

令和元年6月14日現在

機関番号：11301

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16H04532

研究課題名(和文) ひずみ場制御による鉄鋼材料のせん断型変態組織の微細化法確立

研究課題名(英文) Grain refinement of steels by controlling strain field associated with displacive transformation

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) 13,000,000円

研究成果の概要(和文)：せん断型変態や母相の変形に関する多様な因子が影響しうるバリエーション組織の支配因子を解明するため、種々の因子がバリエーションサイズの相関を調査した。その結果、等温変態処理で得られたベイナイト変態では特に母相強度の低い低炭素鋼で母相粒界での核生成時に強いバリエーション選択が働き、結晶方位の揃った組織が形成されてしまうが、炭素濃度が増加すると自己緩和機構が促進され粒界粗大組織の形成は抑制されることが明確となった。一方、焼入れにより得られるマルテンサイト組織は炭素濃度が増加するとブロック厚さ、ブロック長さともに減少するが、母相粒径は主にブロック長さに影響し、ブロック厚さへの影響は小さい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

マルテンサイトやベイナイト組織は高強度鋼に用いられる微細組織であり、これらの変態組織の微細化により、高い強度と高い靱性を兼ね備える材料の開発が可能となり、これらの材料を利用する輸送機器や機械構造部品の軽量化や長寿命化、信頼性向上に資する。本研究の成果は、これらの組織微細化の基本方針を示すものであり、合金組成や処理条件の最適化に寄与する。

研究成果の概要(英文)：We have investigated effects of various factors on variant structure of martensite and bainite in ferrous alloys. We found that strong variant selection occurs in the nucleation of bainite at austenite grain boundary, which cause the formation of coarse grain boundary structure especially for in low carbon steel. Increase in carbon content, self-accommodation is enhanced and the formation of coarse grain boundary bainite structure is suppressed.

On the other hand, thickness and length of martensite are reduced at higher carbon content. Block length is decreased at smaller austenite grain size while effects of austenite grain size on block thickness is small.

研究分野：金属材料

キーワード：せん断型変態 マルテンサイト ベイナイト バリエーション

様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

せん断型変態により形成されるラスマルテンサイトおよびベイナイト組織は、最近の鉄鋼材料に対するさらなる高強度化の要求を背景にますます重要性を増している。高強度と高延性を両立するためには、変形や破壊の抵抗となる有効結晶粒界を多く材料中に導入することが不可欠であり、フェライト組織を対象として $1\mu\text{m}$ 以下の超微細粒を得る試みが進められている。一方、鉄鋼材料のせん断型変態組織は、一般的に厚さ $1\mu\text{m}$ 以下の微結晶(ラス)から構成されるが、母相/生成相間の強い結晶学的拘束のため生成可能な複数の結晶方位(バリエント)の中でも同じバリエントに属するラスが母相粒界から集団で生成するバリエント選択現象が強く働くことが知られている。その後の成長に伴い、せん断型変態に起因するひずみ(変態ひずみ)を緩和する自己緩和機構により他のバリエントが生成する。バリエント境界が有効結晶粒界として働くため、バリエント選択を抑制しながら自己緩和を促進させることにより、異なる結晶方位を有するラスを多く核生成させてバリエント領域を微細化することが、せん断型変態組織の高強度化・高延性化に直結する。これまで我々は、せん断型変態における粒内核生成に注目して組織微細化を追求し、変態前加工や介在物・析出物分散による粒内核生成促進を利用することでバリエント組織を顕著に微細化することに成功している。一方、近年はコスト削減や省資源の観点から添加元素の削減や省プロセス化が志向されるようになり、多量の添加元素や大加工を必要としないせん断型変態組織の微細化が強く望まれている。

粒内に核生成サイトがない場合には、母相粒界および母相/生成相界面がせん断型変態組織の核生成サイトとなるため、これらの核生成サイトにおけるバリエント組織形成の支配因子を本質的に理解したうえで、組織制御することが重要となる。その鍵となるのは、せん断型変態特有の大きな変態ひずみである。鉄合金のせん断型変態における変態ひずみは約 0.25 と極めて大きく、生成相周囲の母相には弾塑性ひずみ場が形成される。このひずみ場が自己緩和挙動を決定するが、その空間的な不均一性や弾塑性変形が混在した複雑なひずみ場であるため、その理解は不十分であり、ひずみ場制御によるせん断型変態組織制御法確立の大きな障害になっている。

この問題を解決するために、せん断型変態に伴う生成相周囲のひずみ場の理解および、自己緩和促進によるバリエントサイズ微細化に近年注目が集まっている。

2. 研究の目的

せん断型変態や母相の変形に関する多様な因子が影響しうるバリエント組織の支配因子を解明するため、組成や変態温度を変化させた試料におけるバリエントサイズを調査して、相変態および母相変形に関連する因子とバリエントサイズの相関について、バリエントサイズのデータベース作成することで支配因子を解明し、微細バリエント組織を得るうえで不可欠な組織制御の指導原理を明確化する。

3. 研究の方法

(1) 薄膜試料でのマルテンサイト変態挙動調査

薄膜試料のマルテンサイト変態では周囲の拘束が少なくなるため、マルテンサイト変態に及ぼす試料厚さの影響を調査することで、ひずみの影響を明確にできるものと考えられる。そこで、種々の厚さを有するFe-32Ni合金を冷却してマルテンサイト変態させ、その組織を調査した。電気抵抗およびDSC測定によりMs点を調査したが、予想に反し、試料厚さが薄くなるほどMs点は低下する結果となった。また、マルテンサイト組織は $30\mu\text{m}$ - 1mm の試料厚さではほとんど変わらない結果となったため、この調査を打ち切ることにし、下記のテーマ②に注力することにした。

(2) 母相の様々な組織因子がマルテンサイト、ベイナイトのバリエント組織に及ぼす影響

バリエント組織形成に及ぼすひずみ場の影響を明らかにするために、ひずみ緩和挙動の支配因子である母相強度に大きく影響する炭素濃度および一部Mn濃度を変化させたFe-Mn-C合金を用意した。マルテンサイト変態の場合には、加熱温度を種々変化させることでオーステナイト(γ)粒径を変化させて、炭素濃度、Mn濃度、 γ 粒径がマルテンサイトのバリエント組織に及ぼす影響を調査した。ベイナイト組織については、 γ 粒径と炭素濃度、変態温度がバリエント組織に及ぼす影響を調査した。

4. 研究成果

Fe-2Mn-C合金におけるベイナイトのバリエント組織に及ぼす炭素濃度と変態温度の影響

Fig. 1に0.2Cおよび0.35C合金を673Kおよび773Kで変態させた試料の α 方位マップを示す。ここで、黒線、白線はそれぞれ大角粒界($\Delta\theta < 15^\circ$)および小角粒界($5^\circ < \Delta\theta < 15^\circ$)を表している。773K変態材では、いずれの合金においても組織が粗大であり、小角粒界が比較的多いことから方位差の小さなバリエントが隣接して生成しやすいことが伺える。変態温度が673Kに低下すると、0.2C合金では、一部のオーステナイト粒界に沿って粒界を含まない粗大な組織が形成される。この領域は、SEMの反射電子像観察においてラス組織が観察されることから、粒界フェライトではなく、方位のそろったベイナイトであると考えられる。一方、オーステナイト粒界から離れた粒内部分では、温度低下に伴い顕著に微細化している。0.35C合金でも同

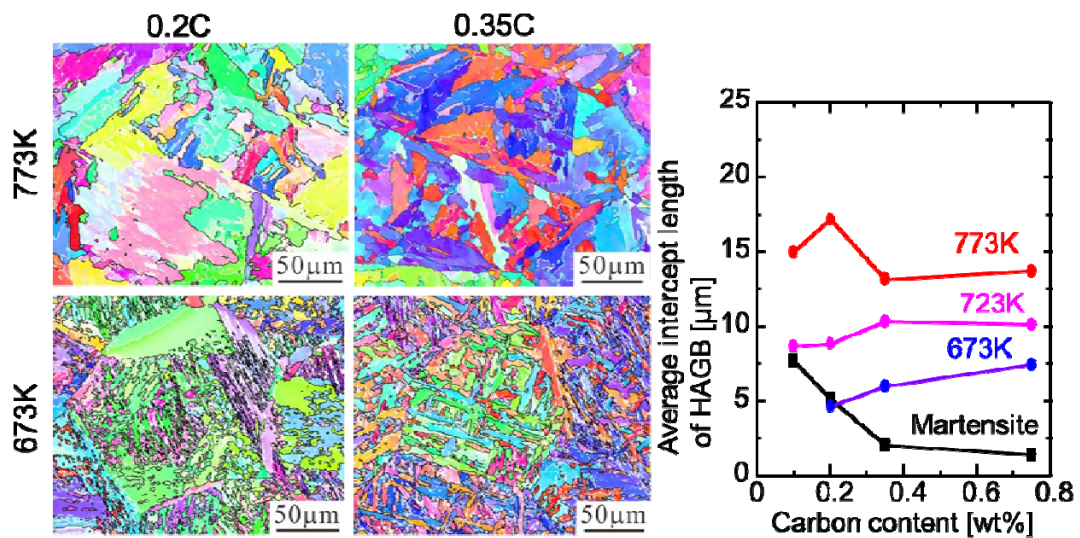


Fig. 1 773K および 673K で変態させた 0.2C および 0.35C 合金の α 方位マップと Bain サイズ (ブロックサイズ) に及ぼす変態温度および炭素濃度の影響

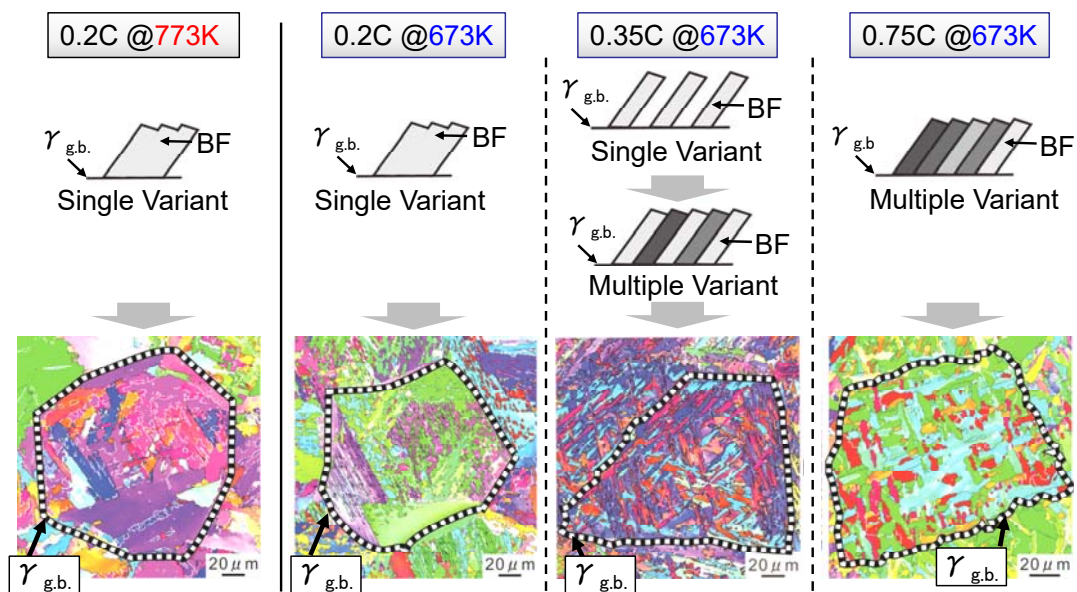


Fig.2 バイナイト組織形成に及ぼす炭素濃度の影響のまとめ

様に温度低下に伴い組織は微細化するが、0.2C 合金と比べるとややベイナイト組織が粗くなっていることと、粒界に沿った粗大なベイナイト組織が形成されないことが特徴である。各試料の方位マップから方位差 25 度以上の方位差を持つ粒界の平均切片長さを測定した (Fig. 1 右)。これを見るとマルテンサイト組織は高炭素ほど微細化するのに対して、ベイナイト組織は高炭素ほどやや粗大化する傾向にあることが分かる。

変態初期材を調査したところ、低炭素合金では γ 粒界での核生成時に強いバリエーション選択により単一バリエーションが γ 粒界から一方向に成長して合体し粗大な粒界ベイナイト組織を形成するのに対して、炭素濃度が増加するとバリエーション選択が弱まり、複数のバリエーションが生成することで粒界近傍の組織は微細化する。高炭素ほどバリエーション選択が弱まるのは、母相強度が高くなる結果変態ひずみがオーステナイトの塑性変形で緩和されず、自己緩和が促進されたためと考えられる。一方、Fig. 1 右で示した炭素濃度増加に伴う組織粗大化は変態駆動力の低下に起因すると考えられる。

以上の結果を Fig. 2 にまとめる。0.2C 合金では、粒界核生成において強いバリエーション選択が働くため、オーステナイト粒界に沿った粗大なベイナイト組織が形成される。一方、炭素濃度が増加すると、粒界でのバリエーション選択は弱まるため、変態完了組織に粗大な粒界ベイナイト組織は形成されなくなる。その後の成長に伴って変態ひずみを低下させるために他のバリエーションが生成する自己緩和が起こるため、粒界から離れた粒内領域では組織が微細化する。このように、高炭素ほど粒界核生成におけるバリエーション選択が弱まるのは炭素の固溶強化により母

相の塑性緩和が抑制され、自己緩和が促進されることで複数のバリエント生成が誘起されるためと理解できる。

Fe-Mn-C 合金におけるマルテンサイトのバリエント組織に及ぼす炭素, Mn 濃度と γ 粒径の影響

Mn 量の異なる Fe-0.2C-(2, 4)Mn (mass%) 合金および炭素量の異なる Fe-0.35C-(2Mn) (mass%) 合金を使用した。Fig. 3 に γ 粒径が約 150-200 μm のマルテンサイト組織を示す。0.2C 合金では粗大なブロックが平行に並んだ典型的なパケット・ブロック組織を呈している。炭素濃度が 0.35C に増加するとブロック厚さおよび長さともに減少するが、2%Mn の添加の影響は小さい。Fig. 3 右に各合金で生成したマルテンサイトのブロック厚さおよびブロック長さの定量評価結果をまとめる。ブロック厚さは旧 γ 粒径には依存せず一定であること、C および Mn 添加に伴い減少することが確認された。また、ブロック長さについては旧 γ 粒径の微細化および C 添加に伴い減少し、Mn 添加はほとんど影響しないことが確認された。

この変化の理由を解明するため双晶関係にあり変態ひずみの compatibility に有利であることが知られている V1/V2 ペアに注目して、ブロック組織との関係を調査した (Fig. 4)。その結果、V1/V2 ペアが隣接しやすくなるほどブロック厚さは減少すること、V1/V2 隣接傾向は母相強度と良く相関を持つことが明らかとなった。このことから、バリエントの生成機構を決定する因子である変態駆動力や母相強度がブロックサイズに影響していることが示唆された。

このように母相強度が高いと自己緩和機構が促進されるため、ブロック厚さが減少したものと考えられる。また、ブロック長さは γ 粒径が細くなるほど微細化するが、同じ γ 粒径においても高炭素ほど減少するのは、炭素濃度に応じてバリエントの隣接傾向の変化に伴いブロックの三次元的な形状が変化し、バリエントの成長方向が異なることに起因すると考えられる。

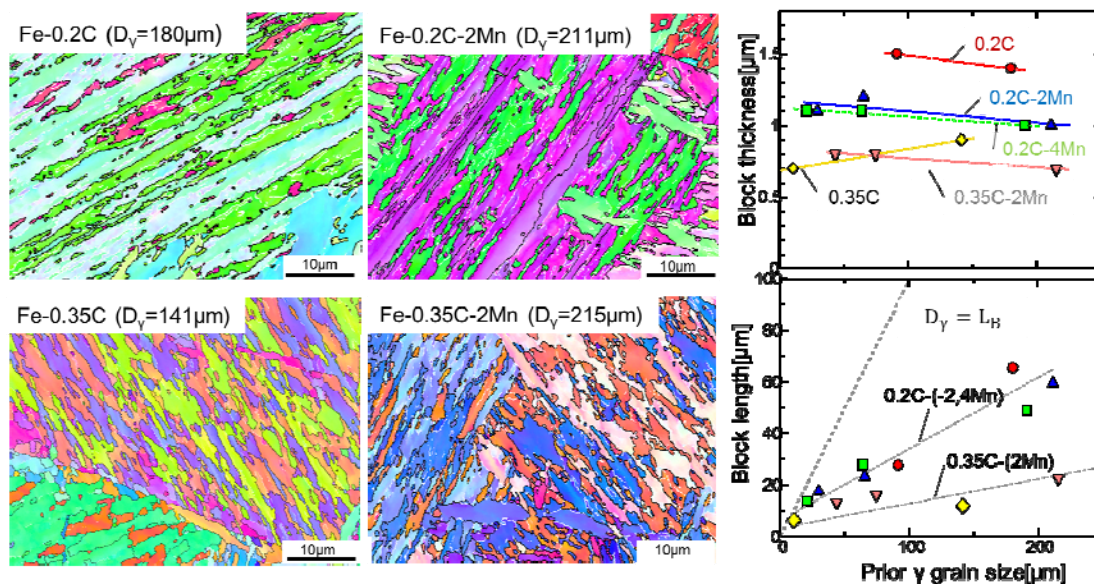


Fig. 3 種々の Fe-C-Mn 合金のマルテンサイト組織ならびに
ブロック厚さとブロック長さの粒径依存性

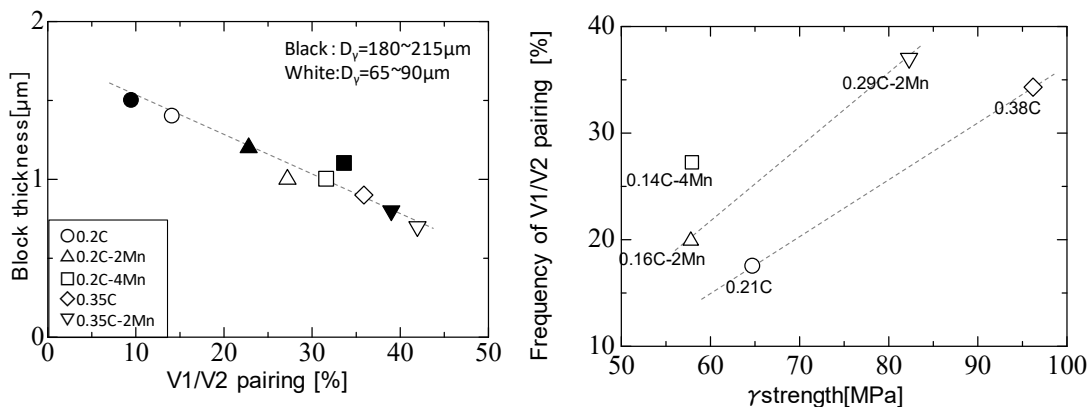


Fig. 4 V1/V2 バリエント隣接傾向とブロック厚さ、ならびに γ 強度の関係

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕（計 5 件）

- ① N. Takayama, G. Miyamoto, T. Furuohara Characterization of chemistry and three-dimensional morphology of martensite-austenite constituent in bainite structure in low carbon low alloy steels, *Acta Mater.*, 査読有, 145 (2018), 154-164.
DOI: 10.1016/j.actamat.2017.11.036
- ② Tadashi Furuohara, Shin-ya Abe and Goro Miyamoto, Anisotropic Ferrite Growth and Substructure Formation during Bainite Transformation in Fe-9Ni-C Alloys: In-situ Measurement, *Mater. Trans. JIM*, 査読有, 59(2018),214-223
DOI: 10.2320/matertrans.MC201714
- ③ T. Kaneshita, G. Miyamoto, and T. Furuohara, Variant selection in grain boundary nucleation of bainite in Fe-2Mn-C alloys, *Acta Mater.*, 査読有, 127(2017), 368–378.
DOI:10.1016/j.actamat.2017.01.035
- ④ Tadashi Furuohara, Tadachika Chiba, Takeshi Kaneshita, Huidong Wu, and Goro Miyamoto, Crystallography and interphase boundary of martensite and bainite in steels, *Metall. Mater. Trans. A*, 査読有, 48(2017), 2739–2752.
DOI:10.1007/s11661-017-4064-3
- ⑤ Tadachika Chiba, Shirazi Hassan, Goro Miyamoto, Tadashi Furuohara, Grain refinement by cyclic displacive forward / reverse transformation in Fe-high Ni alloys, *Metall. Mater. Trans. A*, 査読有, 48(2017), 4204–4210.
DOI: 10.1007/s11661-017-4152-4

〔学会発表〕（計 7 件）

- ① 須田隆文, 宮本吾郎, 古原忠, ラスマルテンサイトのブロック幅に及ぼす C, Mn 濃度および母相粒径の影響, 日本鉄鋼協会第 176 回秋季講演大会, 仙台, 2018.9.20.
- ② Goro Miyamoto, Variant coupling of martensite and bainite structures in steels, *Polycrystals: microstructure and effective properties*. Oxford, 2018.03.27.
- ③ 宮本吾郎, 古原忠, ベイナイト変態およびマルテンサイト変態に必要な変態駆動力の比較, 日本鉄鋼協会第 175 回春季講演大会, 千葉工業大学, 2018.3.19-21.
- ④ 宮本吾郎, 古原忠, Quantitative measurement of tetragonality of Fe-C martensite using EBSD, 日本鉄鋼協会第 174 回秋季講演大会, 北海道, 2017/9/6
- ⑤ Goro Miyamoto, Tadashi Furuohara, Variant coupling in ferrous martensite, *ICOMAT*, 2017.07.13.
- ⑥ 知場三周, 長見祐弥, 宮本吾郎, 古原忠, 低炭素鋼におけるベイナイト変態の粒界核生成に及ぼす V 添加の影響, 日本鉄鋼協会第 172 回秋季講演大会, 大阪, 2016.09.22.
- ⑦ T. Chiba, Y. Nagami, G.Miyamoto, T. Furuohara, Effects of MnS and VC on Nucleation of Bainite at Austenite Grain Boundary in Low Carbon Steel, *PRICM(Kyoto, Japan)*, 2016.08.02.

〔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

なし

※科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。