

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成25年6月10日現在

機関番号：12101
 研究種目：基盤研究（C）
 研究期間：2010～2012
 課題番号：22560655
 研究課題名（和文）定量シリアルセクションによる第2相分散粒子の粒成長抑制効果に関する研究
 研究課題名（英文）Pinning effects of second phase particles on grain growth in iron alloys studied by quantitative serial sectioning
 研究代表者
 榎本 正人（ENOMOTO MASATO）
 茨城大学・工学部・教授
 研究者番号：70241742

研究成果の概要（和文）：Fe-0.1C-0.0005BとFe-0.1C-0.09V合金のフェライト成長に及ぼす炭化物のピン止めによる粒成長抑制効果について研究を行った。ピン止め粒子のサイズ分布をシリアルセクションングにより、粒界の面、エッジおよびコーナーに分けて測定した。いずれのサイトにおいてもランダム分布から想定されるより3~4倍の粒子が存在しており、このことを考慮すれば、ほぼ実測に近い結晶粒径の予測が可能になることが示された。

研究成果の概要（英文）：The pinning effects of carbide particles on the grain growth of ferrite were studied in Fe-0.1C-0.0005B and Fe-0.1C-0.09V alloys. The number and size distribution of carbide particles were determined on multiple sections in distinction of grain faces, edges and corners. The numbers of particles in contact with each type of grain boundary site were several times greater than those calculated assuming random distribution. Taking this into account, the final grain size is predicted to be in fair agreement with measured ones.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	2,100,000	630,000	2,730,000
2011年度	600,000	180,000	780,000
2012年度	600,000	180,000	780,000
年度			
年度			
総計	3,300,000	990,000	4,290,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・金属物性

キーワード：鉄合金、フェライト、粒成長、炭化物、シリアルセクションング

1. 研究開始当初の背景

Zenerの理論が現実より過大な粒径を与えることが知られており、これを修正するための理論やシミュレーションによる研究がおこなわれているが、これらを裏付ける実験的な研究は行われていない。

2. 研究の目的

ピン止め粒子の数を3次元的に測定し、い

くつかあるZener修正理論の可否、および妥当性を検討する

3. 研究の方法

(1) 金属の試料を次々と研磨して、断面組織写真を撮り、3次元可視化を行いながら粒子サイズやサイズ分布を測定する方法で、粒界をピン止めしている炭化物粒子の個数を粒界面、エッジ、コーナーに分けて測定する。

(2) 合金試料はFe-0.1C-0.0005B およびFe-0.1C-0.09V 合金とする。これらの合金を冷間圧延し、700℃で焼鈍すると、前者はFe₃(CB)、後者は(FeV)₃Cと(FeV)Cの2種類の炭化物が生成し、粒界をピン止めする。

(3) 図1に断面上で観察される粒子径と真の粒子径を示す。粒子径が小さくなると、両者の相違も大きくなり、従って、みかけの粒子径分布(Δ_{max})と真の粒子径分布は同じではない。そこで、これを補正するため、コンピューターでシミュレーションを行いながら、粒子径ごとに補正係数を求めた。

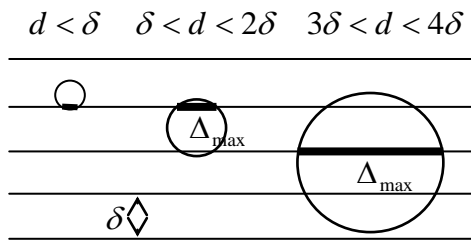


図1 断面上のみかけの粒子径(Δ_{max})と真の粒子径

4. 研究成果

(1) ピン止め効果を明瞭に体现しているフェライト粒径の時間変化

図2にFe-0.1C-0.09V合金におけるフェライト粒径の焼鈍時間変化を示す。管状炉でArを流しながら焼鈍したもの(Δ 印)は焼鈍中に脱炭が起こり、炭化物の数が減少するためピン止め効果はあまり起こらないのに対し、試料を真空封入して焼鈍したものは(\circ 印)、粒径の増加は極めてゆっくりと起こる。

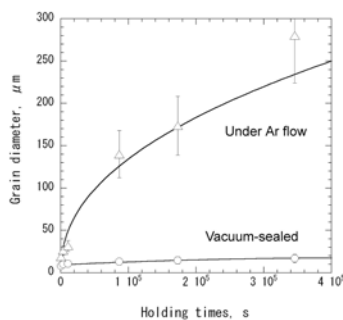
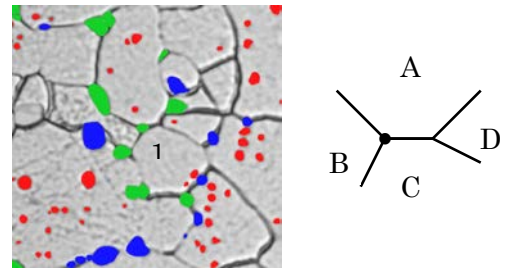


図2 Fe-0.1C-0.09V合金におけるフェライト粒径の焼鈍時間変化。

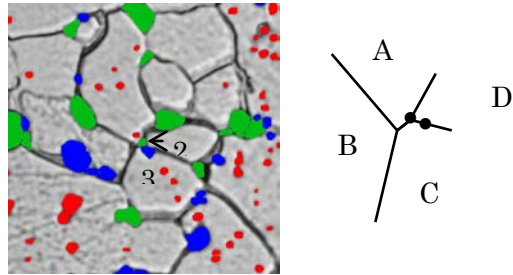
(2) 粒界のエッジとコーナーの識別

2次元断面では粒界3重点は粒界エッジかコーナーである。粒子がエッジにあるかコーナーにあるかは、連続断面における粒界の交わり具合の変化から判定する。図3は粒界

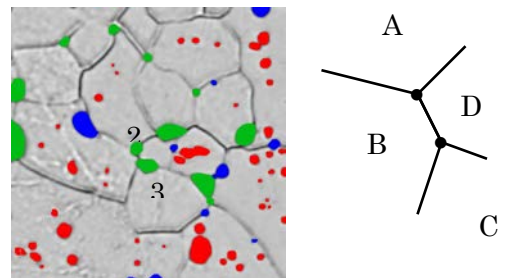
の再結合によりコーナーに存すると判定された粒子を示す。



(a)



(b)

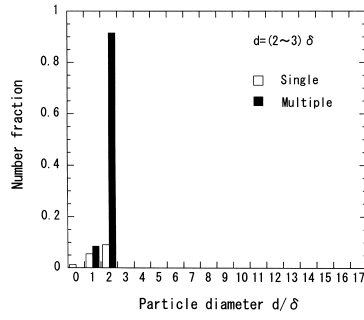


(c)

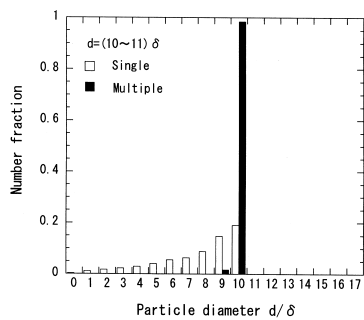
図3 粒界エッジと粒界コーナーをピン止めする粒子の識別

(3) 図4aは研磨間隔の2~3倍の大きさの粒子について、みかけの粒子径と真の粒子径の変換係数を求めるためのシミュレーション結果を示す。92%の粒子が真の粒子径と同じグループにカウントされるが、~8%の粒子がそれより小さいグループの粒子として計測される。図4bは10~11倍の大きさの粒子について同様のシミュレーションを行った結果である。ここでは98%の粒子が真の粒子径と同じグループに入り、それより小さいグループにカウントされるのは2%以下である。

白いカラムは、1枚の断面で粒子径を測定すると、大きい粒子であっても粒子径の小さい粒子として計測される割合が大きくなることを示す。このように、複数の断面で粒子径を測定することにより、粒子径分布の測定精度が著しく向上することが示された。



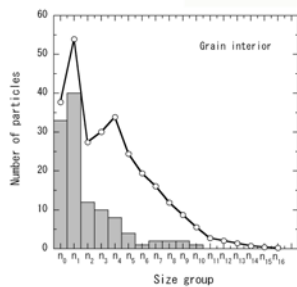
(a)



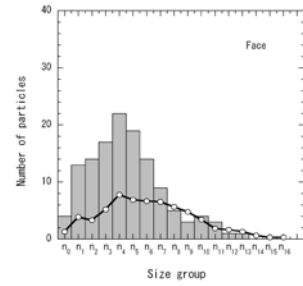
(b)

図4 真の粒子径分布を決めるためのみかけの粒子径分布のシミュレーション結果

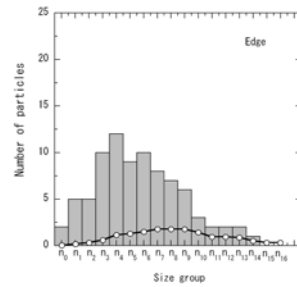
(4) 図5は Fe-0.1C-0.0005B 合金における粒内、粒界面、エッジ、コーナーにおける粒子径分布を示す。ヒストグラムの幅は研磨間隔($\delta=0.25 \mu\text{m}$)である。また、白丸は炭化物粒子が空間的にランダムに分布していると想定して確率論的に計算した粒子数である。図から粒界のいずれのサイトにおいてもランダム分布の3~4倍の粒子が存在していることがわかる。逆に、粒内の粒子はランダム分布より少なくなっている。Fe-0.1C-0.09V 合金では、粒内に微細な(FeV)C が多く存在したが、定性的にはこれとよく似た分布を示した。



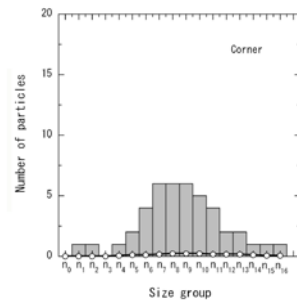
(a)



(b)



(c)



(d)

図5 Fe-0.1C-0.0005B 合金における粒内、粒界面、エッジ、コーナーにおける粒子径分布の測定結果。白丸はランダム分布を想定したときの分布。

(5) 不均一分布を想定した修正理論には、①粒界にすべての粒子が存在すると仮定するもの、②粒界を挟む帯状の領域にある粒子がピン止めに寄与すると考えるもの(相関モデル)、③粒界のコーナーにすべての粒子が存在すると仮定するものがある。このうち、③は粒径が小さくなり過ぎて、現実的な仮定とはいえないが、①と②は実験結果とよく合っており、妥当な仮定と言える。この他、粒界面、エッジ、コーナーにある粒子の寄与をすべて考慮する理論(Hunderi-Ryum)があるが、この理論によりランダム分布を想定して計算すると、実際より大きくなるが、今回測定した粒子分布を使って計算すると、実測値に近い値になった。

(6) Zenerの式はピン止め粒子の体積分率と

平均粒子径を使って、結晶粒径を予測するもので、簡便であることが実用上の利点になっている。粒子径が均一であれば、平均粒子径は粒子数と対応するが、粒子径が不均一な場合は存在する粒子数とのずれが大きくなる。実際、Fe-0.1C-0.0005B合金のFe₃(CB)粒子では、粒子径分布の広がり相対的に小さく、平均粒子径で修正理論がほぼ使えろと考えてよい。これに対し、Fe-0.1C-0.09V合金では(FeV)₃Cと(FeV)Cとの間で、粒子径が大きく異なっており、全粒子の平均粒子径を使うと、どの修正式を使っても実測とは合わない。そこで、粒界に接触している粒子のみで平均値をとって計算したところ、粒径の実測値との相違は小さくなった。これには、粒界と接触している粒子は粗大化を起こし、粒子径分布がますます不均一になることも考えられる。Zener理論の簡便さを最大限利用するためには粒子径の不均一さも考ふる必要があろう。

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2件)

- ① “Influence of carbide particles on the grain growth of ferrite in an Fe-0.1C-0.09V alloy”, T. Oikawa, J. J. Zhang, M. Enomoto and Y. Adachi, ISIJ International, 53(2013), 1247-1254, 査読有
<https://www.isij.or.jp/journal/isijiinternational/>
- ② 「Fe-C-B合金におけるフェライト粒成長のピン止め効果」、及川貴文、榎本正人、鉄と鋼、97(2011), 584-591、査読有
<https://www.isij.or.jp/journal/tetsutohagane/>

[学会発表] (計2件)

- ① 「Fe-0.1C-0.09V合金における炭化物粒子のフェライト粒成長抑制効果」及川貴文、張 晶晶、榎本正人、足立吉隆、日本鉄鋼協会秋季講演大会、平成24年9月愛媛大学、愛媛
- ② “Distribution of carbide particles and its influence on grain growth of ferrite in Fe-C alloys containing B and V”, T. Oikawa and M. Enomoto, Proc. Int. Conf. on 3D Materials Science, eds. M. De Graef, H. F. Poulsen, A. Lewis, J. Simmons and G. Spanos, Seven Springs, Pennsylvania, USA, July 2012, TMS, pp. 107-112

[図書] (計0件)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

榎本 正人 (ENOMOTO MASATO)

茨城大学・工学部・教授

研究者番号：70241742