

機関番号：15201

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2008～2010

課題番号：20560653

研究課題名（和文） 新しい社会基盤材料の為の新しい組織評価法の確立

研究課題名（英文） Construction of new micro-structural analysis method for newly designed structural materials

研究代表者

森戸 茂一 (MORITO SHIGEKAZU)

島根大学・総合理工学部・准教授

研究者番号：00301242

研究成果の概要（和文）：X線回折と電子顕微鏡法を併用した微細組織解析手法の開発を行った。その結果、均一な転位組織を持つラスマルテンサイトではX線回折解析による有効な転位密度の測定法及び解析法を提唱することが出来た。不均一な転位組織を持つ加工組織では先の手法に加え局所結晶方位解析手法を併用することで転位組織を表現することが出来ることを示した。また、その手法を応用した組織解析も行い、微細な組織を持つ金属材料における加工組織の特異な発達過程を明らかにすることが出来た。

研究成果の概要（英文）：We developed new micro-structural analysis methods using x-ray analysis and electron microscopy. The new analysis methods using x-ray and electron microscopy are useful to analyze the homogeneous and inhomogeneous dislocation structures, found in such as lath martensite and deformed materials, respectively. And we applied the methods to analyses of deformation structure and succeeded in clarifying the development of a fine deformation structure in a lath martensite structure.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	2,200,000	660,000	2,860,000
2009年度	800,000	240,000	1,040,000
2010年度	600,000	180,000	780,000
年度			
年度			
総計	3,600,000	1,080,000	4,680,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・構造・機能材料

キーワード：転位組織、X線回折、電子顕微鏡、強度・靱性

1. 研究開始当初の背景

環境調和型という名目に置いて、省資源・省エネルギーの工業製品が数多く開発されている。特に自動車や建築物に使用される金属材料は燃費や材料削減のため「軽量」かつ「高強度」「高靱性」であることを要求されている。その要求に応える為、非常に高度な組織制御によって「軽量」かつ「高強度」「高靱性」な材料が製造されている。

この様に高機能・高性能化する材料であるが、新しい組織制御の原理を導入した材料であるため、今まで予想されていない疲労や脆性破壊などが元になる事故が起こる可能性がある。その為材料の「安全性」を評価することが急務である。このような安全性を測るためには材料内部の転位組織などの微細組織を調べる必要がある。しかし、微細組織の評価方法は1970年代からあまり変わっていない。一般に、広範囲を測定できるが組織の

形態などが分からないX線回折法と組織を詳細に調べることが出来るが時間と高度な技術が必要である透過型電子顕微鏡法 (TEM) を用いている。また、それぞれの測定結果が互いに矛盾している場合も多い。この事は安全性に重要な役割を果たす微細組織を迅速かつ定量的に評価出来ていないことを意味しており、非常に危険なことである。

近年、比較的広い視野で欠陥や結晶方位を調べることの出来る走査型電子顕微鏡 (SEM) / 後方電子線回折図形 (EBSD) を用いた局所結晶方位解析法が開発され、急速に普及している。この手法を用いる事で、X線回折とTEM観察の結果をつなぐことが期待できる。

本研究では、この様に複雑な「組織」の中で「安全性」を考える上で重要な「微細組織」を、従来の装置と近年急速に普及したSEM/EBSD法で正確かつ簡易に評価する手法を構築することを目的とした。

2. 研究の目的

(1) 局所解析法と広域解析法の整合化

微細組織の中の「転位組織」はTEM観察やX線回折法により観察及び解析されている。通常、組織を広範囲に測定することの出来るX線回折法は、組織や歪みの因子をプロファイルによって分離するという手法をとっている。その為、どのX線源を使い、どのようにX線回折プロファイルを処理するかが重要となる。TEM観察を用いた手法は表面近傍での転位の消滅が問題となるが、今回用いる鉄鋼材料のように融点が高い場合は比較的厚い試料であればそれほど誤差は生じないと考えられる。本研究では顕微鏡法による解析とX線回折による解析法との間に生じる矛盾を明らかにすることを目的とした。また、試料作製や観察が難しいTEM観察の代用として比較的試料作製及び観察が容易なSEM/EBSDを利用し転位組織を観察する手法の検討も行った。

(2) 転位組織の不均一性の解析

転位組織は一般的に不均一である。その不均一性の原因を調べるためには非常に精緻な実験を要し、時間もかかる。本研究で開発した解析手法で転位組織の不均一性を測定し、加工組織の形成過程及び原因を明らかにすることを目的とした。開発した手法の応用は以下の2つのケースに適用した。

①低炭素ラスマルテンサイトの焼もどし挙動とその加工組織の発達過程の解明

極低・低炭素鋼ラスマルテンサイトは圧延などの加工が可能であるが、数ppm単位の固溶炭素しか含まない極低炭素鋼と千分の一の固溶炭素を含む低炭素鋼とでは加工組織

の発達が全く異なる。本研究の解析手法を含む様々な手法を使って加工前の微細組織と加工組織との関係を明らかにする。

②冷却速度によるラスマルテンサイト組織の変化の解明

マルテンサイト組織は急冷を行うことで組織が細くなることが知られている。しかし、どの組織が微細になるのか、微細組織はどうなるのか不明である。本研究では、新しい解析手法を使い、焼入れ速度と組織の関係を明らかにする。

3. 研究の方法

(1) 主にX線回折とSEM/EBSDの解析を使い微細組織を解析する手法を開発した。X線回折はCu管球 (40kV, 30mA) を主に使用している。SEM/EBSDはJEOL JSM-7001FA/TSL OIM 5.3 (25kV, 50nmステップ) を使用している。また、以前から行っているTEM (FEI CM200, JEOL JEM-2010) による観察結果との比較も行い、解析手法の妥当性を検討した。

(2) (1)で開発した手法の他にTEM観察などを併用し、微細組織の解析精度を上げて測定及び解析を行った。

4. 研究成果

(1) 解析手法の検討

最初に転位組織の記述として最も使われる転位密度について解析を行った。ここでは比較的転位が均一に存在する試料を選び解析を行った。用いた試料はラスマルテンサイト組織を含むFe-23mass%Ni合金とFe-0.2mass%C-2mass%Mn合金で、焼入れまかつ全面ラスマルテンサイトである試料を使用した。これらの試料についてはTEM観察による転位密度測定は行っており、Fe-Ni合金では $9.8 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ 、Fe-0.2C-2Mn合金の微細粒、粗大粒ともに $1.6 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ であることが分かっている。また、転位組織はともにラス内に転位セルを組んでいない転位が存在し、らせん転位が多い事もTEM観察により確認している。X線回折では精度を上げるためできるだけ短波長のX線を利用するため鉄鋼材料ではあまり使われないCu管球を使い、長時間かつ高次の回折 (100, 211, 220, 222) まで解析に使用した。ここで200と310回折は従来の報告通り他の回折と挙動が異なるため除外している。は転位密度はWilliamson-Hallプロットにより得られた結晶子と結晶の歪から転位密度を算出する解析手法により求めた。転位密度 ρ は

$$\rho = \frac{\sqrt{14.4\epsilon}}{db}$$

として求められる。ここで、 a は不均一歪み、 d は結晶子サイズ、 b はバーガースペクトルの絶対値としている。解析の結果、転位密度は Fe-23Ni 合金では $9.8 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ 、Fe-0.2C-2Mn 合金の微細粒は $1.5 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ 、粗大粒は $1.7 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ となった。いくつかの文献では X 線回折による転位密度測定と TEM 観察による転位密度測定の結果が一致しないとされているが、先述の測定手法に加え、結晶子を因子として用いたためと考えられる。

次により複雑な転位組織を持つフェライトの加工組織を X 線回折と SEM/EBSD を併用して解析することを目的とした。Fe-1.5 mass%Mn 極低炭素鋼のフェライトに冷間圧延を施し、この加工組織に対しておける転位組織の解析を行った。この際、装置補正用の標準試料を極低歪 ZnO 粉末を使用した。その結果、10%冷間圧延材と 50, 80%冷間圧延材の転位密度の間に大きな差が確認され、観察された加工組織と整合性のある解析結果となった。しかし、転位密度の絶対値が 10^{17} m^{-2} 台と大きくなった。このことは転位セルやセルブロック等の転位組織によって予測以上に X 線の回折ピークがブロード化したことを示しており、X 線回折だけでは転位組織と組織との関連づけが難しいことを示している。

次に SEM/EBSD を使った解析をフェライト加工組織に対して行った。測定は電界放射型の電子銃を装備した SEM を使い、転位セルサイズより細かい 50nm ステップで測定を行った。まず、小角隣接平均結晶方位差 (KAM) を用いた転位密度の評価を行った。KAM の平均値をステップ間隔に存在する転位の本数と関連付けて解析を行ったが、 10^{18} m^{-2} 台といった非常に大きな値となってしまった。これは最隣接から第三隣接まで様々な KAM 値を用いて解析を行ったが結果は同じであった。この原因は KAM の本質として結晶方位測定のエラーを結晶方位差として取ってしまうことや局所的に大きな結晶方位差が KAM の平均値を上げてしまうことが挙げられる。これを除くために KAM で得られたデータを転位セルやセルブロックとして扱うことにした。得られた KAM マップから比較的方位差の大きい箇所を線で示し、TEM 観察結果と比較を行ったところ、ほぼ 1 対 1 の対応が取れることが明らかとなった。次のステップとしては転位セル内の結晶方位の平均を取り、その方位差から得られた転位密度の比較を行う予定である。

以上の結果から以下のような転位組織解析法が考え出された。まず、X 線回折解析法により相対的な転位密度、もしくは転位組織の細かさを定性的に測定する。次に、SEM/EBSD を使った解析により組織の形態の定量化し、それらを粒界もしくは亜粒界として扱う。この解析は、特にラスマルテンサイ

トに関して TEM 観察による測定とよい一致を示している。

(2) 解析手法の応用

①低炭素ラスマルテンサイトの焼もどし挙動とその加工組織の発達過程の解明

Fe-0.2mass%C-2mass%Mn 合金の焼入れまま試料 (全面ラスマルテンサイト) とこの試料を 473K~923K までの各温度で焼もどした試料の内部組織を解析し、加工組織の発達過程を解析した。その結果、焼入れままおよび 473K 焼もどし材の加工組織は不均一かつ微細になるのに対し、それ以上の温度で焼もどした試料の加工組織は比較的均一で粗大となることが分かった。図 1 は各試料の加工前のラス厚と 80%冷間圧延後のセル厚を比較した図である。この図からも低温焼もどし材では組織が細くなることが明らかである。

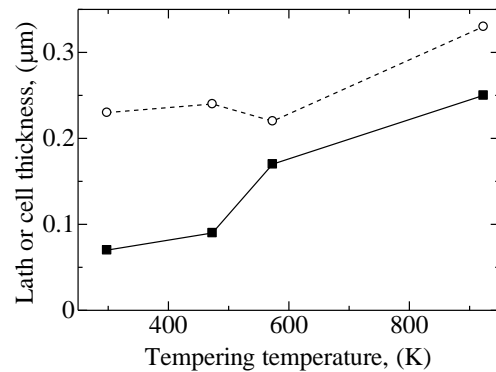


図 1 ラス厚(○)と 80%冷延後の転位セル厚(■)。

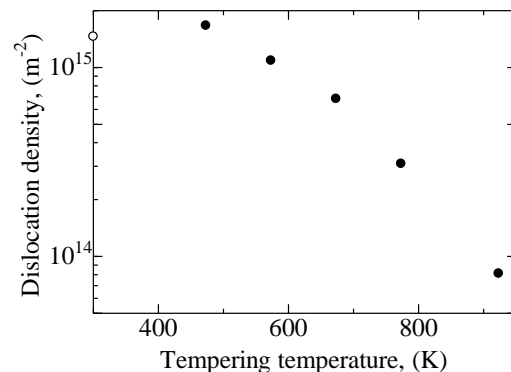


図 2 焼入れまま(○)と焼もどし材(●)の圧延前転位密度。

加工組織発達の違いを検討した結果、473K と 573K 焼もどし間では転位密度 (図 2) や炭化物分布は大きく変わらない事が分かった。一方、ラス間の残留オーステナイトフィルムは 573K 以上の焼もどしでは観察されなくなっており、この事から残留オーステナイトフィルムが加工組織発達に重要な影響を与えている事が明らかになった。

②冷却速度によるラスマルテンサイト組織の変化の解明

Fe-23mass%Ni 合金の氷食塩水焼き入れ及び炉冷材（それぞれ冷却速度は 400K/s と 0.03K/s）のラスマルテンサイトの組織について解析を行った。その結果、パケット径は炉冷と氷食塩水焼き入れでそれぞれ96と53 μ mで、氷食塩水やきれ材の方が細かくなっていた。また、ブロック厚も炉冷と氷食塩水焼き入れでそれぞれ15と11 μ mと細かくなっているが、パケットほど差はなかった。さらに細かい組織であるサブブロックと転位密度は焼き入れ速度に関係なくほぼ同じであった。このことから、焼き入れ速度によってサイズが大きく変化するものはパケットであり、それ以外は大きく変化しないことが分かった。この事はマルテンサイトの組織形成でパケットという単位が非常に重要であることを示しており、長年不明であったラスマルテンサイトの組織形成機構に光を当てるものである。

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14件）（査読有14件）

① S. Morito, R. Igarashi, K. Kamiya, T. Ohba and T. Maki: "Effect of Cooling Rate on Morphology and Crystallography of Lath Martensite in Fe-Ni Alloys", Materials Science Forum, 638-642 (2010), 1459-1463.

② S. Morito, T. Araki and T. Ohba, Proceedings of the 2nd International Symposium on Steel Science; The Iron and Steel Institute of Japan; Eds. K. Higashida and N. Tsuji, Kyoto, Japan (2009) pp. 207-211.

③ 森戸 茂一, 岩見 祐貴, 古谷野 有, 大庭 卓也, 熱処理, 49 (2009) 89-90.

④ 柴田 暁伸, 村上 俊夫, 森戸 茂一, 古原 忠, 牧 正志, 熱処理, 49 (2009) 179-180.

⑤ Y. Edamatsu, S. Morito, T. Ohba and Y. Adachi, Journal of the Japan Society for Heat Treatment, 49 (2009) 632-635.

⑥ Y. Nakashima, H. Fujii, T. Ohba and S. Morito, Journal of the Japan Society for Heat Treatment, 49 (2009) 577-579.

⑦ T. Araki, S. Morito and T. Ohba, Journal

of The Japan Society for Heat Treatment, 49 (2009) 580-583.

⑧ A. Shibata, S. Morito, T. Furuhashi and T. Maki, Acta Materialia, 57 (2009) 483-492.

⑨ M. Yaso, S. Hayashi, S. Morito, T. Ohba, K. Kubota and K. Murakami, Mater. Trans., 50 (2009) 275-279.

⑩ S. Morito, Y. Adachi and T. Ohba, Mater. Trans., 50 (2009) 1919-1923.

⑪ 森戸 茂一, ふえらむ, 14 (2009) 90-96.

⑫ 諸岡 聡, 友田 陽, 足立 吉隆, 森戸 茂一, 神山 崇, 鉄と鋼, 94 (2008), 313-320.

⑬ M. Yaso, S. Morito, T. Ohba, K. Kubota, Materials Science and Engineering A, 481-482 (2008) 770-773.

⑭ T. Furuhashi, H. Kawata, S. Morito, G. Miyamoto, T. Maki, Metallurgical and Materials Transactions A, 39A (2008) 1003-1013.

〔学会発表〕（計28件）

① 前川雄輝, 森戸 茂一, 大庭卓也, "X線回折法とSEM/EBSD法を用いたフェライト圧延組織の定量化", 日本鉄鋼協会春季大会, 東京都市大学, 東京都 (2011年3月26日).

② 森戸 茂一, "ラスマルテンサイトの加工組織発達に及ぼす残留オーステナイトの影響", 日本鉄鋼協会春季大会, 東京都市大学, 東京都 (2011年3月26日).

③ 森戸 茂一, 大庭卓也, 古谷野有, "ラスマルテンサイトに及ぼす合金元素の影響", 日本金属学会秋期大会, 北海道大学, 北海道 (2010年9月27日).

④ 田中豪, 森戸 茂一, 大庭卓也, 林泰輔, 八十致雄, 久保田邦親, "高C-高Cr鋼残留 γ の熱的安定性、及び機械的特性への影響", 日本鉄鋼協会秋季大会, 北海道大学, 北海道 (2010年9月25日).

⑤ 森戸 茂一, 大庭卓也, 枝松 勇真, 足立吉隆, "ラスマルテンサイトに含まれる組織の三次元形状解析", 日本鉄鋼協会 2010年度春季大会, 筑波大学, 茨城県 (2010年3月28-30日).

⑥ 中島 佑樹, 高見 豪, 森戸 茂一, 大庭 卓

也, 藤原 義行, “FeCo の組織と結晶構造におよぼす V 添加の影響”, 日本鉄鋼協会 2010 年度春季大会, 筑波大学, 茨城県 (2010 年 3 月 28-30 日).

⑦ 森戸 茂一, 大庭 卓也, “ラスマルテンサイトの加工組織に及ぼす固溶炭素と残留オーステナイトの影響”, 日本鉄鋼協会 2010 年度春季大会, 筑波大学, 茨城県 (2010 年 3 月 28-30 日).

⑧ 枝松 勇真, 森戸 茂一, 大庭 卓也, 足立 吉隆, “極低炭素鋼ラスマルテンサイトの 3 次元解析”, 日本鉄鋼協会 2009 年度秋季大会, 京都大学, 京都府 (2009 年 9 月 15-17 日).

⑨ 吉田 裕美, 高木 周作, 横田 毅, 田中 靖, 酒井 翔大, 森戸 茂一, 大庭 卓也, “フェライト-マルテンサイト二相鋼中のマルテンサイトの結晶学的組織解析 (第 2 報)”, 日本鉄鋼協会 2009 年度秋季大会, 京都大学, 京都府 (2009 年 9 月 15-17 日).

⑩ 酒井 翔大, 森戸 茂一, 大庭 卓也, 吉田 裕美, 高木 周作, 横田 毅, 田中 靖, “フェライト-マルテンサイト二相鋼中のマルテンサイトの結晶学的組織解析 (第 1 報)”, 日本鉄鋼協会 2009 年度秋季大会, 京都大学, 京都府 (2009 年 9 月 15-17 日).

⑪ 森戸 茂一, 大庭 卓也, 五十嵐 諒太, “Fe-Ni ラスマルテンサイトの組織形成における冷却速度の依存性”, 日本金属学会 2009 年度秋期大会, 京都大学, 京都府 (2009 年 9 月 15-17 日).

⑫ S. Morito, R. Igarashi, K. Kamiya, T. Ohba and T. Maki: "Effect of Cooling Rate on Morphology and Crystallography of Lath Martensite in Fe-Ni Alloys", Int. Conf. on Processing & Manufacturing of Advanced Materials, August 25-29, 2009, Berlin, Germany. (招待講演)

⑬ 森戸 茂一, "マルテンサイト組織のキャラクタリゼーション", 日本鉄鋼協会・北海道支部 ノース・フォーラム, 新日鐵・室蘭, 北海道 (2009 年 6 月 1 日). (招待講演)

⑭ 荒木智也, 森戸 茂一, 大庭卓也, “低炭素鋼ラスマルテンサイトの焼もどし組織におよぼす旧オーステナイト粒径の影響”, 日本鉄鋼協会 2009 年度春季大会, 東京工業大学, 東京都 (2009.3).

⑮ 中島佑樹, 高見豪, 藤井大雅, 森戸 茂一, 大庭卓也, “Fe-Co 系合金の V 添加および熱

処理による結晶学的特徴”, 日本金属学会 2009 年度春季大会, 東京工業大学, 東京都 (2009.3).

⑯ 酒井翔大, 森戸 茂一, 大庭卓也, “フェライト-マルテンサイト 2 相鋼の組織解析”, 日本鉄鋼協会 2009 年度春季大会, 東京工業大学, 東京都 (2009.3).

⑰ 田中豪, 森戸 茂一, 野津幸夫, “高 C-高 Cr 鋼焼もどしラスマルテンサイトの組織解析”, 日本鉄鋼協会 2009 年度春季大会, 東京工業大学, 東京都 (2009.3).

⑱ 森戸 茂一, 大庭卓也, 田坂元薫, “ラスマルテンサイトの加工組織発達における固溶炭素とフィルム状残留オーステナイトの影響”, 日本鉄鋼協会 2009 年度春季大会, 東京工業大学, 東京都 (2009.3).

⑲ T. Araki, S. Morito, T. Ohba, “The Effect of Austenite Grain Size of the Quenched and Tempered Lath Martensite Structure in a Fe-0.2C-2Mn (mass %) Alloy”, 17th International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering Congress 2008, Kobe, Japan (Oct 27 - 30 2008).

⑳ Yuuki Nakahima, Hiromasa Fujii, Takuya Ohba, Shigekazu Morito, “Effect of Heat Treatment on Crystal Structure and Workability of Fe-Co”, 17th International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering Congress 2008, Kobe, Japan (Oct 27 - 30 2008).

㉑ Yuuma Edamatsu, Shigekazu Morito, Takuya Ohba, Yoshitaka Adachi “Three Dimensional Analysis of the Ultra Low Carbon Steel Lath Martensite”, 17th International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering Congress 2008, Kobe, Japan (Oct 27 - 30 2008).

㉒ Muneo Yaso, Shuhei Hayashi, Koji Murakami, Shigekazu Morito, Takuya Ohba, “Characterization of Retained Austenite in the Fe-Cr-C Steels”, 17th International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering Congress 2008, Kobe, Japan (Oct 27 - 30 2008).

㉓ 森戸 茂一, 大庭卓也, 足立吉隆, “極低炭素鋼ラスマルテンサイトにおけるサブプロッ

クの3次元解析”, 日本金属学会 2008 年度秋期大会, 熊本大学, 熊本県 (2008.9).

㉔ Shigekazu Morito, Jun Nishikawa, Takuya Ohba, Tadashi Furuhashi, Tadashi Maki, “The crystallography of lath martensite formed at austenite grain boundaries in Fe-Ni-Mn alloy”, The International Conference on Martensitic Transformations, Santa Fe, NM, USA (June 29 - July 5 2008).

㉕ 森戸茂一, 大庭卓也, 西川潤, 古原忠, 牧正志, “Fe-20Ni-5.4Mn(mass%)ラスマルテンサイトの組織生成初期の解明”, 日本金属学会 2008 年度春期大会, 武蔵工業大学, 東京都 (2008.3).

㉖ 岩見祐貴, 古谷野有, 森戸茂一, 大庭卓也, “ラスマルテンサイト組織におよぼす炭素および窒素原子の影響”, 日本鉄鋼協会 2008 年度春季大会, 武蔵工業大学, 東京都 (2008.3).

㉗ 枝松勇真, 森戸茂一, “極低炭素鋼ラスマルテンサイトの3次元解析”, 日本鉄鋼協会 2008 年度春季大会, 武蔵工業大学, 東京都 (2008.3).

㉘ 中島佑樹, 藤井大雅, 大庭卓也, 森戸茂一, “Fe-Co-V の結晶構造と組織、加工性に及ぼす熱処理条件の影響”, 日本金属学会 2008 年度春期大会, 武蔵工業大学, 東京都 (2008.3).

[図書] (計1件)

① 東田賢二ら: 「鉄鋼材料の加工硬化特性への新たな要求と基礎研究」, (社)日本鉄鋼協会, (2011), 全 272 頁.

[産業財産権]

○出願状況 (計0件)

○取得状況 (計0件)

[その他]

ホームページ等

① 雑誌論文 1 件 (内査読付き 1 件) 投稿中.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

森戸 茂一 (MORITO SHIGEKAZU)
島根大学・総合理工学部・准教授
研究者番号: 00301242

(2) 研究分担者

無し

(3) 連携研究者
無し