

平成 29 年 4 月 24 日現在

機関番号：12601

研究種目：若手研究(A)

研究期間：2014～2016

課題番号：26709054

研究課題名(和文) マルテンサイト変態制御による微細で複雑な3次元連続構造複相鉄鋼材料の創成

研究課題名(英文) Development of multi-phase steels with fine and complicated 3-dimensional continuous structure by controlling martensitic transformation

研究代表者

南部 将一 (NAMBU, Shoichi)

東京大学・工学(系)研究科(研究院)・講師

研究者番号：00529654

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 16,500,000円

研究成果の概要(和文)：革新的な強度・延性バランスを可能にする3次元連続構造を有するマルテンサイト/オーステナイト複相鉄鋼材料の創成を目指すため、その形態制御および特性向上における指針を構築することを目的とした。マルテンサイト変態初期における組織形成過程をその場観察することで、固溶炭素量つまりオーステナイトの降伏応力によって組織形成過程が異なることを示した。オーステナイトを安定化させるため、炭素拡散を促進するプロセスを構築し、オーステナイト中の炭素濃度分布を均一にすることで加工誘起変態を高ひずみ域まで拡張した。さらにEBSDによるその場観察によって加工誘起変態挙動の影響因子について検討した。

研究成果の概要(英文)：To develop a multi-phase steels with 3-dimensional continuous structure having improved strength and ductility combinations, we aimed to propose the principles to control the microstructures and improve the mechanical properties. The evolution process of microstructure during martensitic transformation, especially in the early stage, was investigated by in-situ observation. It was demonstrated that the process depends on the carbon contents that is the yield stress of austenite phase. The thermal process was proposed to stabilize the austenite phase by promoting the carbon diffusion, and the deformation induced transformation is expanded to relatively high strain range by uniforming the carbon distribution in austenite phase. Also the affecting factors to deformation induced transformation was investigated by in-situ EBSD observation.

研究分野：材料組織制御工学

キーワード：組織制御 マルテンサイト変態 鉄鋼材料 オーステナイト その場観察 結晶方位解析

1. 研究開始当初の背景

社会基盤を支える構造材料として、鉄鋼材料の高性能化が担ってきた役割は非常に大きく、その優れた強度・延性バランスによって移動体の軽量化、安全性の確保、環境負荷低減を実現してきた。更なる環境負荷低減や安全性の確保を可能とする鉄鋼材料の実現のためには、従来の成熟したモノリシックな材料設計から脱却し、ヘテロ構造を有する複雑な組織制御に基づいた材料設計への変化が必要である。構成相の特性を考慮すると、最も高強度であるマルテンサイト相と高延性であるオーステナイト相を組み合わせることが必須となる。近年、Quench and Partitioning (Q&P) process [1] や Flash processing [2] など新たな組織制御のための熱加工処理プロセスが提案されており、マルテンサイト+オーステナイトの複相組織を有する鉄鋼材料が開発されているが、期待された特性を達成できておらず、特に延性向上を可能にする新たな概念が必要不可欠である。このヘテロ構造を有する鉄鋼材料の延性向上において重要となるのは、以下に述べるように複相組織の形態制御と残留オーステナイト相の制御である。

理想的な形態を力学的に考察すると、延性向上のためには第1相および第2相ともに3次元的に連続になるような組織形態にすることが不可欠となる。しかしながら、従来の複相組織において、このような3次元連続構造を有する材料は報告されておらず、さらにマルテンサイト相は高強度であるが破壊靱性に乏しいため、この脆性なマルテンサイト相自体の破壊を抑制するためには、マルテンサイト相の3次元構造におけるネットワーク形態はサブミクロンからミクロンオーダーの幅および厚さで構成されなければならない。近年、筆者らはマルテンサイト変態の組織形成過程について研究を進めており、マルテンサイト変態初期において、生成するブロックはオーステナイト相の内部を網目状に生成・成長していくことを明らかにしている[3]。つまりこのマルテンサイト変態初期におけるプレート状のブロック生成を活用することでマルテンサイト相を3次元にしかもミクロンスケールでのネットワーク構造を形成させることができる可能性があり、このマルテンサイト変態の制御によって強度と延性を高レベルで両立する3次元連続構造の実現に向けた指針を示すことができる。

延性を向上させるためにはオーステナイト相の制御もまた必要である。マルテンサイト変態過程にあるオーステナイトは非常に不安定であり、応力負荷後すぐに加工誘起マルテンサイト変態 (TRIP) を生じるため、その延性は低い。オーステナイト安定化のためにはマルテンサイト変態開始温度を下げる熱加工プロセスを示す必要がある。さらに強度延性バランスを考慮すると、変形中の加工誘起マルテンサイト変態について理解を

深め、その加工硬化挙動を制御することがオーステナイト相の制御に向けて不可欠となる。

2. 研究の目的

本研究では、革新的な強度・延性バランスを可能にする3次元連続構造を有するマルテンサイト/オーステナイト複相鉄鋼材料の創成を目指すため、

- (1) マルテンサイト変態初期における組織形成過程の検討、
- (2) オーステナイト相の安定化プロセスや加工硬化挙動の検討

によって、その形態制御および特性向上における指針を構築することを目的とした。

3. 研究の方法

(1) マルテンサイト変態初期における組織形成挙動の検討

オーステナイト相の硬さやマルテンサイト変態開始温度 ( $M_s$ )、変態の駆動力を変化させるため、固溶炭素量をはじめとした合金組成の異なる鋼を真空溶解・熱間圧延によって作製した。作製した鋼の組成は表1に示す通りである。それぞれの鋼の組織や  $M_s$ 、 $M_s$  におけるオーステナイトの降伏応力を、熱間加工シミュレーター Thermecmaster-Z および SEM/EBSD を用いて調査した。これら鋼のマルテンサイト変態初期の組織形成過程に及ぼす固溶炭素量などの影響について検討をするため、共焦点レーザー顕微鏡によるマルテンサイト変態のその場観察および SEM/EBSD による結晶方位解析を行った。さらにマルテンサイト変態初期において形成されるブロックの結晶方位 (バリエーション選択) 制御に向けた試みとして、マルテンサイト変態初期のバリエーション選択に及ぼす引張応力やひずみの影響について検討するため、共焦点レーザー顕微鏡に熱処理と引張試験が同時に行うことのできる装置を新規導入し、その場観察と結晶方位解析により評価した。

表1 作製した鋼の主な化学組成 (mass%) と  $M_s$  ( )

Sample	C	Ni	Cr	$M_s$
23Ni	0	22.8	0	200
14Ni	0	14.0	0	400
15C	0.15	18.4	0.01	170
18C	0.18	2.9	1.5	380
50C	0.5	3.0	1.5	180

(2) オーステナイト相の安定化プロセスや加工硬化挙動の検討

残留オーステナイト相の固溶炭素量、体積分率、サイズなどを変化させた試料を得るため、炭素量など化学成分の異なる鋼を真空溶解・熱間圧延によって作製した。作製した鋼の組成は表2に示す通りである。ここでは残留オーステナイトに着目するため、マルテンサイトと同様な3次元形態が得られる下部バ

イナイト + オーステナイト複相組織を用いて検討した。作製した鋼に対して変態温度や変態時間の異なる熱処理を施し、さらに残留オーステナイト安定化を図るため、炭素分配の促進を狙った熱処理（パーティショニング処理）を施した。得られた試料に対して、光学顕微鏡観察、SEM/EBSDによる結晶方位解析および相の同定、XRDによる残留オーステナイトの体積分率、固溶炭素量の評価、引張試験による強度延性評価、引張変形における加工誘起変態挙動の in-situ SEM/EBSD 解析を行った。

表 2 作製した鋼の主な化学組成 (mass%)

Sample	C	Si	Mn
03C	0.29	1.80	1.23
05C	0.50	1.79	0.80
06C	0.61	1.75	0.81
08C	0.84	1.63	1.91

#### 4. 研究成果

##### (1) マルテンサイト変態初期における組織形成挙動の検討

マルテンサイト変態のブロック形成における固溶炭素量や Ms の影響を調査した結果、固溶炭素量の増加に伴い、マルテンサイト組織（ブロック幅）は微細化し、その微細化は Ms とは相関は見られず、オーステナイトの降伏応力に影響を受けることが示された。

マルテンサイトブロックの大きさはオーステナイトの降伏応力と相関が見られたため、オーステナイトの降伏応力が異なる鋼に対して、共焦点レーザー顕微鏡を用いてマルテンサイト変態におけるブロック形成過程をその場観察した。極低炭素鋼のその場観察結果および観察したオーステナイト粒から生成したマルテンサイトの最終組織の EBSD-IPF マップを図 1 に示す。降伏応力の小さい極低炭素鋼では、結晶方位の近いバリエーションが隣接して生成、成長していくことで粗大なブロックを形成していることが明らかとなった。降伏応力が小さい場合、塑性緩和しやすく、結晶方位の近いブロックが生成す

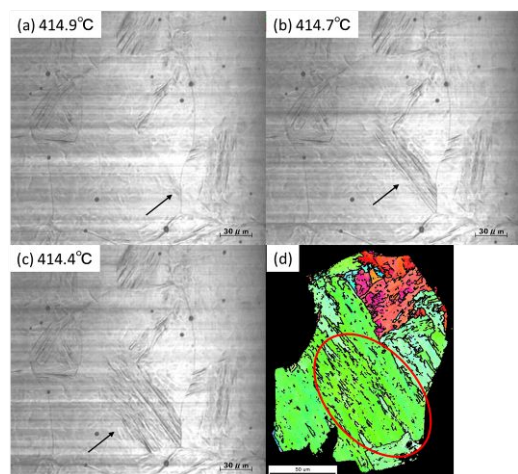


図 1 14Ni のマルテンサイト変態のその場観察結果および EBSD-IPF マップ

ることが有利であると考えられる。次に高炭素鋼のその場観察結果および観察したオーステナイト粒から生成したマルテンサイトの最終組織の EBSD-IPF マップを図 2 に示す。降伏応力の大きい高炭素鋼では、オーステナイト粒を分割するように複数のバリエーションを有するブロックが一度に生成することが明らかとなった。このように固溶炭素量が異なることによってオーステナイトの降伏応力、組織形成過程、バリエーション選択が異なることが示された。

次に引張応力およびひずみ負荷条件下でのマルテンサイト変態初期における組織形成過程およびバリエーション選択性について検討した。応力を負荷した場合、どの鋼においても Ms は上昇した。バリエーション選択については、低炭素鋼では応力の力学的駆動力寄与の大きいバリエーションを持つブロックが優先的に生成したが、高炭素鋼ではバリエーション選択に及ぼす応力の寄与は見られなかった。その場観察の結果、高炭素鋼の場合、変態初期に複数のバリエーションが形成しており、応力の力学的駆動力の寄与が大きいバリエーションを持つブロックが形成する際に自己緩和機構によって他のバリエーションを持つブロックも形成するため、バリエーション選択については応力の寄与が見られなかったと考えられる。ひずみを負荷した場合、シュミット因子の大きいオーステナイトのすべり面と平行な最密面を持つブロックが優先的に生成することが示された。

以上のようにマルテンサイト変態初期における組織形成挙動について異なる固溶炭素量を持つ鋼を作製し、応力やひずみの影響について検討した結果、組織形成過程は固溶炭素量、つまりオーステナイトの降伏応力によって大きく異なり、3次元構造を可能とするプレート型のマルテンサイトブロックによるネットワーク構造を形成するには低炭素鋼が適していることが示唆された。

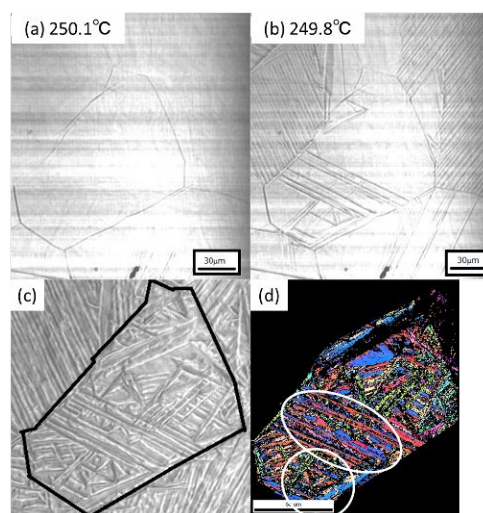


図 2 50C のマルテンサイト変態のその場観察結果および EBSD-IPF マップ

(2) オーステナイト相の安定化プロセスや加工硬化挙動の検討

異なる鋼において変態温度、保持時間を変えることで、様々なオーステナイトの体積分率 ( $V_\gamma$ ) や固溶炭素量 ( $C_\gamma$ ) を有する試料を作製し、組織観察から下部ベイナイトとオーステナイトの複相組織になっていることを確認した。これら試料に対して、 $C_\gamma$  がオーステナイトの安定性に及ぼす影響を調査するため、引張試験中の  $V_\gamma$  を XRD により測定した。図3に80Cのパーティショニング処理のありなしの試料における引張変形中の  $V_\gamma$  変化を示す。引張試験前では同等の  $V_\gamma$  であるが、変形に伴い、パーティショニング処理なしの試料の  $V_\gamma$  は大きく減少し、加工誘起変態していることが示された。オーステナイト中の炭素分布におけるパーティショニング処理の影響について検討するため、それぞれのオーステナイトの XRD におけるピークについて調べた結果を図4に示す。パーティショニング処理ありの試料ではピークの位置はほとんど変化せずピーク強度が単調減少しているが、パーティショニング処理なしの試料では変形前のピークが幅広でピーク位置も変形に伴い変化していることがわかる。これはパー

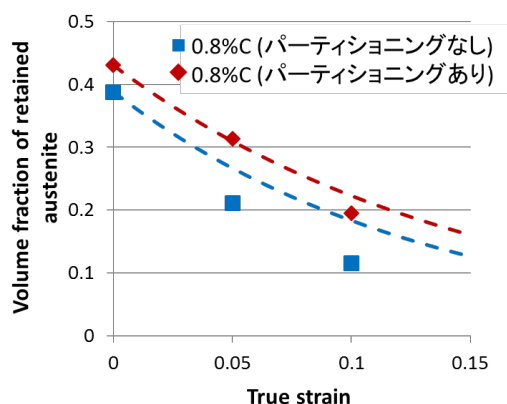


図3 引張変形中のオーステナイトの体積分率変化

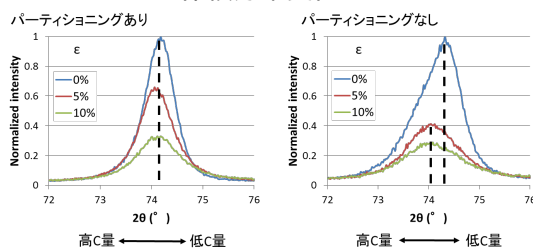


図4 引張変形中におけるオーステナイトの XRD のピーク形状の変化

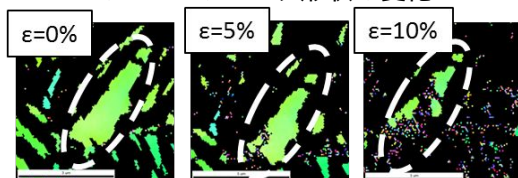


図5 引張変形中におけるオーステナイトの加工誘起変態のその場観察

ティショニング処理なしのオーステナイトでは、炭素濃度が不均一であり、低  $C_\gamma$  のオーステナイトが変形初期に変態しているためであると考えられる。また、これら試料に対して引張試験を行った結果、パーティショニング処理によって延性が大きく向上し、非常に優れた強度延性バランスが得られた。

オーステナイトの加工誘起変態に及ぼす炭素濃度分布やサイズの影響について検討するため、加工誘起変態の引張変形中のその場観察を行った。パーティショニング処理なしの場合、比較的サイズの大きなオーステナイトの内部がマルテンサイト変態することが観察され、炭素濃度が低く、不安定なオーステナイトが変態しやすいことが確認できた。次にサイズの影響について検討するため、炭素分布が比較的均一なパーティショニング処理した試料を用いてその場観察を行った。図5に示すように比較的大きなオーステナイトが部分的に加工誘起変態している様子が観察された。一方でサイズの小さいオーステナイトも低ひずみ域で加工誘起変態しており、サイズの影響は見られなかった。同一の旧オーステナイト粒内に残留したオーステナイトは同じシュミット因子を有するが、加工誘起変態挙動はそれぞれのオーステナイトで異なっており、シュミット因子の影響も小さいと考えられる。そこで、測定したEBSD マップから有限要素法に供するメッシュを作製し、有限要素法によって応力分布を計算した結果、オーステナイトの形状によって応力の局所化が生じ、応力集中する箇所から優先的に加工誘起マルテンサイト変態することが示された。

以上のように炭素の拡散を促進するパーティショニング処理を施すことによってオーステナイト中の炭素分布を比較的均一にできることが示された。オーステナイトの加工硬化挙動と関連する加工誘起変態挙動に及ぼすサイズやシュミット因子の影響は小さく、形態に依存して生じた応力による寄与が大きいことが示唆された。

<引用文献>

[1] D.V. Edmonds et. al.: Mater. Sci. Eng. A438-440 (2006).  
 [2] T. Lolla et. al.: Mater. Sci. Technol. 27 (2011).  
 [3] S. Nambu et. al.: Acta Mater. 61 (2013).

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0件)

〔学会発表〕(計7件)

T. Niino, M. Ojima, S. Nambu, J. Inoue, T. Koseki: The plastic accommodation



in austenite matrix during the formation of lath martensite, Materials Science and Technology 2016 Conference and Exhibition, 2016.10.24, Salt Lake City (USA).

南部将一, 海瀬駿介, 小関敏彦: 鋼の残留オーステナイト制御に向けた熱処理, 第 81 回日本熱処理技術協会講演大会, 2016.5.30, 東京工業大学(東京・目黒区)  
森口隆弘, 南部将一, 小関敏彦: ラスマルテンサイト組織形成過程に及ぼす影響因子の検討, 日本鉄鋼協会、8月17日、九州大学

K. Motoyama, S. Nambu, J. Inoue, T. Koseki, "Effect of Hetero-phase Boundaries on Displacive Transformation in Steel", International Conference on Solid-Solid Phase Transformation in Inorganic Materials 2015, 2015. 7. 2, Whistler (Canada).

S. Nambu, M. Ojima, J. Inoue, T. Koseki: In situ observation and crystallographic analysis of martensitic transformation in low-carbon and low-alloy steel, International Conference on Solid-Solid Phase Transformation in Inorganic Materials 2015, 2015. 6. 30, Whistler (Canada).

本山紘次郎, 南部将一, 小関敏彦: フェライト/オーステナイト界面からのマルテンサイト変態におけるバリエーション選択, 日本鉄鋼協会、9月25日、名古屋大学( )  
南部将一: 応力・組成勾配下でのマルテンサイト変態における組織形成, 第 77 回日本熱処理技術協会講演大会, 2014 年 6 月 2 日, 東京工業大学(東京・目黒区)

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

南部 将一 (NAMBU, Shoichi)  
東京大学・大学院工学系研究科・講師  
研究者番号: 00529654