

令和 5 年 6 月 21 日現在

機関番号：12601

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2020～2022

課題番号：20H02475

研究課題名(和文)3次元組織解析による鋼のせん断型変態における組織形成機構の解明

研究課題名(英文)Clarification of microstructural formation process in displacive transformation of steels by three-dimensional microstructural analysis

研究代表者

南部 将一 (Nambu, Shoichi)

東京大学・大学院工学系研究科(工学部)・准教授

研究者番号：00529654

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 17,260,000円

研究成果の概要(和文)：次世代高強度鋼の更なる性能向上を達成する組織制御のため、せん断型変態初期の組織形成について3次元的に理解することを目的とした。光学顕微鏡ベースのシリアルセクションとSEM/EBSDによる結晶方位解析を組み合わせることで、大領域の3次元組織を取得し、変態初期に生成した組織と旧オーステナイト粒界との関係について検討可能にした。上部ベイナイトでは、粒界を介して両側で結晶方位差の小さいベイナイトペアが生成しており、隣接するオーステナイトの結晶方位がベイナイト生成に影響を与えることが示された。下部ベイナイトでは粒界面に沿って生成しており、粒界面と晶癖面の方位差が生成に影響していることが示された。

研究成果の学術的意義や社会的意義

次世代高強度鋼では強度と延性の高いレベルでの両立が求められており、そのためにはせん断型変態で得られるベイナイトやマルテンサイトと残留オーステナイトで構成される複相鋼の最適な組織制御が必須である。これらの組織を3次元的に最適化するためには、変態初期から中期にかけての組織制御が重要であり、本研究で確立した3次元組織評価手法によって、変態初期にオーステナイト粒界から生成する組織の3次元的な形態、生成サイト、結晶方位選択等を理解することができ、これら成果はせん断型変態機構の解明や組織制御指針の構築に向けて学術的にも工学的にも非常に有益であると言える。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this study was to 3-dimensionally understand the microstructural formation process during displacive transformation, in the early stage of transformation, to control the microstructure to achieve further improvement of next-generation-high-strength steels. By combining optical microscopy based serial sectioning and crystal orientation analysis by SEM/EBSD, we obtained 3-dimensional microstructures in a larger area, and made it possible to investigate the relationship between the microstructure formed in the early stage of transformation and the prior austenite grain boundaries. In the upper bainite, bainite pairs with a small misorientation are formed on the both sides across the grain boundary, which indicates that the crystal orientation of adjacent austenite affects the bainite formation. Lower bainite is formed along the grain boundary plane, which indicates that the misorientation between the grain boundary plane and the habit plane affects the formation behavior.

研究分野：組織制御

キーワード：鉄鋼材料 マルテンサイト変態 3次元組織観察 結晶方位関係

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 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・靱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。鋼の更なる高強度と高延性を両立するには、高強度相と高延性相の複相化が有効であり、その組織形態を制御することでさらに優れた鋼の開発が望まれる。特に延性・靱性向上の鍵である残留オーステナイトの組織制御には、変態析出相であるマルテンサイトやベイナイトといったせん断型変態組織を制御することが必要となる。しかしながら、このようなせん断型変態によって得られた最終組織に対する研究は多いが、組織形成過程に関する研究は非常に限られており、その変態機構については依然不明である。したがって、次世代の鉄鋼材料の組織制御指針を構築するためには、せん断型変態において、変態初期の核生成から、2次生成を含めた組織形成過程を3次元的に理解すること、またせん断型変態機構の理解を深め制御することが不可欠であるといえる。特に複相組織を制御する際には変態初期から中期に至るせん断型変態の組織形成の理解が不可欠であるが、組織形成過程についての研究も限られており、解くべき課題の一つである。

### 2. 研究の目的

そこで本研究では、次世代高強度鋼の更なる性能向上を達成するための組織制御指針の構築のため、ベイナイトやマルテンサイトの生成箇所や生成時における結晶学的特徴、形態学的特徴、幾何学的特徴について3次元組織解析による評価を行うことで検討し、鋼のせん断型変態における組織形成過程および変態機構を明らかにすることを目的とした。

### 3. 研究の方法

#### (1) 変態初期に粒界から生成するベイナイトの3次元観察

ベイナイトは変態温度や化学組成により上部ベイナイトと下部ベイナイトに分類される。本研究では、上部ベイナイトを評価する場合、供試鋼として Fe-0.4C-1.78Si-0.83Mn-0.97Cr-1.05Ni (wt.%) を、下部ベイナイトを評価する場合、Fe-0.6C-1.5Si-1.75Mn (wt.%) を用いた。ベイナイトの変態初期組織のみを評価するため、熱間加工シミュレーター (Thermecmaster-Z) を用いて、供試鋼を 1000 で 600~1200 s 保持することでオーステナイト( ) 化し、粒径を 200 μm 程度にした後、上部ベイナイトでは 450 , 下部ベイナイトでは 350 まで急冷し等温保持することで 5% 程度ベイナイト変態させた。その後室温まで急冷し、未変態の をマルテンサイト変態させることで観察上ベイナイトと区別した。この試料を 3 次元観察用に加工し、光学顕微鏡および SEM/EBSD を用いた組織観察を行った。

3次元組織構築における模式図を図1に示す。3次元組織観察では、約 1 μm の一定の研磨ステップで研磨を繰り返し、1ステップごとの光学顕微鏡観察及び 5~10 ステップ程度ごとの SEM 観察また EBSD による結晶方位解析を行った。旧粒界を同定するため EBSD で得られたベイナイトおよびマルテンサイトの結晶方位情報から旧粒を求め、その粒界を推定した。3次元像構築においては、3次元構築ソフト(Avizo)を用いて3次元組織を作成した。

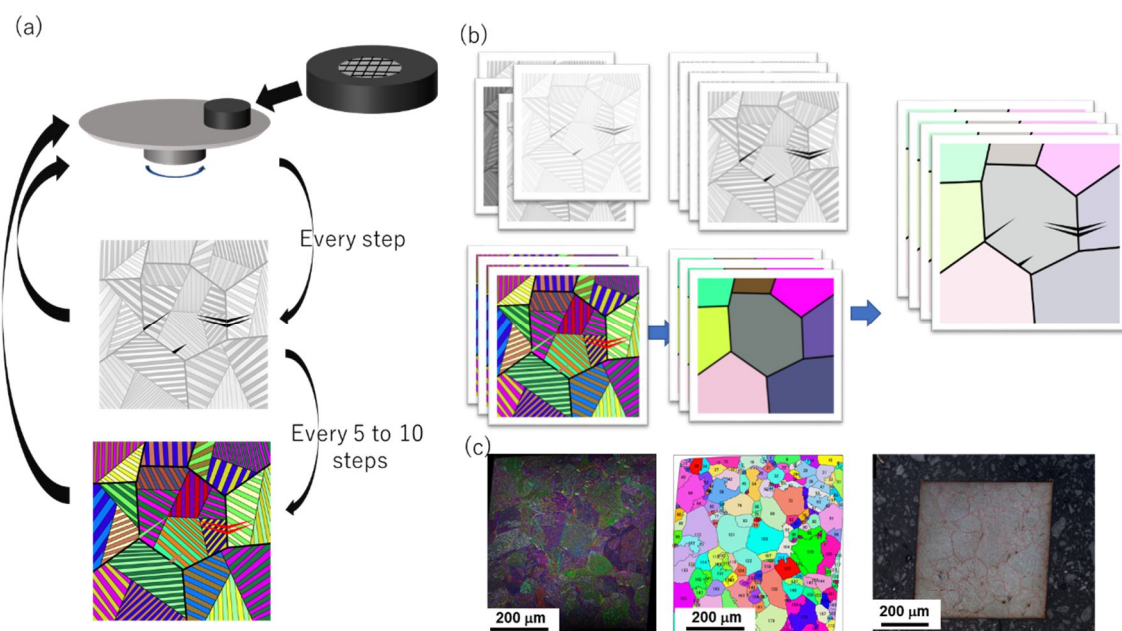


図1 3次元組織構築プロセスの模式図 (a) シリアルセクションによる組織取得, (b) 光学顕微鏡観察と EBSD 測定を合わせた組織同定のイメージ, (c) 実際の組織観察結果 (2) 2次生成したベイナイトの3次元観察

旧 粒界から 1 次生成したベイナイトから 2 次的に生成するベイナイトについて 3 次的に評価するため、特に 1 次ベイナイトと 2 次ベイナイト間で結晶方位関係が異なる下部ベイナイトを対象に検討した。供試鋼の組成は Fe-0.6C-1.5Si-1.75Mn(wt.%)であり、熱間加工シミュレーター (Thermecmastor-Z) を用いて、1000 で 600 s 保持後、350 まで急冷し等温保持することで 15%程度ベイナイト変態させた。得られた試料に対して同様に 3 次元組織を構築した。

#### (3) マルテンサイト変態の変態初期組織の 3 次元観察

マルテンサイト変態初期の生成挙動について検討するため、供試鋼として 0.15wt%C-14wt%Ni を含む組成の鋼を用意した。1000 に加熱し 粒の大きさを制御した後に急冷し、変態率が 5%程度の温度で再加熱し、焼き戻し処理を行った後に室温まで急冷した。この熱処理により変態初期に生成したマルテンサイトを焼き戻しマルテンサイトとし、残りを焼入れままマルテンサイトとすることで 3 次元観察を行いやすくした。3 次元組織の構築手法はベイナイトと同様である。

### 4. 研究成果

#### (1) 変態初期に粒界から生成する上部ベイナイトの 3 次元組織評価

図 2 にシリアルセクションングで得られたベイナイトの異なるセクションにおける光学顕微鏡写真と構築した 3 次元組織を示す。図 2a のようにあるセクションでは一つの旧 粒中にベイナイトが生成しているように観察されるが、シリアルセクションングすることである粒界の両側に羽毛状に生成していることが分かる。さらにシリアルセクションングのデータをもとに構築された 3 次元組織からある 1 か所において接していることが示された (図 2c)。また EBSD 解析からそれぞれの旧 粒に生成しているベイナイトは同じ結晶方位であったため、粒界の両側のベイナイトの結晶方位関係について調査したところ、結晶方位差の小さい組合せであることが分かった。そこで、粒界を構成するオーステナイトの結晶方位がベイナイト生成に及ぼす影響を検討したところ、まず変態初期では、どのようなバリエーション選択しても隣接するオーステナイト粒と Kurdjumov-Sachs の関係(K-S 関係)を満たすことができない粒界からは、ベイナイト生成が観察されにくいことが分かった。また、粒界においてベイナイトが隣接するオーステナイト粒とも K-S 関係をもって生成することができる結晶方位関係は 24 種類あることが考えられる。そこで、ベイナイトが生成した粒界について、24 種類の粒界のうちいずれに該当するかを調べたところ、隣接粒とも K-S 関係を満たすバリエーションのベイナイト対の外形変形方向が互いに平行に近い粒界でベイナイト生成の割合が高かった。こうした結晶方位のベイナイトが生成することで変態に伴う変形を緩和することができると考えられ、隣接する の結晶方位がベイナイト生成に影響を与えることが示唆された。

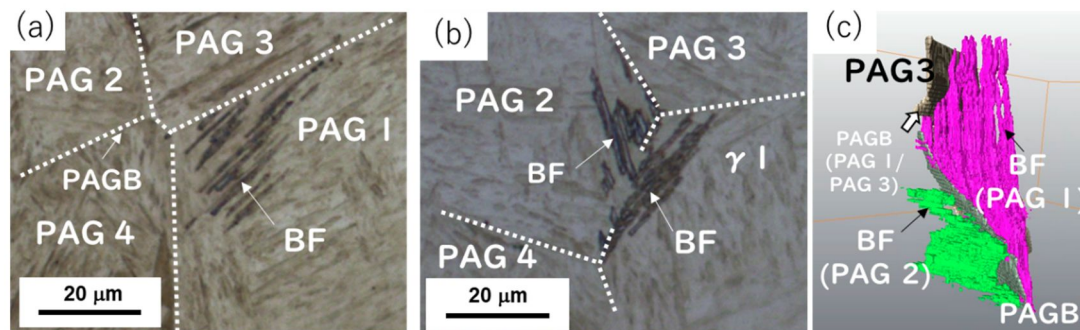


図 2 上部ベイナイトの光学顕微鏡によるシリアルセクションングと構築した 3 次元組織

#### (2) 変態初期に粒界から生成する下部ベイナイトの 3 次元組織評価

下部ベイナイトに対しても同様に 3 次元組織を検討した結果、旧 粒のエッジや粒界面から生成していることが示された。特に粒界面に沿ってベイナイトが生成する場合が多く、エッジとの接触も見られた。粒界面や粒界エッジの影響について検討するため、ベイナイトとの幾何学的関係について評価した結果、粒界面法線とベイナイトの晶癖面法線がほぼ同一方位となることが示された。一方で、粒界エッジはベイナイトの結晶方位面との関係は見られなかった。このように下部ベイナイトの生成において、粒界面の幾何的な影響が強いことが示された。

下部ベイナイト生成に及ぼす粒界面の影響をより詳細に検討するため、図 3 のような曲率を持った旧 粒界上に沿って生成したベイナイトについて 3 次元組織を評価した。3 次元組織と対応する極点図から、粒界面 AB のようにベイナイト晶癖面(HP)と平行に近い箇所ではベイナイトが粒界に沿って生成しているが、粒界面 BC のように晶癖面と角度差が生じるとベイナイトは生成していない。他の箇所においても同様の結果となっており、晶癖面との方位差が小さい粒界面ではベイナイトの生成が見られるが、晶癖面からの方位差が大きくなるとベイナイトの生成が見られないことが確認できた。このように粒界面と晶癖面が平行から離れることでベイナイトの生成が停止しており、粒界面と晶癖面が平行になるように下部ベイナイトが生成しやすいことが示された。

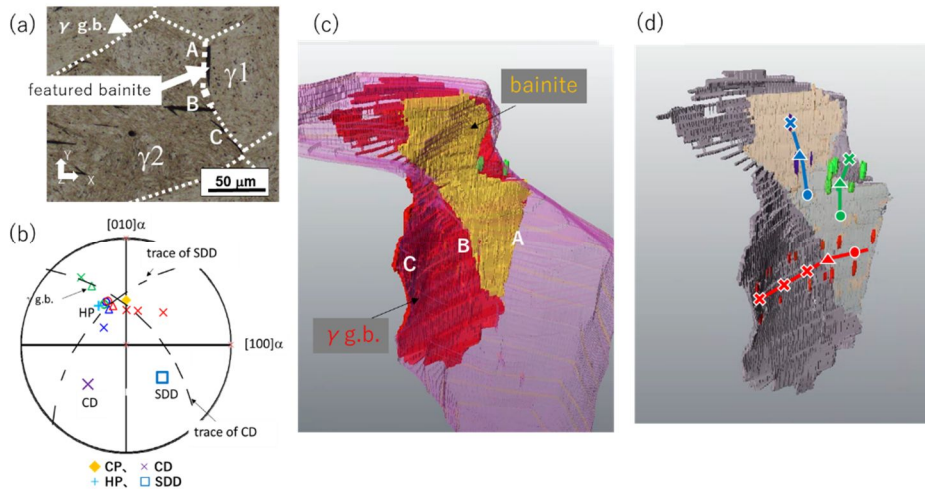


図3 曲率をもった粒界面に生成した下部ベイナイトの3次元組織観察 (a) 光学顕微鏡観察, (b) ベイナイトと粒界面法線をプロットした極点図, (c)(d)対応する3次元組織

### (3) 2次生成したベイナイトの3次元組織評価

図4に示すように2次生成したベイナイトは主に1次生成したベイナイトのエッジ部から生成するものと板面から生成するものとに分かれており、それぞれ選択されるバリエーションが異なることが分かった。1次生成したベイナイトのエッジ部から生成したベイナイトのバリエーション選択について弾性相互作用エネルギー、弾性ひずみエネルギーおよびKC条件に基づいて検討した結果、いずれの観点からも実験的に観察されたバリエーションの生成が有利であることを示した。一方、1次生成したベイナイトの板面から生成したバリエーションは主に2種類観察されたが、弾性ひずみエネルギーや弾性相互作用の観点ではバリエーション選択の優位性について説明することはできず、オーステナイトの塑性変形やバリエーション間の界面エネルギーなどの影響を考える必要がある。

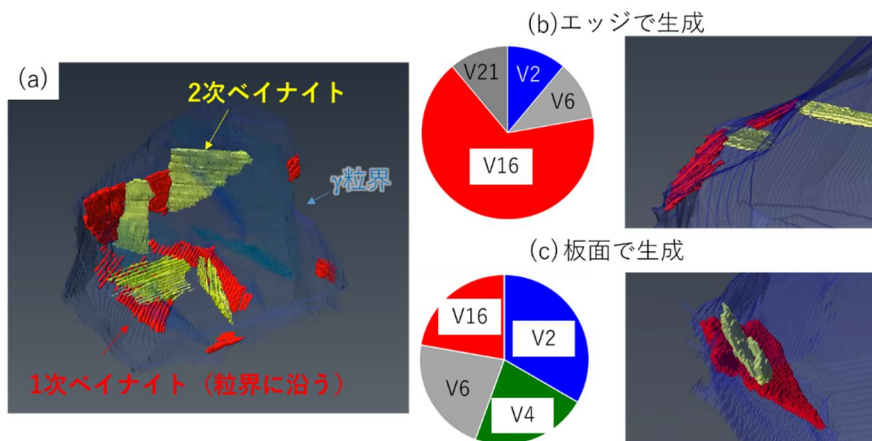


図4 2次生成した下部ベイナイトの3次元組織と1次生成ベイナイトとの結晶方位関係

### (4) ラスマルテンサイトの変態初期組織の3次元観察評価

低炭素のラスマルテンサイトに対しても同様に変態初期に生じた組織に対して、3次元組織を検討した結果、ベイナイトとは異なり、旧粒界のエッジに沿って生成しているような組織が比較的多く観察できた。また、旧粒界とマルテンサイトの面方位関係を調べた結果、マルテンサイトの最密方向が粒界エッジと平行に近く、さらにエッジを構成する粒界面の一つと晶癖面が平行に近いバリエーションが選択されやすいことが示された。

以上のように、鋼のせん断型変態で得られる上部ベイナイト、下部ベイナイト、ラスマルテンサイトについて特に変態初期での組織形成を3次元的に評価した。それぞれ生成サイトや選択されるバリエーション等が異なっており、各変態様式に対応した組織制御指針を構築することが重要である。

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 0件/うちオープンアクセス 2件）

1. 著者名 Shotaro Jimbo, Shoichi Nambu	4. 巻 13
2. 論文標題 Three-Dimensional Observation of Upper Bainite in the Initial Stage of Transformation in 0.4 wt% C TRIP Steel	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Metals	6. 最初と最後の頁 355
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.3390/met13020355	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 Shotaro Jimbo, Shoichi Nambu	4. 巻 13
2. 論文標題 Crystallographic Analysis on the Upper Bainite Formation at the Austenite Grain Boundary in Fe-0.6 C-0.8 Mn-1.8 Si Steel in the Initial Stage of Transformation	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Crystals	6. 最初と最後の頁 414
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.3390/cryst13030414	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 -

〔学会発表〕 計10件（うち招待講演 0件/うち国際学会 4件）

1. 発表者名 神保 翔太郎, 南部 将一
2. 発表標題 中炭素鋼における粒界から生成した下部ベイナイト組織の三次元観察
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第181回春季講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 神保 翔太郎, 南部 将一
2. 発表標題 中炭素鋼における粒界から生成した上部ベイナイトの三次元組織観察
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第182回秋季講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Shotaro Jimbo, Shoichi Nambu
2. 発表標題 3-dimensional observation of bainite from austenite grain boundary in 0.6wt carbon steel
3. 学会等名 Materials Science & Technology 2021 Conference & Exhibition (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Shotaro Jimbo, Shoichi Nambu
2. 発表標題 Three-dimensional observation of the upper bainite nucleated from grain boundaries in medium carbon steel
3. 学会等名 ASIA STEEL 2021 (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Shoichi Nambu, Sho Higuchi, Toshihiko Koseki
2. 発表標題 THREE-DIMENSIONAL ANALYSIS OF FORMATION BEHAVIOR DURING MARTENSITIC TRANSFORMATION IN LOW-CARBON STEEL
3. 学会等名 ICOMAT 2022 (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 神保 翔太郎, 南部 将一
2. 発表標題 中炭素鋼の下部ベイナイトの2次的な生成過程の3次元観察
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第183回春季講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 神保 翔太郎, 南部 将一
2. 発表標題 中炭素鋼における粒界からのベイナイト生成に及ぼすオーステナイト粒界の影響
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第180回秋季講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 神保 翔太郎, 南部 将一
2. 発表標題 中炭素鋼における粒界から生成した下部ベイナイト組織の三次元観察
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第181回春季講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Shotaro Jimbo, Shoichi Nambu
2. 発表標題 3-dimensional morphology of upper and lower bainite in the initial stage of transformation
3. 学会等名 The 7th International Conference on Advanced Steels (ICAS2022) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 神保 翔太郎, 南部 将一
2. 発表標題 Carbide-freeベイナイトにおけるシーフ内部組織の3次元観察
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第184回秋季講演大会
4. 発表年 2022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
---------	---------