

東京工業大学・物質理工学院・准教授

研究者番号：50380580

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 13,600,000円

研究成果の概要(和文)：「もし、初期bcc組織が下部組織を持たないとき、bcc-fccマルテンサイト逆変態で形成するオーステナイトは、どのような組織を持つのか？」という学術的疑問から、再結晶フェライトを初期組織として生じるマルテンサイト逆変態について調査を行った。熱力学・速度論に基づいた変態挙動の調査により、200 /s程度の昇温速度によって、フェライトを初期組織とするFe-16mass%Ni合金でマルテンサイト逆変態が生じることを示した。そして、電子顕微鏡を用いた組織解析により、bcc-fccマルテンサイト逆変態においても変態下部組織と高密度の転位が導入される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

マルテンサイト変態と逆変態を繰り返す場合、変態温度に由来した駆動力の差異はあるものの、fcc(面心立方格子)とbcc(体心立方格子)のどちらを初期組織としても、その本質は変わらないことが明らかとなった。すなわち、室温での強靭化や高温での高強度化など、要求する力学特性に及ぼす変態下部組織の効果を考慮し、初期組織を選択することが鉄鋼材料を初めとする構造用金属材料の組織制御に重要であることが示唆される。

研究成果の概要(英文)：On the basis of an academic question, How microstructure does the austenite have via bcc-fcc reversion, if the initial bcc has no substructure?, the martensitic reversion formed from recrystallized bcc-ferrite was investigated. The analysis in terms of thermodynamics and kinetics found that the martensitic reversion takes place in Fe-16mass%Ni alloy under the continuous heating at 200 degree C/s. In addition, TEM observations proved that transformed microstructure is developed and high-density dislocations are introduced even through the bcc-fcc reversion.

研究分野：構造用金属材料

キーワード：鉄鋼材料 相変態 マルテンサイト変態 逆変態 力学特性

1. 研究開始当初の背景

マルテンサイト変態は原子の拡散を伴わず、せん断変形によって結晶構造が変化する金属の相変態である。鉄鋼材料では、マルテンサイト変態によって多量の格子欠陥が導入されるため、これによって鋼の強靱化を達成することが可能となる。そのため、焼入れによって生じる、高温相である fcc (面心立方格子) から低温相である bcc (体心立方格子) への fcc-bcc マルテンサイト変態 (図 1-a) は、鉄鋼材料の重要な相変態として古くから研究され、高強度鋼を製造するための基盤技術として広く活用されている。さらに、Cr や Ni などの合金元素を含んだ合金鋼では、原子の拡散が著しく抑制される結果、冷却のみならず昇温過程で生じる bcc-fcc 逆変態についても、マルテンサイト変態が生じることが知られている (マルテンサイト逆変態: 図 1-b)。研究代表者は、この bcc-fcc マルテンサイト逆変態の機構を明らかにするため、系統的な研究を世界に先駆けて実施してきた。その結果、bcc-fcc マルテンサイト逆変態で形成したオーステナイトは、fcc-bcc マルテンサイト変態前に存在していた母相オーステナイトと同一方位を有しつつ、その内部には微細なラス組織が存在することがわかった。つまり、①結晶方位の可逆的変化(一種の形状記憶現象)と②下部組織の引継ぎが、マルテンサイト逆変態の特徴であることを明らかにした。

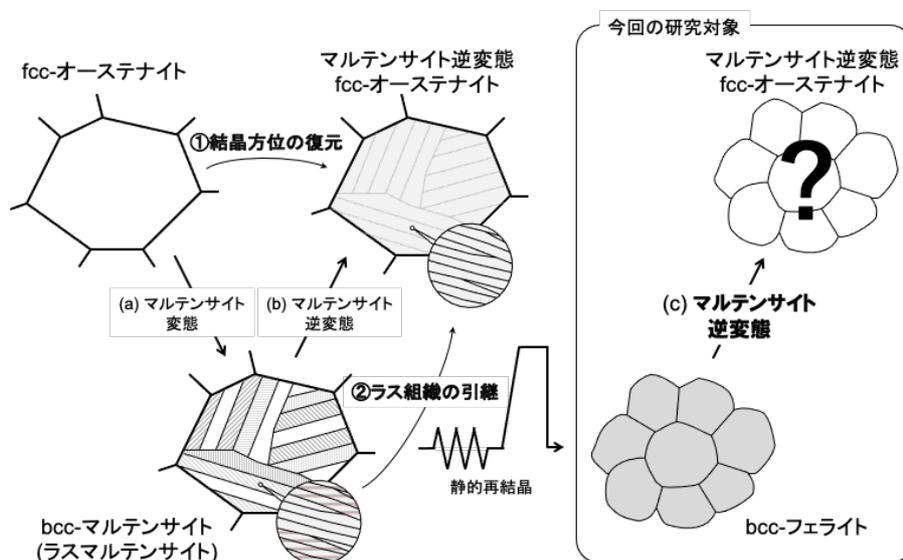


図 1. bcc-fcc マルテンサイト逆変態における初期組織の影響を示す模式図。

2. 研究の目的

代表者の研究によって明らかになった上記の特徴は、ラス状の下部組織を有する bcc-マルテンサイトを初期組織とした場合に形成するオーステナイト組織の特徴に過ぎず、「もし、初期 bcc 組織が下部組織を持たないとき、bcc-fcc マルテンサイト逆変態で形成するオーステナイトは、どのような組織を持つのか?」という素朴な疑問が生じる (図 1-c)。このような背景から、本研究課題では、独自の組織制御技術を駆使して、下部組織を持たない bcc-フェライト(α)を初期組織とした場合に発現する bcc-fcc マルテンサイト逆変態を調査することで、マルテンサイト逆変態の本質を解明するとともにその工業的な利用法を提案することを目指した。

3. 研究の方法

通常、マルテンサイト逆変態を発現する鋼は、ステンレス鋼やマルエージング鋼のように原子の拡散性が低い合金鋼に限定される。この種の鋼は、低い拡散性に起因して焼入れ性が極めて高く、冷却中にフェライトを形成することはない。そこで、本研究では、まず、再結晶を利用してマルテンサイトを下部組織のないフェライトにしたのち、このフェライトを初期組織とした bcc-fcc マルテンサイト逆変態を調査することを試みた。ただし、鉄鋼材料の一般的な再結晶焼鈍は 500°C 以上の高温で実施するため、マルテンサイトからフェライトへの再結晶を図る際、同時にオーステナイトの析出が生じてしまう。そこで、特殊な再結晶プロセスを適用することで、合金鋼であるにも関わらず再結晶フェライト単相組織が得られる Fe-8, 16%Ni 合金を用いて、連続加熱条件下における bcc-fcc 逆変態挙動ならびに、その後の冷却によって得られるマルテンサイト組織を詳細に解析することにより、bcc-fcc マルテンサイト逆変態を調査した。

4. 研究成果

初年度は、マルテンサイト逆変態の速度論的・熱力学的調査を実施した。マルテンサイト逆変態の発現には臨界加熱速度が存在するため、フォーマスター試験機を用いて逆変態点の加熱速度依存性を調査した。再結晶プロセスによってフェライト単相組織とした Fe-8, 16%Ni 合金(mass%)を用いて、1~200 °C/s の加熱を施したときの逆変態開始点と終了点を実測した。このとき、**図 2** に模式的に示すように、拡散型変態によってオーステナイトが析出する場合は逆変態点に加熱速度依存性が顕れるのに対して(Ac_1 , Ac_3), マルテンサイト逆変態が生じる場合には加熱速度依存性を示さないことが知られている(As , Af)。この加熱速度依存性の有無に注目して、マルテンサイト逆変態が発現するための臨界加熱速度を明らかにした。その結果、200°C/s の加熱において、Fe-8%Ni 合金では拡散型逆変態が発現する一方、Fe-16%Ni 合金ではマルテンサイト逆変態が生じることが確認できた。さらに、bcc-fcc マルテンサイト逆変態の開始点から逆変態の駆動力を熱力学計算ソフト Thermo-calc.を用いて計測したところ、520 J/mol と大きな値が見積もられた。マルテンサイト正変態の駆動力(1000~1200 J/mol)に比べて半分程度であることから、温度に依存した剛性率や降伏強度の低下がマルテンサイト変態駆動力に大きな影響を及ぼすことが示唆された。

次年度は、この初期組織をフェライトとして発現した bcc-fcc マルテンサイト逆変態における組織形成メカニズムを解明するため、マルテンサイト逆変態後に急冷した Fe-16%Ni 合金に対して、EBSD 法 (Electron Back Scattered Diffraction Patterns) や ECCI 法 (Electron Channeling Contrast Imaging) を用いた組織観察を実施した。その結果、初期組織をフェライトとして最終的に得られる組織の形態は、初期フェライトに類似した単一結晶方位の微細粒組織であることが確認できた。さらに、その内部にはラス境界の痕跡と思われる小角粒界や高密度の転位を有しており(**図 3**), 急冷時にシングルバリエーションのマルテンサイト変態が生じることが示唆された。以上の結果から、初期組織をフェライトとした場合のマルテンサイト逆変態およびその後のマルテンサイト変態においても、結晶方位の可逆変化が生じると結論付けた。

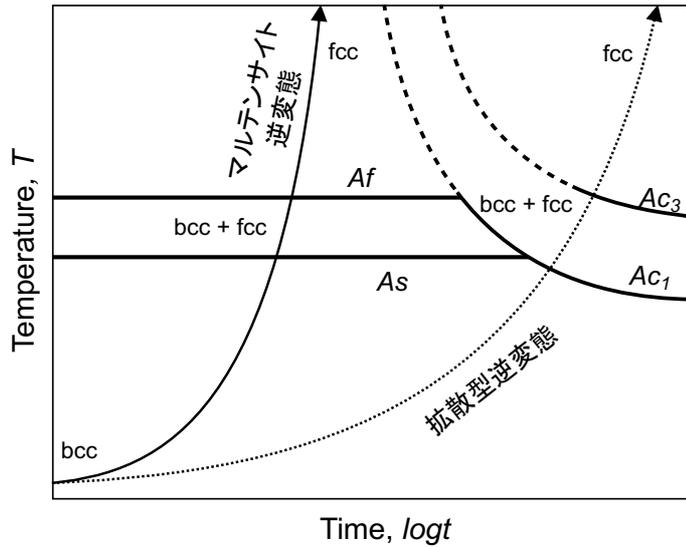


図 2. Fe-Ni 合金における連続加熱変態線図.

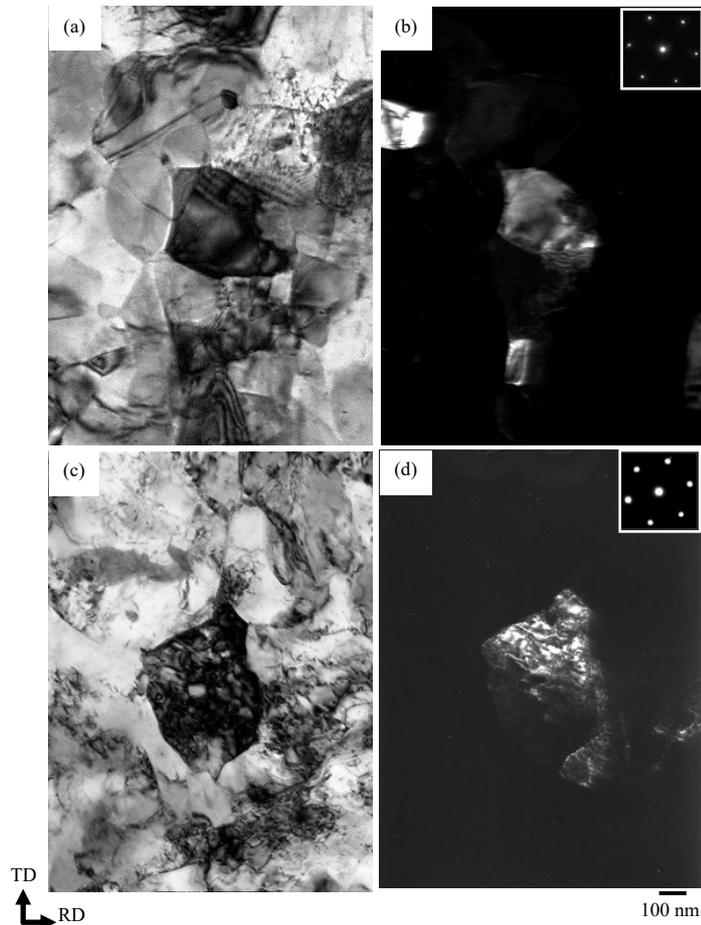


図 3. Fe-16%Ni 合金における(a, b)初期再結晶フェライト組織およびマルテンサイト逆変態後に水冷することで得た(c, d)マルテンサイト組織の電子顕微鏡写真.

そして、最終年度は、上記の解析手法を駆使し、より詳細な組織解析を実施した。具体的には比較的広範囲な EBSD 法による結晶方位解析を実施し、最終的に得られるマルテンサイトと初期の再結晶フェライトの集合組織を比較した。その結果、マルテンサイトには初期フェライトが有する加工集合組織が明らかに引き継がれていることが確認でき、巨視的な視点からもマルテンサイト逆変態およびその後のマルテンサイト変態における結晶方位の可逆変化を証明することができた。さらに、ECCI 法では再結晶フェライト組織を引き継いだ微細粒マルテンサイトの内部に、マルテンサイト変態の格子不変変形によって導入される高密度の転位を観察することができたが、初期フェライト組織と比較して明瞭な硬度上昇は得られなかった。この結果は、加工再結晶によって形成した微細粒フェライトがすでに十分高い硬度を有することに加え、マルテンサイト変態／逆変態で導入される高密度の転位が比較的短時間で回復することが示唆された。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2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 中田伸生	4. 巻 83
2. 論文標題 マルテンサイト逆変態を活用した鉄鋼材料の力学特性向上	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 日本金属学会誌	6. 最初と最後の頁 449-457
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2320/jinstmet.J2019030	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 Rui Bao, Sakaguchi Naoki, Nakada Nobuo	4. 巻 15
2. 論文標題 Mechanism of austenite recrystallization induced by martensitic reversion in super invar cast alloy	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Materialia	6. 最初と最後の頁 100995 - 100995
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.mtla.2020.100995	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 該当する

〔学会発表〕 計3件（うち招待講演 0件/うち国際学会 0件）

1. 発表者名 山口和哉, 中田伸生
2. 発表標題 Fe-Ni合金におけるフェライトからオーステナイトへのマルテンサイト逆変態
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第176回秋季講演
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 山口和哉, 中田伸生, 濱田純一
2. 発表標題 Fe-Ni合金におけるフェライトを初期組織としたマルテンサイト逆変態
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第177回春季講演
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Bao Rui, 坂口 直樹, 中田 伸生
2. 発表標題 スーパーインバー鋳鋼においてマルテンサイト逆変態に誘起されるオーステナイト不均質再結晶
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第179回春季講演
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
---------	---------