

平成 27 年 6 月 8 日現在

機関番号：14401

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2012～2014

課題番号：24560879

研究課題名(和文)放射光を用いたM-A組織中のオーステナイト相の結晶構造解析による相安定性の解明

研究課題名(英文)Clarification of phase stability of retained-austenite in M-A constituent by crystallographic analysis using synchrotron radiation.

研究代表者

寺崎 秀紀(Terasaki, Hidenori)

大阪大学・接合科学研究所・准教授

研究者番号：20423080

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,200,000円

研究成果の概要(和文)：大入熱を想定した高張力鋼再現溶接熱影響部におけるM-A組織中の残留オーステナイト相の相安定性について、同じバリエーションからなるベイナイトラス間の残留オーステナイト相の安定性が高く、一方、異なるバリエーション間に形成されたものは安定性が低くマルテンサイト変態が起きやすいことを明らかとした。さらに、M-A組織、マトリックス組織、じん性との関係を検証し、溶接熱影響部組織のへき開き裂進展に対する抵抗となる組織的因子を抽出することができた。具体的には、ベインゾーン境界が大きな抵抗であり、また、その中の最密面グループ境界とそこにできやすいM-A組織も抵抗となることを、き裂進展挙動の変化とともに可視化した。

研究成果の概要(英文)：In simulated HAZ of high-strength steel simulating high heat input welding, it was clarified that phase stability of retained-austenite in M-A constituent was high when it was formed between bainitic ferrite laths of same variant. By using bright X-ray diffraction analysis, the carbon content of stable retained-austenite was quantified as 1.0 mass%. On the other hand, its stability was low when retained-austenite was formed between different variants. Furthermore, to assess the relation among M-A constituent, matrix microstructure and toughness, resistance due to the microstructural factor against cleavage crack extension was visualized using EBSD analysis. For the crack extension, both of Bain zone boundaries and boundaries of close-packed plane group were resistance. Furthermore, M-A constituent easily formed at boundaries of close-packed plane group was also resistance. Those facts were visualized by analyzing the secondary crack extension in simulated HAZ of high-strength steel.

研究分野：溶接・接合

キーワード：溶接 溶接熱影響部 M-A組織 き裂 有効結晶粒 じん性 相変態 高張力鋼

1. 研究開始当初の背景

島状マルテンサイト組織（以下 M-A 組織）は、炭素量の高いマルテンサイト相と残留オーステナイト相の混在した組織であり、パイプライン等の溶接時に形成される組織のじん性を極端に悪くすることで知られている。そのため、その形成機構、組織形態を解明することは重要であり、多くの研究が行われてきた。透過型電子顕微鏡(TEM)による二次元観察により、棒状や塊状の M-A 組織が存在し、その中に（ラス状もしくは双晶の）マルテンサイトが観察されることや、ほぼ残留オーステナイト相のみが存在する場合もあることが報告されている。しかしながら残留オーステナイト相がマルテンサイト相に変態せずに安定に存在できる理由には説明されていない。もともとは同じオーステナイト相（つまり同じ炭素濃度）であったものが、一方がマルテンサイトに相変態し、もう一方が安定に存在している。この理由として、例えば、炭素濃度のミクロ分布が原因と仮定すれば、濃度差の定量化が必要となる。このような M-A 組織の特徴、マトリックス組織およびじん性との関係を明らかとし、じん性向上技術へと展開することが、溶接の効率化（大入熱溶接技術開発）の観点からも重要である。

2. 研究の目的

鉄鋼材料溶接熱影響部のじん性に悪影響を及ぼす島状マルテンサイト(M-A 組織)に注目し、微細組織観察技術と放射光 X 線回折により：

- (1) M-A 組織中の炭素濃度を定量化する。
- (2) オーステナイト相安定性の観点からマトリックス組織と M-A 組織との関係を明らかとする。
- (3) じん性、マトリックス組織および M-A 組織との関係を明らかとする。

3. 研究の方法

M-A 組織中の炭素濃度の定量化においては、相量等を考慮して、ワイヤー状の試験片を作成し、エネルギーが 36keV の X 線を用いて透過測定を行った。測定中に試料を 1 周させながらデバイ-シェラーリングを 2 次元のイメージングプレートで記録することで、結晶数が少なくても、多くの面からの回折を平均して測定することができた。マトリックス組織と M-A 組織の関係においては、電子後方散乱回折図形（以下、EBSD）の測定解析を中心に行った。

4. 研究成果

(1) M-A 組織中の残留オーステナイトの安定性について^[1,2]

80kg 級調質鋼に大入熱溶接を模擬した熱サイクル（ $t_{8/5}=180$ s）を付与すると、マトリ

ックスは粗大なベインゾーンを有した組織（図 1）となり、さらに M-A 組織が形成された。同一ベインゾーン内において、同じバリエーション群中に形成された M-A 組織中の残留オーステナイト相の安定性は高いことを見いだした（図 2）。この残留オーステナイト相の炭素濃度は 1.0 mass%と定量化（放射光活用）された。

一方で、このような組織では、ベインゾーンが最密面グループ（以下 CP グループ）より大きいため、同一ベインゾーン内に CP グループ境界が存在する。最大で約 21° の方位差を有する境界となるが、この同一ベインゾーン内の、バリエーション境界、特に CP グループ境界には M-A 組織が形成されやすく、しかもこのタイプの M-A 組織中の残留オーステナイト相の安定性は低いことを見いだした（図 2）。M-A 組織が残留オーステナイト相からマルテンサイト変態したときには、その周辺に微細な未変態残留オーステナイト相が残っていることが特徴である。

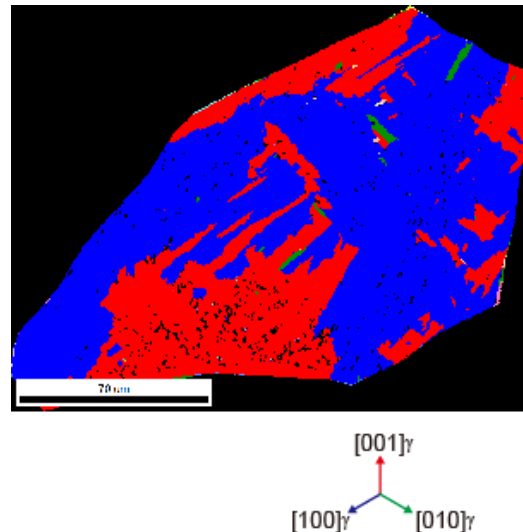


図 1 粗大なベインゾーンを有する組織^[1]

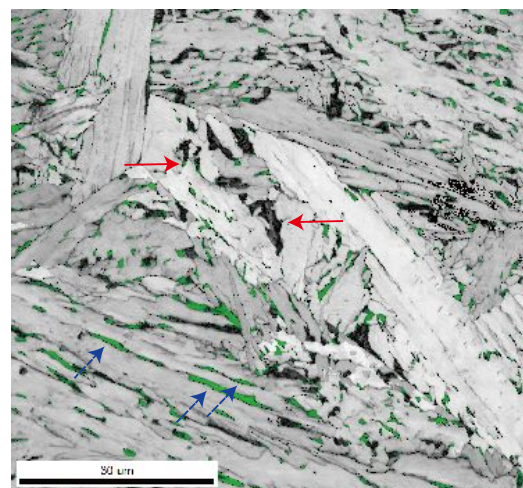


図 2 安定な残留オーステナイト相（青破線矢印）とマルテンサイト変態した M-A 組織（赤矢印）の例^[2]（緑色は残留オーステナイト相）

以上の成果より、M-A 組織の特徴（残留オーステナイト相の形態、安定性）がマトリックス組織の形態をみただけで予測できる可能性を示した。

(2) マトリックス組織、M-A 組織およびじん性との関係^[3]

(1)で示したように、粗大なベインゾーンの中に、M-A 組織（特に CP グループ境界では高炭素マルテンサイトを含む）が含まれるのであれば、じん性は低くなることが予想され、高張力鋼の大入熱溶接では、粗粒域ぜい化が起きることと整合する。本研究では、同熱サイクル（ $t_{8/5}=180$ s）付与材にシャルピー試験を行い、その二次クラックの進展挙動とマトリックス組織、M-A 組織との関係を検証することを行った。図 3 に破面と二次クラックの位置関係を示す OM 像を、図 4 に、旧オーステナイト粒単位での、クラックを含むマトリックス組織の IPF マップ、図 5 に同ベインゾーンマップを示す。

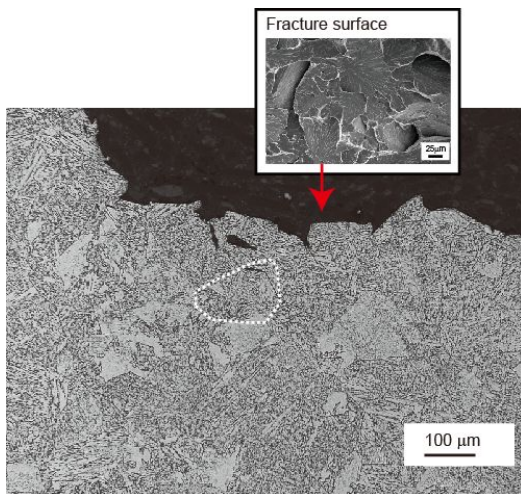


図 3 破面と二次クラックの位置関係^[3]
粗大なベインゾーンを有する組織^[1]

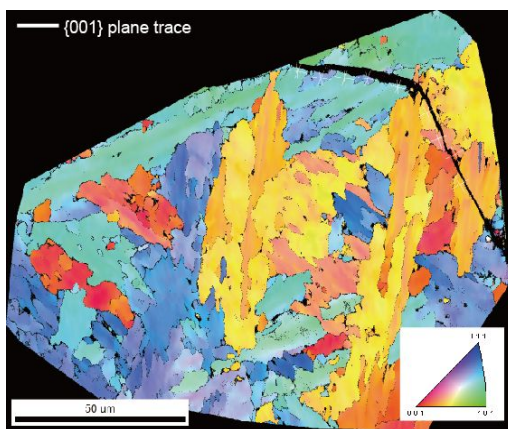


図 4 図 3 破線部の IPF マップ^[3]

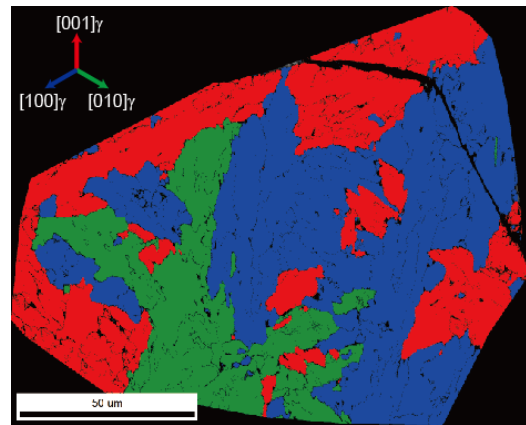


図 5 図 4 に対応するベインゾーンマップ^[3]

図 4 には、へき開面{001}のトレースも併せて示しており、き裂がへき開面に沿って、ミクロ組織に起因する抵抗を受けながら、進展していく様子が観察できる。さらに、図 5 では、ベインゾーン境界が大きな抵抗であることを示しており、同境界において、へき開面方向の変化とともに、き裂の幅が減少（塑性仕事力の低下）していることが可視化されている。以上より、図 5 は、ベインゾーンが溶接部組織の有効結晶粒であることを示しており、その可視化、定量化が可能であることを示している。 $t_{8/5}=180$ s、つまり大入熱溶接では、有効結晶粒が図 5 に示すように、粗大になり、かつ M-A 組織が形成されやすいため、じん性が低くなることがわかる。冷却速度制御による、ベインゾーンの減少がじん性向上に有効である。本研究で提案した方法により、その効果を定量的に可視化すること、および有効結晶粒の三次元評価が今後の展開である。

さらに、図 5 より、同一ベインゾーン内では、き裂の進展がローカルな抵抗を受けていることがわかる。これは、(1)でも述べた、同一ベインゾーン内の CP グループ境界の影響であると考え、CP グループマップとき裂進展挙動の関係も図 6 に示すように検証した。

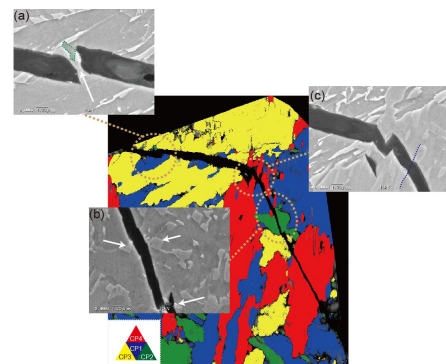


図 6 図 4 に対応する CP グループマップ^[3]

図6より、き劣の進展に対するローカルな抵抗位置と、CPグループ境界が対応していること、およびそこにはM-A組織が存在していることがわかる(但し、M-A組織はき裂起点ともなりうる)。この可視化結果のオリジナリティ・インパクトは高い。

さらに、本研究においては、溶接特有の連続冷却下では、相変態温度によって、系のポテンシャルエネルギーの減少機構が異なり、ベイゾーン形成およびCPグループ形成が適時選択されることを、図7に示すように、その場観察手法によって示した。^[4]

以上に示すように、溶接特有の連続冷却下での組織変化、M-A組織およびマトリックス組織の特徴およびじん性との関係を系統的に研究成果として発表することができた。

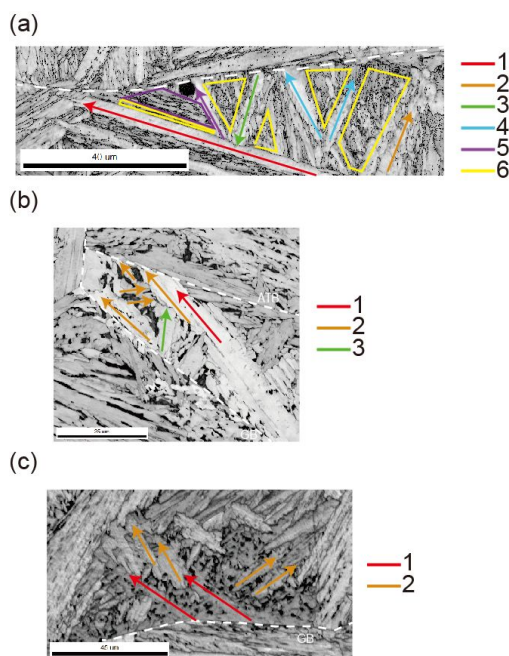


図7 (a) $t_{8/5}=25$ s の場合の組織形成挙動。番号はその場観察された組織形成順序を示す。1-4は同一ベイグループ、5,6は同一CPグループ。(b), (c) $t_{8/5}=180$ s の場合。いずれの場合もすべて同一ベイグループ。

<引用文献>

- [1] H. Terasaki and Y. Komizo, Morphology and Crystallography of Bainite Transformation in a Single Prior-Austenite Grain of Low-Carbon Steel, Metall. Mater. Trans. A, 査読有, Vol. 44, 2013, 2683-2689.
- [2] H. Terasaki and Y. Komizo, 4.

Correlation Between the Microstructural Development of Bainitic Ferrite and the Characteristics of Martensite-Austenite Constituent, Metall. Mater. Trans. A, Vol. 44, 2013, 5289-5293.

- [3] H. Terasaki, Y. Shintome, Y. Komizo, M. Ohata, K. Moriguchi, Y. Tomio, Effect of Close-Packed Plane Boundaries in a Bain Zone on the Crack Path in Simulated Coarse-Grained HAZ of Bainitic Steel, Metall. Mater. Trans. A, Vol. 46, 2015, 2035-2039.
- [4] H. Terasaki, Y. Shintome, A. Takada, Y. Komizo, K. Moriguchi, Y. Tomio, Visualization and Analysis of Variant Grouping in Continuously Cooled Low-Carbon Steel Welds, Metall. Mater. Trans. A, Vol. 45, 2014, 3554-3559.

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 4 件)

H. Terasaki and Y. Komizo, Morphology and Crystallography of Bainite Transformation in a Single Prior-Austenite Grain of Low-Carbon Steel, Metall. Mater. Trans. A, 査読有, Vol. 44, 2013, 2683-2689.

DOI: 10.1007/s11661-013-1610-5

H. Terasaki and Y. Komizo, 4. Correlation Between the Microstructural Development of Bainitic Ferrite and the Characteristics of Martensite-Austenite Constituent, Metall. Mater. Trans. A, 査読有, Vol. 44, 2013, 5289-5293.

DOI: 10.1007/s11661-013-1998-y

H. Terasaki, Y. Shintome, A. Takada, Y. Komizo, K. Moriguchi, Y. Tomio, Visualization and Analysis of Variant Grouping in Continuously Cooled Low-Carbon Steel Welds, Metall. Mater. Trans. A, 査読有, Vol. 45, 2014,

3554-3559.
DOI: 10.1007/s11661-014-2268-3
H. Terasaki, Y. Shintome, Y. Komizo, M. Ohata, K. Moriguchi, Y. Tomio, Effect of Close-Packed Plane Boundaries in a Bain Zone on the Crack Path in Simulated Coarse-Grained HAZ of Bainitic Steel, Metall. Mater. Trans. A, 査読有, Vol. 46, 2015, 2035-2039.
DOI: 10.1007/s11661-015-2817-4

~2015年4月24日, 学術総合センター
(東京都)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

寺崎 秀紀 (TERASAKI, Hidenori)

研究者番号: 20423080

[学会発表](計 7 件)

寺崎秀紀, 低炭素鋼再現溶接熱影響部における M-A 組織とベイニティックフェライトの組織発展との関係, (一社) 溶接学会平成 25 年度秋季全国大会, 2013 年 09 月 02 日 ~ 2013 年 09 月 04 日, 岡山理科大学 (岡山県・岡山市)

H. Terasaki, Correlation between the misorientation in the crystallographic packet and M-A formation in the simulated CGHAZ of a low-carbon steel, International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials (THERMEC'2013) (招待講演), 2013 年 12 月 02 日 ~ 2013 年 12 月 06 日, Las Vegas (USA)

寺崎秀紀, KS 関係バリエーション解析による低炭素鋼溶接部組織の識別, (一社) 溶接学会平成 26 年度春季全国大会, 2014 年 04 月 22 日 ~ 2014 年 04 月 24 日, 東京ビッグサイト (東京都)

寺崎秀紀, K-S 関係バリエーション解析による低炭素鋼再現溶接熱影響部組織の結晶学的特徴, (一社) 溶接学会平成 26 年度秋季全国大会, 2014 年 09 月 10 日 ~ 2014 年 09 月 12 日, 宇奈月国際会館 (富山県・黒部市)

H. Terasaki, Coarse-grained HAZ characterization in steel weld, AUN/SEED-NET Regional Conference on Materials Engineering 2014 (招待講演), 2014 年 11 月 11 日 ~ 2014 年 11 月 12 日, Kuala Lumpur (Malaysia)

H. Terasaki, In-situ Observation of Microstructural Evolution in Simulated Coarse-grained HAZ of Bainitic Steel, The 4th East Asia Symposium on Technology of Welding & Joining (招待講演), 2014 年 10 月 21 日 ~ 2014 年 10 月 23 日, Xian (China)

寺崎秀紀, 高強度鋼粗粒域における有効結晶粒の可視化, (一社) 溶接学会平成 27 年度春季全国大会, 2015 年 4 月 22 日