

機関番号：11301

研究種目：若手研究 (B)

研究期間：2009 ~ 2010

課題番号：21760526

研究課題名 (和文) サブミクロン領域の弾塑性ひずみ測定によるマルテンサイトラスサイズの支配因子解明

研究課題名 (英文) Investigation of controlling factor of martensite lath size from the view point of local elastic - plastic accommodation

研究代表者

宮本 吾郎 (MIYAMOTO GORO)

東北大学・金属材料研究所・助教

研究者番号：60451621

研究成果の概要 (和文)：本研究では、ラスマルテンサイトの組織サイズに大きな影響を及ぼすと考えられる周囲母相の塑性変形とラスマルテンサイト組織の関係を調査した結果、ラスマルテンサイト生成の形状歪は多くが母相の塑性変形によって緩和されて、不均一な歪場がマルテンサイト周囲に導入され、蓄積された歪場がその後のラスの成長を抑制することが明らかとなった。更に、変態前加工によって母相中に導入された転位によって、ラスサイズは変わらないものの、特定のバリエーションのラスが母相中の転位組織上に優先生成・成長する一方で、同一バリエーションのラスが集団で生成する傾向が弱まる結果、機械的性質に影響を及ぼすと考えられるバリエーションサイズが減少するということを見出した。

研究成果の概要 (英文)：In the present study, interaction between lath martensite transformation and plastic deformation in austenite matrix, which is supposed to affect structure size of lath martensite, has been investigated. Quantitative analysis of strain mapping around martensite lath revealed that shape strain during lath formation is mostly accommodated by plastic deformation in austenite, leading to inhomogeneous lattice rotation in austenite adjacent to martensite. Such deformation in austenite would inhibit further growth of martensite lath. It was found that prior deformation of austenite to martensite transformation reduces variant size of lath martensite without change in size of each lath although specific variants are nucleated preferentially on the dislocation structure in austenite.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	500,000	150,000	650,000
2010年度	800,000	240,000	1,040,000
年度			
年度			
年度			
総計	1,300,000	390,000	1,690,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・無機材料・物性

キーワード：マルテンサイト変態、結晶学、EBSD、組織微細化

1. 研究開始当初の背景

せん断型変態を通じて形成されるラスマルテンサイト組織は、鉄鋼材料に対する最近の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。個々の結晶がラス状

(特定の優先成長方向を持った板状)を呈するマルテンサイト組織は鉄合金のみに見られる特異な組織であり、ラスのサイズは添加合金元素の種類や量によって異なることが知られている。サイズを支配する因子としては

変態点(Ms点), 母相とマルテンサイト相の強度, 変態時の形状変化や正方晶性などが挙げられているがいずれも現象論的なもので, 変態機構と関連した本質的な因子は未だ不明である. ラスサイズを支配する因子の解明は, 鉄合金特有の M 変態機構の解明という学術的重要性と共に, 高強度鋼の元となるラスマルテンサイトの組織制御という実用的観点からも重要である. この鉄鋼材料における長年の問題を明らかにするために, 本研究ではマルテンサイト変態に伴う母相の塑性変形に注目する. 従来マルテンサイトのサイズは変態に伴い母相中に蓄積される弾性歪エネルギーと駆動力のバランスによって決まると考えられてきたが, ラスマルテンサイトの場合この考え方によって予想されるサイズよりも著しく小さい. これは, ラスマルテンサイト生成に伴い周囲母相が塑性変形するため, 塑性変形により導入された母相中の転位が界面の移動に対し摩擦力として働くためであると考えられるが, 母相の塑性変形がラスサイズに及ぼす影響はほとんど明らかになっていない. 実験的にマルテンサイト変態と母相の塑性変形によって導入された転位の相互作用を解明することはラスサイズの制御という点から極めて重要である.

2. 研究の目的

本研究ではマルテンサイト変態と母相の塑性変形との関係を明らかにするために, (1) マルテンサイトの周囲母相に導入された弾塑性歪場の解析, (2)加工硬化した母相から生成したラスマルテンサイト組織, の2点について研究を行う. (1)では, これまでに構築してきた走査型電子顕微鏡(SEM)で得られる電子線後方散乱回折(EBSD)像を利用した高精度かつサブマイクロメートルの空間分解能を持つ局所・弾塑性歪測定法が1次元のラインスキャンに限定されていたのを, 2次元のマッピングに拡張して, ラスマルテンサイト周囲の母相に導入される歪分布を明らかにする. (2)は, 変態前の母相に温間加工を施すことで, 変態時の母相の塑性変形のし易さを変えてラスマルテンサイトの組織サイズに及ぼす影響を明らかにするものである. 更に, 変態前母相中に導入された変形組織を可視化するため, 変態後のマルテンサイトの結晶方位から局所的な母相方位を再構築する新たな手法を開発する.

3. 研究の方法

(1)室温でも母相が安定である Fe-25mass%Ni-5mass%Mn 合金を, 223K で 28.8ks サブゼロ処理することで, 少量のラスマルテンサイトを生成させた. この試料を電解研磨後, SEM/EBSD 測定することで, マルテンサイト周囲の歪場を測定した. 歪測定ソフトの

2次元への拡張に当たっては, マッピングの際にビーム照射位置が試料表面で移動することに起因するEBSD像のずれを補正するために, 同じ範囲の測定をSi単結晶で行い, EBSD像のずれをあらかじめ補正した.

(2) Fe-3mass%Ni-1.5 mass%Mn-0.15 mass%C 合金を 1473K でオーステナイト化後, 973K で 10, 30 および 50%一軸圧縮加工を施し, ガス冷却することでラスマルテンサイトを得た. この試料のSEM/EBSD測定によりマルテンサイトの結晶方位を測定した. また, マルテンサイト/母相間に特定の結晶方位関係を仮定することで, 母相方位を再構築するプログラムを開発し, 母相の変形組織とそこから生成するマルテンサイト組織の関係を調査した.

4. 研究成果

(1) ラスマルテンサイト周囲の歪場測定

図1(a)にFe-20Ni-5Mn合金の γ 方位マップを示す. この合金では, オーステナイト粒界にラスマルテンサイトが核生成し, 粒内へ成長する. 粒界で核生成するマルテンサイトには強いバリエーション選択則が働くため, 特定の γ 粒界のみにマルテンサイトが生成する. この試料の図1(a)中に黒枠で示した領域の弾塑性歪解析を行った.

弾塑性歪解析では, マルテンサイトから十分離れた同一粒内に基準点を取り, 基準点と測定点間でのEBSD像のずれを画像解析により検出する. このEBSD像のずれは, 結晶の変形と幾何学的な関係を持つため, 最小二乗

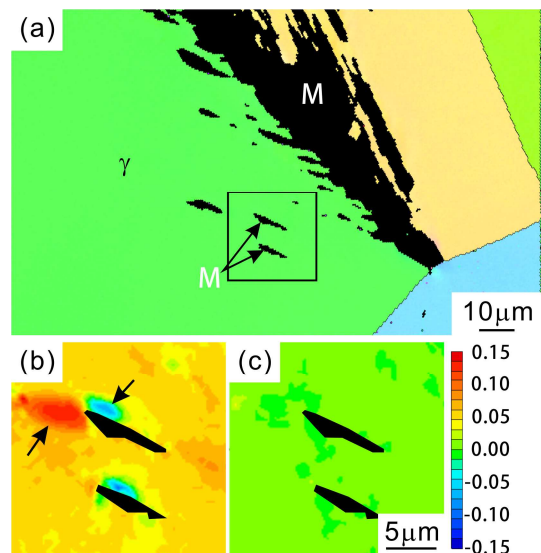


図1 (a) Fe-20Ni-5Mn合金のラスマルテンサイト周囲の γ 方位マップ, (b) (a)中の黒枠における回転テンソル成分(w13), (c)同歪テンソル成分(e13)

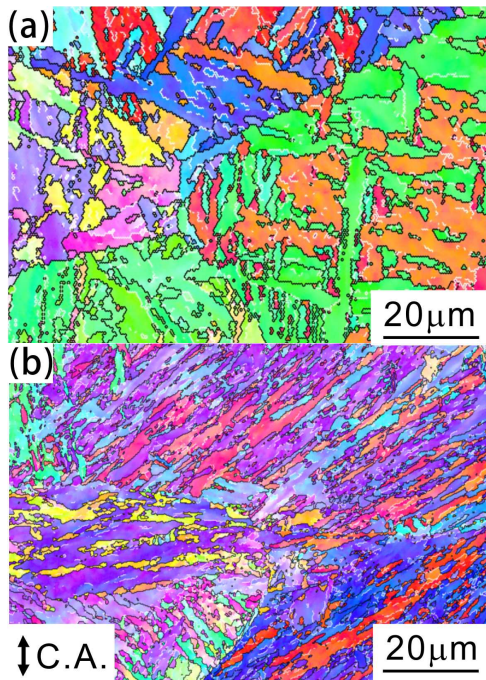


図 2 マルテンサイトの α 方位マップ (Fe-3Ni-1.5Mn-0.15C 合金), (a)無加工材, (b)変態前 30%加工材

法により歪テンソル(e_{ij})および回転テンソル(w_{ij})の各成分を求めることができる. 図 1(b), (c)に一例として回転テンソル成分(w_{13})と歪テンソル成分(e_{13})のマッピング像をそれぞれ示す. これを見ると, マルテンサイト周囲で回転テンソル成分には大きな変化があるのに対して, 歪テンソル成分の変化は小さいことが分かる. 回転テンソルは主には塑性変形, 歪テンソルは弾性変形分を表しているため, 図 1(b), (c)はラスマルテンサイト変態による形状変化の大部分は, 母相の塑性変形によって緩和されていることを意味している. 更に, オーステナイト粒界に近い右側よりもマルテンサイトの左側に大きな格子回転が見られていることから, 成長に伴って蓄積された塑性ひずみがある臨界値に達したところで成長が止まっていることが示唆されている. また, 矢印で示したようにマルテンサイトの板面と先端のオーステナイト中での回転テンソルの符号が異なっており, マルテンサイト周囲で不均一かつ回転方向の異なる変形が導入されているということ, 実験的に初めて捉えることに成功した. オーステナイト中の方位回転量や回転方向の解析は現在も継続中であるが, これらの測定値からマルテンサイトの成長が停止する臨界転位密度や, ラスマルテンサイト変態の形状変化の詳細が明らかになると期待される.

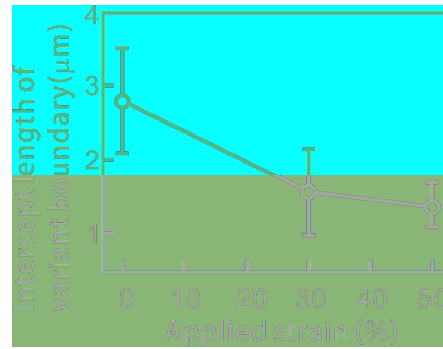


図 3 マルテンサイトバリエーションサイズに及ぼす変態前加工度の影響

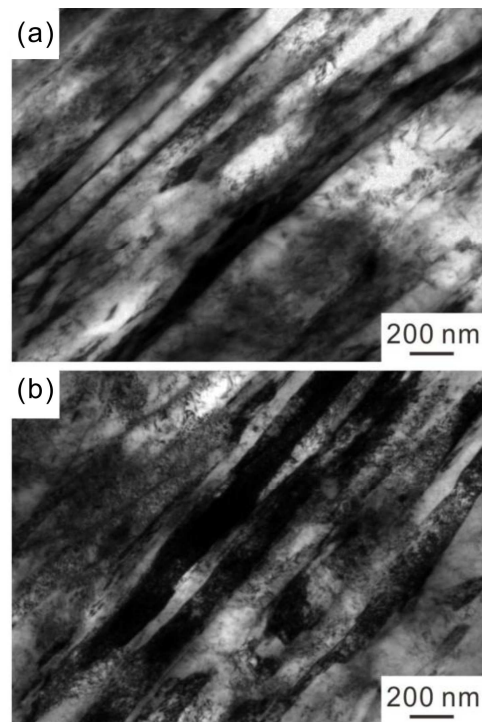


図 4 マルテンサイトの TEM 組織, (a)無加工材, (b)変態前 30%加工材

(2) 変態前加工がマルテンサイト組織に及ぼす影響

図 2 に無加工オーステナイトおよび 30%の加工を施したオーステナイトから生成したマルテンサイトの α 方位マップを示す. 無加工オーステナイトから生成したマルテンサイトと比べ(図 2(a)), 変態前に 30%の加工を施すことで, 圧縮軸方向(C.A.)に対して $30 \sim 50^\circ$ 傾いた方向にそってマルテンサイトが生成し, 各バリエーション領域のサイズは加工を施すことで微細化していることが分か

る(図 3)。一方、これらの試料のラス組織を TEM を用いて観察したところ、変態前加工の有無にかかわらず、100~200nm 厚さのラスが観察され、ラスサイズは変態前加工の影響を受けにくいことが明らかとなった。このことは、変態前加工によってラスサイズは変わらないが、同じバリエントのラスが隣接して生成する傾向が弱まってバリエントサイズが減少することを意味しており、ラスサイズが微細化しなくても、機械的性質を支配する有効結晶粒径を微細化できることを意味している。

変態前加工によるバリエントの隣接傾向を明らかにするため、母相結晶方位とそこから生成するマルテンサイト方位の関係を調査した。この合金では室温ではオーステナイトが安定に存在しないが、オーステナイトとマルテンサイト間には特定の方位関係が存在することを利用して、複数のマルテンサイトバリエント方位からオーステナイト母相の結晶方位を再構築するプログラムを開発した。図 4 に 30%加工したオーステナイトから生成したマルテンサイトの α 方位マップ (a) とそこから再構築した γ 方位マップ (b) を示す。図 4 (b) を見ると、 γ 粒内に平行に並んだ帯状組織が見られ、変態前の加工によって導入された γ 粒内の変形組織が可視化出来ていることが分かる。図 4 (b) 中に黒丸で示している点のオーステナイト母相方位から得られるすべり面のトレースを図 4 (a) に示した。この中で、赤色で示すすべり面 A, C は圧縮変形に対するシュミット因子が最大および 2 つ目に大きなすべり系のすべり面に対応する。図 4 (a) を見ると、生成したマルテンサイトはほとんどがすべり面 A および C に沿って生成していることから、オーステナイトの活動すべり面を晶癖面とするマルテンサイトが優先的に選択されていることが分かる。さらに、オーステナイトが室温で安定に残存する合金に同一条件の温間圧縮変形を施し、変形組織を確認したところやはり優先すべり面に沿ったマイクロバンド組織とバンド間に高密度の転位組織が発達していることが明らかとなった。したがって、マイクロバンド境界が核生成サイトとなると同時に、ラスの成長を抑制することで同一バリエントのラスが集団で生成する傾向が弱まり、バリエントサイズが減少するものと考えられる。

以上のように本研究では、ラスマルテンサイト変態と母相の塑性変形の影響を調査した結果、(1)ラスマルテンサイト生成の形状歪の多くは母相の塑性変形により緩和され、その結果マルテンサイト周囲の母相には不均一な歪場が導入されて蓄積された歪場がその後のラスの成長を抑制すること、(2)変形前の母相に導入された転位によって、ラス

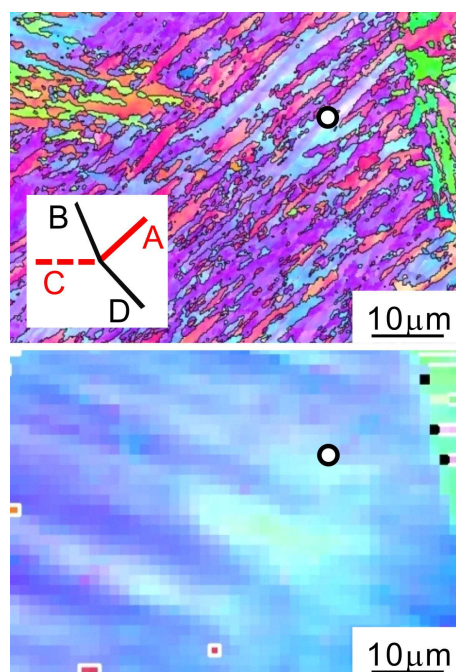


図 4 30%加工した γ から生成したマルテンサイトの (a) α 方位マップ, (b)(a)から再構築した γ 方位マップ。

サイズは変わらないものの、母相中の転位組織に特定のバリエントのラスが優先生成・成長し、同一バリエントのラスが集団で生成する傾向が弱まる結果、バリエントサイズは減少することが明らかとなった。

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 3 件)

- ① Goro Miyamoto, Naomichi Iwata, Naoki Takayama, Tadashi Furuhashi, Mapping of parent austenite orientation reconstructed from orientation of martensite by EBSD and application to ausformed martensite, **Acta Materialia** 査読有, 58 巻, 2010, 6393-6403.
- ② 宮本吾郎, 鉄鋼材料におけるマルテンサイト・ベイナイト変態の結晶学, **まてりあ**, 査読有, 49 巻, 2010, 332-336.
- ③ T. Furuhashi, N. Takayama and G. Miyamoto, Key Factors in Grain Refinement of Martensite and Bainite, **Materials Science Forum**, 査読有, 638-642 巻, 2010, 3044-3049

[学会発表] (計 6 件)

- ① 宮本吾郎, SEM/EBSD 法によるマルテンサイト・ベイナイトの結晶学的組織解析, 日本鉄鋼協会 第 161 回春季講演大会 (2011.3.27), 都市大学

- ② N. Iwata, N. Takayama, G. Miyamoto and T. Furuhashi, Effects of ausforming on bainite and martensite structures in low carbon steel, 鉄鋼協会第 160 回秋季講演大会(2010.9.26), 北海道大学
- ③ 宮本吾郎, 岩田直道, 高山直樹, 紙川尚也, 古原忠, EBSD 法によるオーステナイト方位の逆計算およびオースフォーム処理への適用, 鉄鋼協会第 159 回春季講演大会(2010.3.28), つくば大学
- ④ 宮本 吾郎, 古原 忠, ベイナイト・ラスマルテンサイトの 結晶学的組織解析, 金属学会・鉄鋼協会中国四国支部(2009.12.2), 島根大学
- ⑤ 宮本吾郎, 古原忠, SEM / EBSD 法を用いた局所弾塑性歪測定法と相変態への応用, 東北大学金研大阪センター/大阪府立大学金属系新素材センター学学連携(2009.11.12), 大阪府立大学
- ⑥ 宮本吾郎, 古原忠, SEM/EBSD 測定による α/γ 間の結晶方位関係の解析, 鉄鋼協会第 158 回秋季講演大会(2009.9.16), 京都大学

〔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〕

ホームページ等
なし

6. 研究組織

(1) 研究代表者

宮本 吾郎 (MIYAMOTO GORO)
東北大学・金属材料研究所・助教
研究者番号：60451621

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

なし