

Title	低炭素鋼における $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態の組織と結晶学的解析
Author(s)	畑, 顕吾
Citation	大阪大学, 2018, 博士論文
Version Type	VoR
URL	<a href="https://doi.org/10.18910/69574">https://doi.org/10.18910/69574</a>
rights	
Note	

*Osaka University Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

博士学位論文

低炭素鋼における  
 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の組織と結晶学的解析

畑 顕吾

2018年1月

大阪大学大学院工学研究科



# 目次

## 第 1 章 序論

1.1	本研究の背景	1
1.1.1	鉄鋼材料の高強度化と技術課題	1
1.1.2	鉄鋼の相変態と状態図	4
1.1.3	オーステナイトからフェライトへの相変態 ( $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態) の結晶学	7
1.1.4	フェライトからオーステナイトへの相変態 ( $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態) の結晶学	12
1.2	本研究の目的	17
1.3	本論文の構成	20
	第 1 章の参考文献	21

## 第 2 章 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態過程とフェライト-オーステナイトの結晶方位関係の *in situ* 測定

2.1	諸言	24
2.2	実験方法	26
2.2.1	ベース試料の作製方法	26
2.2.2	EBSD測定による高温 <i>in situ</i> 観察法	27
2.2.3	$\alpha \rightarrow \gamma$ 変態前の組織観察用試料の作製とTEM観察条件	28
2.2.4	EBSD測定法の原理と主な評価指標	29
2.3	実験結果	31
2.3.1	昇温過程における $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態前の組織のTEM観察	31
2.3.2	$\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイトとフェライトの結晶方位関係	34
2.3.3	$\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイト粒の成長界面の観察	44
2.3.4	表層とバルク内部での変態生成相の結晶方位の比較	48
2.3.5	高温 <i>in situ</i> 観察中の脱 Mn の影響	50
2.4	考察	51
2.4.1	フェライトから生成するオーステナイトの結晶方位関係の頻度	51

2.4.2 フェライトとオーステナイトの最密面と最密方向の方位差	55
2.5 まとめ	57
第2章の参考文献	59

### 第3章 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイト粒の3次元生成位置の特徴と結晶方位関係

3.1 諸言	60
3.2 実験方法	62
3.3 実験結果	63
3.3.1 3次元結晶方位測定に用いる熱処理材の組織	63
3.3.2 マルテンサイトからの3次元オーステナイト結晶方位の解析法の開発	66
3.3.3 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイト粒とフェライト粒との3次元結晶方位関係	75
3.4 考察	79
3.4.1 オーステナイト粒と隣接フェライト粒との結晶方位関係の特徴	79
3.4.2 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイトの方位選択の条件に関する考察	84
3.4.3 オーステナイトの核の形態の予測	87
3.5 まとめ	88
第3章の参考文献	90

### 第4章 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイト粒の粒界面方位と成長挙動

4.1 緒言	91
4.2 実験方法	92
4.3 実験結果	93
4.3.1 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイト粒と隣接フェライト粒の粒界面方位の解析	93
4.3.2 TEMによるフェライト-マルテンサイト粒界面の微細構造観察	103

4.4 考察	106
4.4.1 オーステナイトとフェライトの粒界面の面方位に関する考察	106
4.4.2 オーステナイトの粒界面方位と粒成長挙動の関係の考察	108
4.5 まとめ	110
第4章の参考文献	111
<b>第5章 総括</b>	<b>113</b>
<b>本研究に関する研究発表</b>	<b>117</b>
<b>謝辞</b>	<b>119</b>



# 第1章 序論

鋼の熱処理の加熱過程と冷却過程で現れる組織の形成を基礎的に理解するためには、フェライト相( $\alpha$ 相)とオーステナイト相( $\gamma$ 相)の間の相変態における相の生成と成長のメカニズムを明らかに必要がある。相変態に影響を及ぼす種々の因子のうち、母相と生成相の間の結晶学的関係は、界面のエネルギーや整合性を決定づけ、相の生成と成長の挙動に大きな影響を及ぼす因子である。この点から、相変態に伴う組織形成は結晶学な解釈が求められる。

序論では、鉄鋼材料の高強度化の流れと技術課題の中で、熱処理による鉄鋼材料の組織制御の重要性について述べるとともに、低炭素鋼系のフェライトとオーステナイトの相変態について、これまでに報告されている結晶方位関係の基礎的知見を整理する。

## 1.1 本研究の背景

### 1.1.1 鉄鋼材料の高強度化と技術課題

現代の社会において、人々の生活と産業の発展は、自動車、橋梁、ビルなどの様々な構造物によって支えられている。それらの大部分に用いられる構造用材料として、鉄鋼材料は不可欠な素材である。鉄鋼が構造用材料として多用される理由は、単に地球上に豊富に原料が存在し大量生産が可能な点だけではなく、多様な機械特性を持った製品が作り分けられる点にある。例えば、明石海峡大橋などの橋梁に使用されるケーブルワイヤーは、引張強度で 1800MPa に達する高強度を有し、かつ長年の使用に耐える優れた靱性を併せ持つ[1]。同じ鉄鋼材料でも、自動車の外板用パネル鋼板として用いられる IF(Interstitial Free)鋼は 300MPa 程度の比較的到低い強度であるが、深絞りに適した高い変形性能を有することで自在なプレス成型を可能とし、自動車の意匠性を高めている[2, 3]。これらの例が示すように、日本の鉄鋼業は、製鉄技術を駆使して適材適所の製品を製造し、時代ごとの社会の需要に柔軟に対応してきた。日本において近代製鉄業が創始して 100 年余りが経た今日においても、日本の鉄鋼業が国内外において需要を維持し、社会基盤の一角を支え続けているのは、この鉄鋼業における絶え間ない技術先進性の追究の結果に他ならない。

近年は、鋼の高強度化の需要の高まりから、特にマルテンサイトやベイナイトといっ



た硬質な組織を有効に活用することが求められている。高強度鋼板の開発については自動車用鋼板がその典型例である[4]。種々の自動車用鋼板の強度-伸びバランスを Fig. 1.1 に示す。鋼板の強度を発現するメカニズムとしては、固溶強化法、粒子分散強化法（析出強化法とも言う）、変態強化法が知られ、そのそれぞれに細粒化強化の機構も加わり複合的に材料組織制御が行われてきた。そして時代とともに求められる強度が増加するに伴って、主要な役割を果たす強化機構が変遷してきた。Fig. 1.1 において説明すると、軟鋼と呼ばれる 300MPa 級の IF 鋼[2, 3]から、炭素のひずみ時効を利用した BH (Bake Hardening) 鋼[3, 5]、そして、Mn や Si の溶質原子による固溶強化を利用した C-Mn 鋼、微細な Nb, Ti 炭窒化物による粒子分散強化を利用した HSLA (High Strength Low Alloy) 鋼[6, 7]へと推移し、とくに近年は変態強化法を利用した DP (Dual Phase) 鋼板やマルテンサイト鋼板[8-10]が開発されている。引張強度 1000MPa を超える鉄鋼材料の高強度化には、ベイナイトやマルテンサイトなどの硬質組織による変態強化法を利用することが不可欠である。

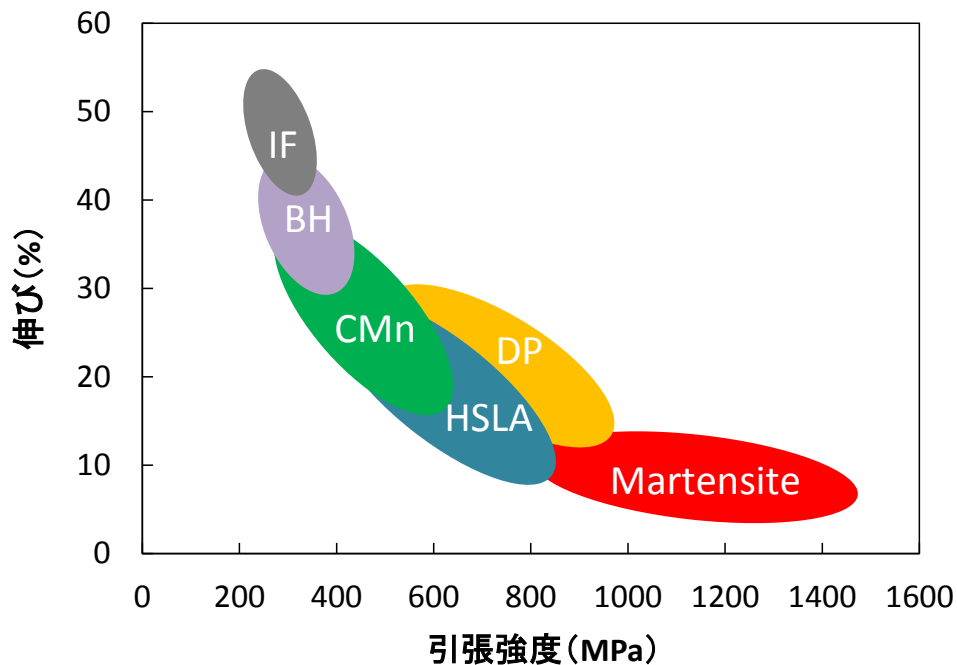


Fig. 1.1 異なる強化機構による種々の自動車用鋼板とその強度-伸びバランス(従来の種々のデータをもとに作成)

ところで Fig. 1.1 を見れば明確であるが、強度の増加とともに伸びは低下する。一般に鉄鋼材料は強度の上昇に伴い、延性だけでなく靱性、溶接性、耐水素脆性など様々な機能面の特性が低下していく傾向にある。構造用材料としての鉄鋼材料は、強度だけでなくこれらの種々の特性を高い水準で維持することが求められる。自動車用の高強度薄鋼板や鋼管などの厚鋼板は、そのような高い要求を満たさなければならない高強度鋼の最たる例である。これらの材料において強度と伸びなどの特性を両立するために多用される組織として前述の DP 組織が挙げられる。DP 鋼はフェライトを主体とする組織にマルテンサイトが分散した二相組織で構成されることが多い。マルテンサイトは、材料の強度を向上させるために必要であるが、プレス加工によって変形した際に割れの起点を発生させ易いことが知られている [12, 13]。したがって、DP 鋼は組織中にマルテンサイトを含めるだけでなく、その分散状態や形態、粒径といった二相組織の構成を適切に制御することが求められる。

鉄鋼材料の組織制御は、その熱処理や圧延工程において、高温へ加熱時の温度や時間、加工量、そして冷却速度などの種々の操業条件を調整することで実現される。すなわち相変態などの冶金現象の挙動を制御することが最重要課題である。その具体的な例として、建築用材料などに用いられる厚鋼板の熱間圧延工程では、厚さ数十 cm のスラブは加熱炉で 1000℃ 以上の高温に保持された後、熱間圧延されて厚さ数 cm の鋼板となり、その後、室温まで冷却される。このとき加熱炉に装入された高温のスラブはオーステナイトへ相変態しており、その状態で熱間圧延され、温度と加工度を調整することでオーステナイトの粒径や加工状態が変化し、さらにその後の冷却過程で起こるフェライトへの相変態挙動を冷却速度によって変化させることで、最終的な厚鋼板の最適組織を形成させる。この組織の違いによって、厚鋼板の特性が種々に変化する。歴史的にはオーステナイトの状態での加工熱処理に立脚した厚鋼板の組織制御技術として TMCP プロセス (Thermo-Mechanical Controlled Process) が挙げられる。1980 年代に確立されてその後の組織制御法に革新的な発展を与えたが、その技術は現在も様々に改良が加えられて発展している [14, 15]。この技術は、熱間圧延中のオーステナイトの転位の回復を抑制して、未再結晶状態のオーステナイトを維持した状態から冷却を行うことを骨子とする組織制御法である。このプロセスによって製造される厚鋼板は、未再結晶オーステナイトからの加速冷却中に起こる相変態の駆動力とフェライトの核生成サイトが増加することで冷却後の組織に極めて微細なフェライト結晶粒を生成し、厚鋼板の強度と靱性を飛躍

的に向上することに成功している。このように高温におけるオーステナイトの状態制御は、鉄鋼材料の組織設計概念において重要な位置づけにある。

薄鋼板、棒鋼、線材、鋼管などの鉄鋼製品においても、その製造工程において熱処理が行われ、オーステナイトとフェライトの間の相変態を経て組織が制御されている。今後、我が国の技術先進性がさらに求められ、競争力を増大していかなければならない 780MPa 以上の薄板ハイテン群、また溶接性も含めて実用化の幅を広げていかなければならない 600MPa 以上の高強度厚板群、さらには 80000psi (552MPa) 以上の高強度鋼管群の開発において、これらの鉄鋼材料の高強度化技術を支える基礎科学技術に立脚した新たな知見が要望される。マルテンサイトの組織は高温状態の母相の形態や分布に起因することは言うまでもなく、昇温過程におけるフェライトからオーステナイトへの相変態挙動のメカニズムを究明することは、鉄鋼製品の組織形成と特性制御のための根幹となる基礎技術課題である。

### 1.1.2 鉄鋼の相変態と状態図

フェライトとオーステナイトの間の相変態は、状態図の理解から始まる。Fig. 1.2 は熱力学計算ソフト、Thermo-Calc を用いて作成した鉄-セメンタイト状態図である。Thermo-Calc とは計算状態図法 (Calphad 法) に基づく熱力学計算ソフトウェアの 1 つであり、熱力学モデルをもとに種々の状態変数の関数として各相のギブスエネルギーを記述し、既知の実験データを用いてコンピュータにより熱力学的に解析することで、状態図を計算するソフトウェアである。熱力学モデルの範囲内であれば、多元型や高温・低温領域を幅広く計算可能であり、種々の化学成分の合金を検討するうえで利便性が高く、研究や材料開発において広く用いられている。

純鉄の安定相は Fig. 1.2(a) に示すように室温において BCC 構造を持つフェライト相 ( $\alpha$  相) であり、高温の 911°C 以上では、FCC 構造のオーステナイト相 ( $\gamma$  相) である。さらに 1396~1538°C の高温域には BCC 構造を持つ  $\delta$  相の安定温度域が存在する。鉄に炭素が添加されると安定相と相平衡が変化する。フェライト相に固溶可能な最大の炭素量は 727°C での 0.02mass% C であり、固溶限を超える炭素はセメンタイトとして析出する。したがって、室温の安定相はフェライトとセメンタイト ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ;  $\theta$ ) である。727°C 以上にはオーステナイト相が生成し始める温度域が存在し、炭素添加量が 0.78mass% 未満の亜共析鋼の場合は、フェライトとオーステナイトの 2 相が平衡し、0.78mass% C 超の過共析

鋼の場合はセメンタイトとオーステナイトの2相が平衡する温度域が平衡する。構造用の鉄鋼材料は、加工性や靱性を確保するため一般に0.78mass%Cまでの亜共析鋼が用いられることが多く、硬さや耐摩耗性を必要とする工具鋼は過共析鋼が多い。

亜共析鋼の領域を拡大した状態図を Fig. 1.2(b) に示す。同図の炭素濃度の低い領域にはフェライト相の固溶体領域も確認できる。炭素を0.02mass%以上含有する鋼の熱処理においては、昇温によって727°Cに達すると、フェライトとセメンタイトの組織からオーステナイト相への相変態が起こり、オーステナイトへの変態が完了する温度まではフェライトとオーステナイトの2相が平衡する。

熱処理で、鋼を加熱し高温でオーステナイトを生成させた後、冷却過程において再びオーステナイトからフェライトへ相変態するときの冷却条件によって、フェライト、パーライト、ベイナイト、マルテンサイトといった組織が現れる。これらの連続冷却中の炭素鋼の相変態挙動と生成組織には冷却速度が大きく影響を及ぼし、オーステナイトからの冷却速度が遅く鉄と炭素が高温で十分に拡散する時間がある場合は、拡散変態が

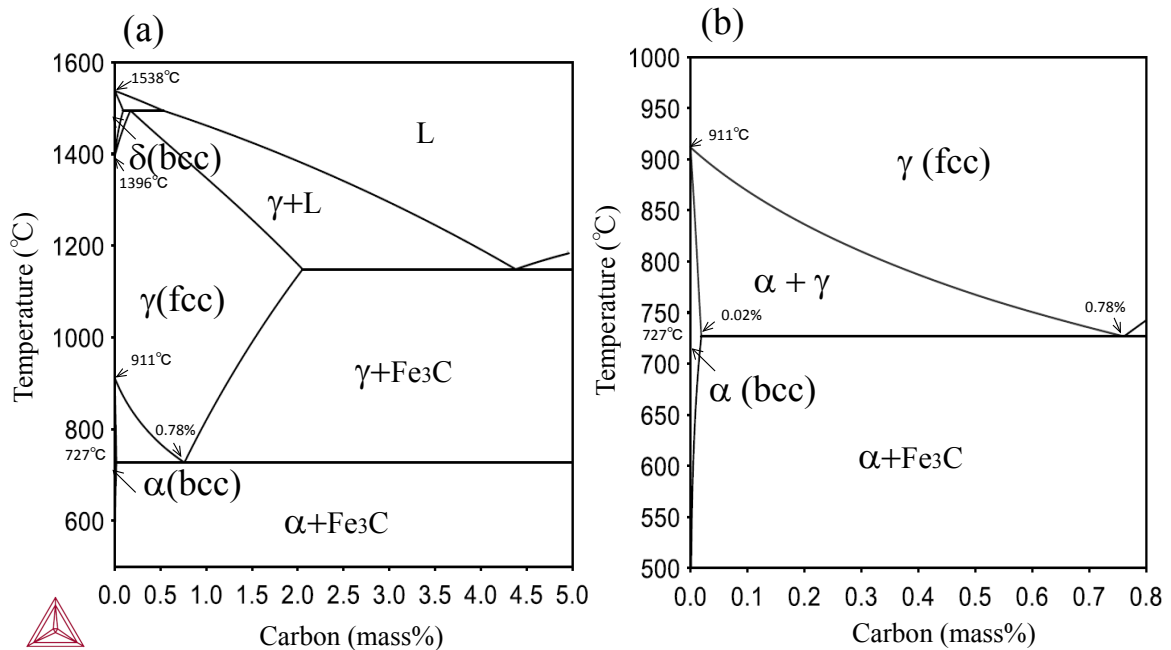


Fig. 1.2 Thermo-Calc を用いた平衡計算 (熱力学データベース TCFE7 を使用)

(a) 鉄-セメンタイトの状態図

(b) 炭素濃度 (0~0.8mass%) と温度 (500~1000°C) の領域

起こってフェライトとパーライトからなる組織が生成する。冷却速度が速くなり、フェライトやパーライトが生成するのに必要な時間が経つ前に低温に冷却すると、オーステナイト状態のまま相変態が起きない状態で温度が低下していくが、これを過冷現象という。オーステナイトが過冷されて鉄や炭素の拡散が起こりにくくなる温度まで冷却されると、鉄と炭素の長距離拡散を伴わない無拡散相変態が起こり、マルテンサイトが生成する。このマルテンサイトが生成し始める温度は  $M_s$  点と呼ばれている。このように冷却過程における相変態では、過冷却によってオーステナイト状態のまま低温へ冷却することができ、それに伴って鉄および炭素原子の拡散、無拡散の違いに起因して多様な組織が生成する。

一方、熱処理の加熱過程ではフェライトからオーステナイトへの相変態が起こる。加熱過程においても加熱速度を速くすることによって相変態の開始温度が上昇する過熱現象が確認されているが、その温度上昇幅は冷却時の過冷現象の場合よりも小さい。この炭素鋼の  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態は、特殊な条件の場合を除いて無拡散変態は起こりにくく、一般に拡散変態である。

このオーステナイトは冷却過程における  $\gamma \rightarrow \alpha$  変態の出発組織であり、その状態の違いによって相変態の挙動が左右され、鉄鋼製品の組織に大きく影響する。したがって、鋼材をフェライトとオーステナイトの2相共存温度へ加熱したときに生成するオーステナイト粒の分散状態や形態によって、その後の焼入れ時に生成するマルテンサイトの状態が大きく影響を受ける。近年は、鉄鋼材料の高強度化のみならず、伸びや靱性といった機能面の特性をさらに向上させることが求められ、マルテンサイトやベイナイトの組織に占める分率だけでなく、その形態やサイズ、分散状態の制御も重要視されてきている。このことから、単に  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態で生成するオーステナイトの分率を制御するだけでなく、その生成や成長の過程に着目する必要がある。これらの組織の状態を制御するための重要な因子は、フェライトとオーステナイトの間の結晶学的な関係である。なぜならば、母相フェライトと生成相のオーステナイトとの結晶学は、界面のエネルギーや整合性を決定づけ、相変態の組織形成に大きな影響を及ぼすためである。このような観点から、相変態の組織形成メカニズムを明らかにするためには結晶学的な影響を明らかにする必要がある。

### 1.1.3 オーステナイトからフェライトへの相変態 ( $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態) の結晶学

フェライトと母相オーステナイトの結晶学的関係は、相変態の機構と密接に関係しており系統的に研究されている。本節では、大きく拡散変態と無拡散変態に分類して、オーステナイトとフェライトとの結晶学的な関係についての従来知見を整理する。本研究の主題としている  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態のときも同様であるが、拡散変態における結晶方位関係は無拡散変態時のマルテンサイト変態の結晶学の知見を用いて議論されることが多い。これは、鋼の結晶学は無拡散変態で生じるマルテンサイトとその母相オーステナイトとの結晶学的関係において詳細に解明され、その研究で見出された方位関係が拡散変態においても同様に観察されていることによる。そこでマルテンサイト変態に関する結晶学について述べ、その後、拡散変態と対比する。

マルテンサイト変態は、オーステナイトを焼入れることで起きる鉄と炭素の長距離拡散を伴わない無拡散変態である。マルテンサイトと母相オーステナイトの間の結晶学的関係については、古くから研究がなされてきた[16]。その初期の研究においては、マルテンサイト変態温度 ( $M_s$ ) が室温付近にある合金系を用いることで、マルテンサイト変態の組織変化を室温付近で観察可能とし、その顕微鏡観察による表面起伏の観察[17-21]や、X線回折測定による結晶学的解析[22, 23]に基づいて、母相オーステナイトとマルテンサイトとの結晶学的関係が研究された。

鉄のオーステナイトの FCC 構造からマルテンサイトの BCT 構造への格子変化に関して、1924 年に Bain[24]によって 1 つの格子対応が提案された。その機構を表す模式図を Fig. 1.3 に示す。マルテンサイトの体心正方格子 (BCT) は母相の面心立方格子 (FCC) に対して Fig. 1.3(a) に示すように、1 つの軸に沿う格子の収縮 (図中の  $x'_3$  軸) と他の 2 つの軸 (図中の  $x'_1$  軸と  $x'_2$  軸) に沿う膨張によって作られる。この格子変形に基づくオーステナイトからマルテンサイトへの格子変化は、マルテンサイト変態の現象論において論じられているように、原子の連携的移動によるシアを伴うことが示されている。

Bain の格子対応は、相変態前後の 2 つの結晶格子の間における結晶方位や結晶面の対応関係を表している。例えば、方向に関して  $[001]_\gamma$  は  $[001]_\alpha$  に、 $[1\bar{1}0]_\gamma$  は  $[100]_\alpha$  に対応することが分かり、結晶面に関しては  $(111)_\gamma$  は  $(011)_\alpha$  に対応することがわかる。この対応関係は、母相 (FCC) と生成相 (BCT) の間の特定の結晶面や結晶方位の平行関係を表したものである。両相の特定の結晶面や結晶方位の平行関係 (結晶方位関係) は、次に述べる X 線回折を用いた研究の中で明らかになった。

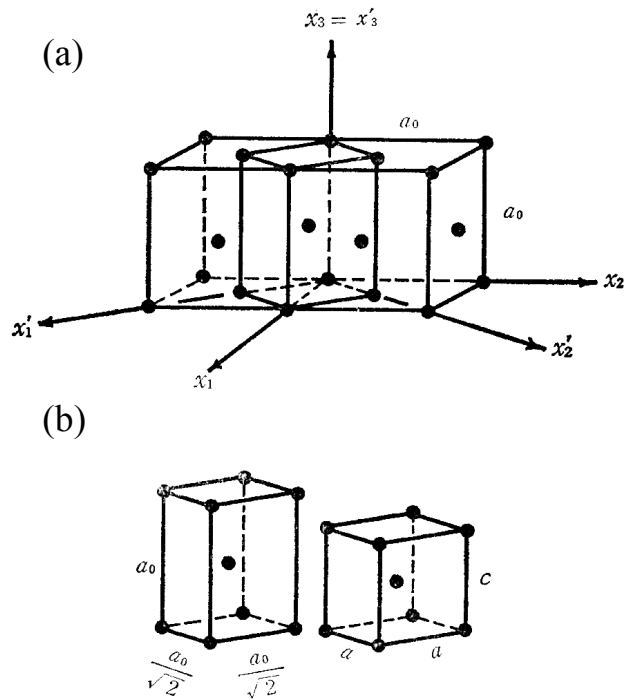


Fig. 1.3 鉄合金における FCC と BCC の格子対応と格子変形[24]  
 (a)FCC と BCC の格子対応、(b)FCC から BCC への格子変形

Kurdjumov と Sachs は、Fe-1.4mass%C 合金を用いて、母相オーステナイトから変態するマルテンサイト相を X 線振動法により測定し、そのラウエ斑点の解析から両相の間に次の結晶学的な平行関係が満たされることを見出した[22]。

$$\text{K-S relationship: } (111)_{\gamma} // (011)_{\alpha}, [0\bar{1}\bar{1}]_{\gamma} // [1\bar{1}\bar{1}]_{\alpha} \quad (1. 1)$$

このマルテンサイト変態における結晶方位関係は、Kurdjumov-Sachs の関係 (K-S 関係) と呼ばれている。マルテンサイトと母相オーステナイトの晶癖面は炭素量に依存して  $\{225\}_{\gamma} \sim \{259\}_{\gamma}$  と報告されていて、この関係を満たすマルテンサイト変態は炭素鋼(低炭素  $\sim 1.4\text{mass}\% \text{C}$ )、Fe-Ni 合金 (28mass%Ni 未満)、Fe-Cr-Ni 合金 (17 $\sim$ 18mass%Cr、8 $\sim$ 9mass%Ni) など観察される [25-28]。また合金鋼のマルテンサイトに関しては、Nishiyama によって Fe-30 mass%合金および Fe-32.5 mass%Ni 合金が研究され、X 線回折法を用いた実験によって、次の Nishiyama (N) の関係が見出された [16, 23]。

$$\text{N relationship: } (111)_{\gamma} // (011)_{\alpha}, [\bar{1}\bar{1}2]_{\gamma} // [0\bar{1}\bar{1}]_{\alpha} \quad (1. 2)$$

このとき、Fe-32.5 mass %Ni 合金の晶癖面は $\{259\}_\gamma$ と報告され[19]、N 関係を満たすマルテンサイト変態は、主に Fe-Ni 合金(28%Ni 以上)で観察されている[29, 30]。

K-S 関係と N 関係におけるオーステナイトとフェライトの結晶格子の平行関係を表した図を Fig. 1.4 と Fig. 1.5 にそれぞれ示す。Fig. 1.4 の K-S 関係においては、オーステナイトとフェライトの $(111)_\gamma$ と $(011)_\alpha$ が平行関係にあり、さらに方向に関しては $[10\bar{1}]_\gamma$ と $[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$ の平行関係が示されている。Fig. 1.5 に示した N 関係においては、同様に $(111)_\gamma$ と $(011)_\alpha$ が平行関係にあるが、 $[11\bar{2}]_\gamma$ と $[01\bar{1}]_\alpha$ が平行関係となる点が異なる。

オーステナイトと結晶方位関係を満たして生成するマルテンサイトの結晶には、結晶学的に等価な結晶方位のものが複数存在する。それらは兄弟晶（バリエント）と呼ばれており、K-S 関係には 24 種類のバリエント、N 関係には 12 種類のバリエントが存在する。K-S 関係、および N 関係におけるバリエントの方位を 001 極点図上に図示したものを Fig. 1.6(a), (b) に示す。同図で、母相オーステナイトの 001 極は極点図の X 軸、Y 軸、Z 軸に一致させて表示した。また、バリエント番号は Morito ら[31]の定義に従った。マルテンサイトの結晶方位の特徴は、母相オーステナイトと特定の結晶方位関係(K-S 関係または N 関係)を満たすことで、同図中に示されるバリエントの方位を持つことである。このように 1 つのオーステナイト粒から生成するマルテンサイトの結晶方位が、24 または 12 種類の結晶方位に限定されることは、マルテンサイトの力学特性に影響を及ぼす重要な性質であるとともに、第 3 章で述べる旧オーステナイト方位への逆解析を可能とする基本原理となっている。また、K-S 関係と N 関係の間でバリエントの結晶方位を比較すると、両者に近い結晶方位のバリエントがあることが判る。例えば Fig. 1.6 の K-S 関係の V1 や V4 の 2 つのバリエントと N 関係の V1 のバリエントは方位が近く、これらは僅か  $5.3^\circ$  の方位差の違いで区別される。このように、K-S 関係と N 関係は非常に近い方位関係を規定している。





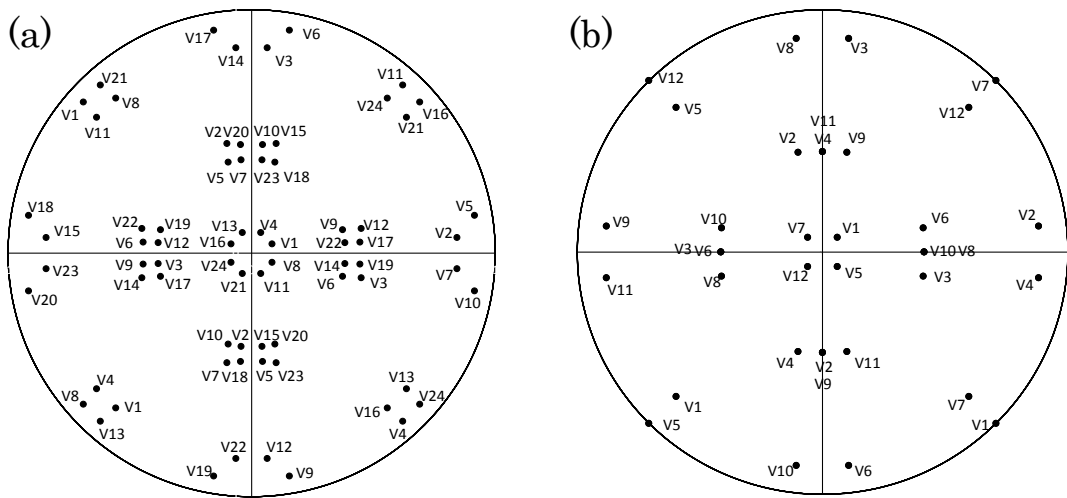


Fig. 1.6 バリエントの結晶方位の001極点の投影図 (a)K-S関係、(b)N関係  
 (母相オーステナイトの $\langle 001 \rangle_\gamma$ は極点図のX軸、Y軸、Z軸と平行  
 図中のK-Sバリエントの番号はMoritoら[31]の定義に従っている。)

K-S関係とN関係は、元々マルテンサイト変態（無拡散変態）において見出された結晶方位関係であるが、その後の種々の研究で拡散変態で生じるフェライト（ベイナイトおよびパーライト内のフェライトも含む）と母相オーステナイト間にも、しばしばK-S関係を満足する方位関係が成立することが見出されている[32-36]。

Kingら[32]は、Fe-0.47mass%C合金について、オーステナイトからの冷却過程におけるフェライトの生成と成長を発散X線法で得られるKossel像の解析により測定した。オーステナイト粒界から生成するWidmanstätten ferriteは母相オーステナイトとの間に、一つの面でK-S関係を持ち、別の面ではN関係を持つと報告した。さらにWidmanstätten ferriteの針状結晶粒が成長するとき、N関係の界面が移動することを観察した。

Miyamotoら[33]は、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態途中の状態で焼入れた組織を電子後方散乱（Electron back-scatter diffraction; EBSD）法により測定し、冷却過程で粒界に生成したフェライトの結晶方位関係を解析するとともに、結晶方位関係がフェライトの成長方向に及ぼす影響を考察した。冷却過程でオーステナイト粒界から生成する初析フェライトの方位は、粒界の片側の母相オーステナイトとK-S関係を満たすが、別の片側は決まった方位関係を持たないと報告している。観察された焼入れ組織において、フェライト粒の形状はK-S関係を持たない粒界側が、 $\gamma$ 粒界から大きく張り出した形状であることが示された。

これらの研究で観察されたように、拡散変態における母相オーステナイトと生成相フェライトの間においても、K-S 関係ならびに N 関係を満たすことが報告されている。これらの相変態は、無拡散変態とは異なる機構による相変態にもかかわらず、同様の結晶方位関係が観察されることは興味深い点であるが、拡散変態においては結晶学的にエネルギーの低い界面での結晶の生成やその成長を選択することが示唆されている [37-40]。そこで本研究では、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態時に現れるフェライト粒とオーステナイト粒との間の結晶方位関係を研究すると共に、新たに 3 次元の結晶方位解析技術を開発して、その界面構造の 3 次元的な結晶学的知見を研究する道を開くことを目的の一つとしている。

#### 1.1.4 フェライトからオーステナイトへの相変態 ( $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態) の結晶学

高温で起こる鋼の  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の過程を測定するには、実験方法の面でも条件の工夫や特殊な実験設備が必要になることが多く測定技術の進歩が欠かせない。その研究手法には、加熱装置を備えた測定装置(顕微鏡や X 線装置)を用いることや、オーステナイトが室温で残留する合金を用いて組織観察を行う方法が挙げられる。また、高温のオーステナイトの状態を推定するための簡便な実験手法として、直接オーステナイトを観察するのではなく、高温でオーステナイトが相変態した状態で鋼を焼入れ、マルテンサイトへ変態した組織を解析することで、マルテンサイトの形状や分布から焼入れ前のオーステナイトの状態を推定する方法も用いられている [41, 42]。

$\alpha \rightarrow \gamma$  変態では、昇温前の初期組織はフェライト・パーライトやベイナイト、マルテンサイトであり、それぞれ母相フェライト粒の形状やセメンタイトの分散状態、炭素の固溶状態が異なることで、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態時のオーステナイトの生成と成長の挙動に影響を与える。このように初期組織が多様な状態で始まる点は  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の特徴の一つである。この点に着目して  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の組織形成に及ぼす初期組織の影響を系統的に分類した検討がなされている [43-46]。

Speich ら [43] は、炭素含有量が種々に異なる 3 種類の鋼 (Fe-4ppm C 合金、Fe-0.013mass%C 合金、Fe-0.96mass%C 合金) をレーザー加熱によってフェライトとオーステナイトの 2 相共存温度に昇温した後に焼入れ、その組織中のマルテンサイトを観察することによって、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態で生成したオーステナイトの状態を推定する実験を行った。実験に用いたこれら 3 種類の鋼は、炭素添加量の違いから  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態前の炭素の固溶量と析出状態が種々に異なり、その違いによるオーステナイトの生成挙動の変化を観察し

ている。Fe-4ppm C 合金の昇温前の組織はフェライトの多結晶組織からなり、炭素の含有量が非常に少なく組織中にセメンタイトは含まれず、フェライト中の固溶炭素量も非常に少ない状態である。その昇温過程においては、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態で生成するオーステナイトはフェライトの結晶粒界に生成し、その形状はフェライトの粒界から粒内方向へ成長する鋭い針状の形態であった。Fe-0.013mass%C 合金の昇温前の組織はフェライトの多結晶組織で、こちらもほとんどセメンタイトを含まないが、フェライト中の固溶炭素の効果を考える必要がある。この合金を昇温し  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態が起こった時のオーステナイトの生成サイトはフェライトの粒界 3 重点であり、その形状は塊状であった。また高炭素系となる Fe-0.96mass%C 合金の初期組織はフェライトと球状化したセメンタイトの混合組織である。この合金の  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態では、オーステナイトはフェライト粒界上に存在するセメンタイト粒子の近傍から生成した。この合金について、TEM を用いて微視的な観察を行いオーステナイトはフェライト粒界とセメンタイト粒子の接点から生成することを観察している。このように、変態前の初期組織における炭化物( $\theta$ )の析出や炭素の固溶の状態によってオーステナイトの生成サイトや形態が大きく影響を受けることは、本研究との比較においても興味深い。

Yang ら [45, 46] は、フェライト-パーライト組織からなる冷延された低炭素鋼 (Fe-0.08%C-1.45%Mn-0.21%Si 合金 (mass%)) を種々の温度へ加熱した後、直ちに焼入れた鋼の組織を観察し、加熱過程における組織変化を観察した。冷延板を 675°C 以上に加熱し焼入れた組織には再結晶フェライトが現れ、それと共に球状化したセメンタイトが観察された。さらに 760°C に昇温して焼入れた組織には、粒界上に存在する非常に微小なセメンタイトの近傍にマルテンサイトが観察されたと報告した。この観察から、冷延板の加熱過程においては 675°C までにフェライトの再結晶が起こり、その後 760°C に加熱すると  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態が起きて、フェライトの粒界上のセメンタイト近傍でオーステナイトが生成したと考察した。Yang らの研究は冷延鋼板の連続焼鈍を想定して、フェライトの再結晶から相変態に至るまでの組織変化を観察した点で工業的にも重要である。

これらの報告が示すように、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態におけるオーステナイトの生成と成長は鋼の成分や初期の組織におけるフェライト粒界とセメンタイトの分散状態によって異なる挙動を示す。固溶炭素が含まれる鋼の場合は、オーステナイトの生成サイトはフェライトの粒界 3 重点や粒界、あるいはフェライト粒界上に析出したセメンタイトを起点に起こることが種々報告されている。また通常の低炭素系の冷延鋼板の加熱過程では、フェラ

イトの再結晶が起こり、その後オーステナイトが変態すると報告されている。本研究においては、これらの結果を踏まえ実際に近い3次元での相変態現象の解明を行う。

近年、EBSD法による組織の結晶方位マッピング技術の発達によって、組織の結晶学的解析手法が大きく発展し、鋼の $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイトと母相フェライトの間の結晶学的関係についても研究が始まっている[47-50]。なかでも最近マルテンサイトからオーステナイトへの変態に関する研究が関心を集めている。この変態現象が注目される理由の一つは、マルテンサイトから生成するオーステナイトの結晶方位に特殊なバリエーションが現れることである。以下に2つの研究例を示す。

Haraらは、炭素および合金元素の添加量が種々に異なる低炭素鋼を用いて、マルテンサイトの昇温過程における $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態を観察した[49]。種々の低炭素鋼はその化学成分と試料の前処理でサブゼロ処理や焼戻し熱処理を施すことで、熱処理前のマルテンサイト組織に含まれる残留オーステナイト分率がそれぞれ異なるようにした。このようにして初期組織に含まれる残留オーステナイトの量を系統的に変えて、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態の挙動を検討した。初期のマルテンサイト組織の残留オーステナイトは、Fig. 1.7にその一例を示すようにEBSD測定による相分率測定によって確認している。Fig. 1.7(a)の初期のマルテンサイト組織のSEM観察像には明瞭なラス組織が確認でき、Fig. 1.7(b)にはマルテンサイトのラス間に存在する残留オーステナイトの局所的な分布形態を示している。

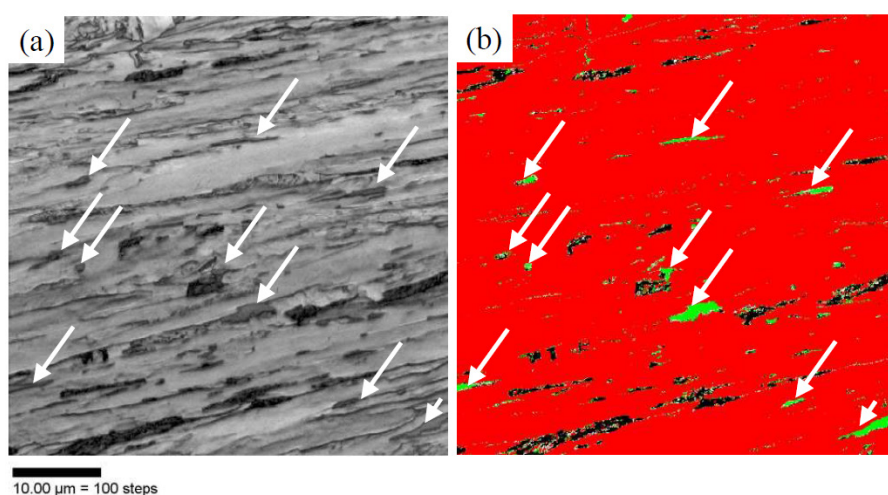


Fig. 1.7 熱処理前組織のマルテンサイトとラス間の残留オーステナイトの EBSD 測定結果 [49] (Fe-0.05%C-0.1%Si-1.9%Mn-0.49%Ni-0.29%Cr-0.30%Mo 合金 (mass%))  
(a) マルテンサイト組織の SEM 像 (b) 同組織の EBSD 測定による相マップ  
(赤はマルテンサイトの領域、緑はオーステナイトの領域を示す)

残留オーステナイト量が種々に異なるマルテンサイト組織を加熱し、オーステナイトに変態した後に焼入れた組織を観察した結果から、初期のマルテンサイト組織に残留オーステナイトが多く含まれていた場合は、オーステナイト単相域に加熱後に非常に粗大なオーステナイト粒となり、その粗大粒からマルテンサイト変態が起きたことが示された。この理由は、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態においてマルテンサイトのラス間から共通の結晶方位を持ったオーステナイト粒が生成したためであると考察している。その観察例を Fig. 1.8 に引用する。Fig. 1.8(a) は 750℃へ加熱してから焼入れた組織であり、オーステナイトの生成は観察されていない状態である。この組織を 800℃の  $\alpha-\gamma$  の2相共存温度に昇温し、組織の一部にオーステナイトが生成した状態で焼入れた組織を Fig. 1.8(b) に示す。

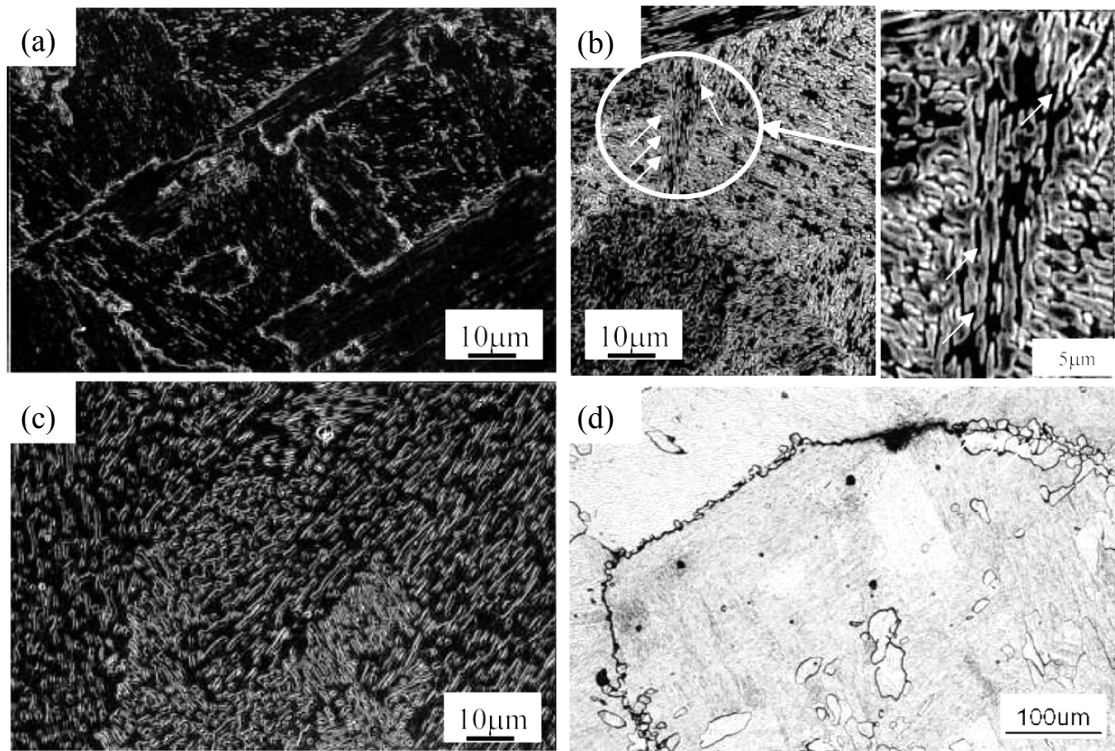


Fig. 1.8 熱処理の途中からの焼き入れ組織の光学顕微鏡による観察結果[49]

(Fe-0.05%C-0.1%Si-1.9%Mn-0.49%Ni-0.29%Cr-0.30%Mo 合金 (mass%))

(a) 初期組織を 750℃に昇温した後、焼入れた組織

(b) 初期組織を 800℃の  $\alpha-\gamma$  の2相共存温度に昇温した後、焼入れた組織

(c) 初期組織を 850℃の  $\alpha-\gamma$  の2相共存温度に昇温した後、焼入れた組織

(d) 初期組織を 900℃の  $\gamma$  単相温度に昇温した後、焼入れた組織 (光顕)

この組織において、同図中に白色の矢印で示されているようにマルテンサイトのラス間に主にオーステナイトからなる MA (Martensite austenite constituent) が多数確認された。Fig. 1.8(c) に示すように 850°C へ加熱し焼入れた組織には、互いに連結した MA が観察され、それらの間に粒界は確認できなかった。すなわち、昇温で生成した複数のオーステナイト粒 (MA) がそのまま成長し合体しており、それらは互いに近い方位だったと考えられる。Fig. 1.8(d) には 900°C へ加熱したときの組織を示すが、組織内には直径約 500  $\mu\text{m}$  の非常に粗大な旧オーステナイト粒のマルテンサイト組織が観察された。この 900°C のオーステナイト単相の温度域へ加熱した際に現れた粗大なオーステナイト粒は、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態でオーステナイトがラス間から生成したときに共通の結晶方位を持つため、その衝突と合体によって非常に粗大なオーステナイトとして生成したと考察している。一方、同じ鋼材を 550°C で熱処理して MA を分解させてセメンタイト主体としたうえで加熱した場合には、細粒のオーステナイトが現れた。これは、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態で生成するオーステナイトはランダムな結晶方位で生成し、それらの合体が起こらなかったためと考察した。Hara らの観察結果は、初期組織中に残留オーステナイトが存在する場合に現れる、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の特徴的な現象を明らかにしたものである。この研究は我々と同じグループでの研究例であり、セメンタイトや残留オーステナイトの有無による  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の特徴を調べたものであり、図面を引用してここで取り上げた。本論文は、このような過去の背景も含め、セメンタイトや残留オーステナイトを極力含まない系を選択して、その  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態に関する本質的な結晶学的知見を得ようとするものである。

Nakada ら [47, 48] は、Fe-13%Cr-6%Ni (mass%) 合金の昇温過程において、極低炭素マルテンサイト組織から生成するオーステナイトの組織形態と母相との結晶方位関係を解析した。この研究においては炭素の含有量を極微量に抑えた合金を用い、さらに試験前に長時間の焼ならし熱処理を施して試料を準備することで、加熱前の初期組織に残留オーステナイトやセメンタイトが存在しないようにしている。このようなマルテンサイトを昇温した時、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態のオーステナイトは初期のマルテンサイトの旧オーステナイト粒界やパケットやブロック境界において生成し、その中でもラス間から生成した複数のオーステナイト粒は、ほぼ同一の結晶方位で変態することを示した。これは Hara らが観察した  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態と類似した現象である。変態で生成するオーステナイトの結晶方位は母相との間で K-S 関係を満たすとともに、変態に伴う弾性ひずみエネルギーの寄与によって特定のバリエーションが優先選択され、同一の結晶方位のオーステナイトが現れると考

察している。しかしながら、この熱処理試験においても初期の組織にきわめて微小な残留オーステナイトが存在していた可能性は残ると指摘していて、マルテンサイトからの  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態に伴うオーステナイト方位の決定メカニズムはまだ議論が続いている。

EBSD 測定を活用した  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の結晶学的研究には、ほかに Li ら [50] によるパーライトでの  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態に関する研究などがあり、また TEM 観察での菊池線を用いたステンレス鋼の  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態における結晶学的関係の解析も行われている [51-53]。近年は、高温 *in situ* 測定技術を用いて  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態過程における組織と結晶方位の変化を直接測定する研究も幾つか報告されている [54-57]。その内容については第 2 章にて述べる。また変態集合組織の研究では、 $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$  に伴う集合組織のメモリー効果が報告されていて、この現象を説明するバリエーション選択則を研究する中で、フェライトとオーステナイトの結晶学的な関係が議論されている [58-60]。 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態のオーステナイトのバリエーション選択則に関してもまだ統一的な結論は得られていない [61-63]。

$\alpha \rightarrow \gamma$  変態に関する数々の研究で観察されているように、炭素鋼の  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態において生成相のオーステナイトは母相フェライトの 3 重点および粒界において核生成することが示されている。一般に加熱過程での  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の結晶方位関係は、冷却過程の  $\gamma \rightarrow \alpha$  変態と同様に、生成相と母相の結晶粒との間で何らかの特定の方位関係が成り立つ場合が多いと認識されている。オーステナイトと母相フェライトの結晶学的関係がオーステナイトの組織形成に大きな影響を及ぼす要因の 1 つである。

## 1.2 本研究の目的

本序論においては、鉄鋼製品の材料組織制御法と結晶学の関わりについて述べた。鉄鋼製品の組織制御においてオーステナイトは重要な組織であることから、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態のメカニズムを基礎的に解明することが求められる。とくに高強度鋼においてはマルテンサイトやベイナイトの制御のために、変態前の母相となるオーステナイトの生成と成長挙動が深く関わっている。拡散変態でオーステナイトが生成するときの母相フェライトとの結晶学的関係は、生成界面のエネルギーやその整合性との関係に基づくと思われるが、これらを直接的に計測する技術はまだ存在しない。今後は計算科学の発展により、これらの界面エネルギーに対する新しい評価法も見いだされるかもしれないが、現状では、その界面エネルギーや整合性に対する基礎事実を提供する結晶学の立場から、変態



の過程を研究することが重要である。

これまでの従来研究に対して、不明なまま残っている課題を幾つか列挙する。 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態でオーステナイトが生成する時、隣接する複数の母相フェライト粒との結晶方位関係が明らかになっていない。前節で例示したように $\alpha \rightarrow \gamma$  変態においてオーステナイトの生成は母相フェライトの粒界で起こると考えられるが、その時にオーステナイトは複数のフェライト粒と隣接している。これまで1つの母相フェライトとの結晶方位関係が着目されてきたが、複数のフェライト粒の間の方位関係を総合してオーステナイトとフェライトの結晶方位関係を議論した例はない。また $\alpha \rightarrow \gamma$  変態における現象には、マルテンサイトからオーステナイトへの変態の場合に一部見られるように、共通な結晶方位を持つオーステナイトに変態することや、 $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$  変態における集合組織のメモリー効果があり、これらの現象は母相フェライトとの結晶方位関係の影響を受けていることが示唆される。これらの現象に関わるオーステナイトの特定方位への変態挙動を明らかにするためには、最も基礎的なフェライトからのオーステナイトの生成に着目し結晶学的関係を解明することが求められる。

次に、オーステナイトとフェライトの粒界面の整合性やエネルギー的安定性は、オーステナイトが成長するときの界面の易動度に影響するため、オーステナイトの組織形成に大きく関わる重要な結晶学的因子であるが、粒界面の面方位は実験的に測定するのは困難であり、界面状態は明確になっていない。特に結晶方位関係に関連して従来は2次元での解析が主体であったが、実際の結晶が3次元であることを考えると、複数の母相フェライト粒の間で形成する界面の特徴を3次元的に解析する必要がある。

本研究は、特に高強度化が望まれている低炭素鋼を対象に、再結晶フェライトからの $\alpha \rightarrow \gamma$  変態過程におけるオーステナイトとフェライトの結晶学的関係を明確にすることを通して、オーステナイト粒の生成と成長のメカニズムを明らかにすることを目的とする。結晶学的関係を明確化するうえでは、広範囲の組織の結晶方位情報に基づく統計的な評価が求められる。そのためEBSD法を用いた結晶方位測定を主な実験手法とした。特に新しい実験手法として、近年開発された高温 *in situ* 観察法および3次元組織解析の技術は、本課題を遂行するにあたって非常に有用である。これらの技術はまだ高温組織の結晶学的解析のための実験上のノウハウの蓄積や、結晶方位解析の技術が十分に確立されていない段階であり、その課題点も含め、本研究では低炭素鋼の加熱過程において起こる $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の組織の特徴を測定するための実験手法の開発から取り組んだ。また、

EBSD法の空間分解能は界面の微細組織の把握に十分ではないことから、透過電子顕微鏡(TEM)観察を併せて用いる。具体的には、次の3つの実験により検討した。

第一に、低炭素鋼の加熱過程において $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態によって生成するオーステナイトと母相フェライトの結晶方位関係を直接的に測定するため高温 *in situ* EBSD測定を行う。さらに、昇温に伴うオーステナイトの成長過程を測定し、結晶方位関係がオーステナイトの成長挙動に及ぼす影響を明らかにする。また、炭素鋼の高温 *in situ* 測定による相変態挙動の観察について、その実験的妥当性を検討する。

第二に、オーステナイトの形成過程のメカニズムを明らかにするために、その生成サイトを3次元的に明確にする。このことから、FIB(Focused Ion Beam)シリアルセクションング法による3次元結晶方位測定を実施する。高温において直接的にフェライトとオーステナイトの3次元組織を測定することは困難であるので、新しい着眼点として、熱処理実験において鋼を昇温して、オーステナイトへ変態した初期の状態から焼入れし、そのオーステナイトがマルテンサイトにK-S関係を満たして相変態を起こすことを利用する。その試料を、FIBシリアルセクションング法とEBSD法を使って3次元組織の結晶方位を測定した後、組織に含まれるマルテンサイトのバリエーションを逆解析することにより旧オーステナイトの方位を特定することで、フェライトとオーステナイトの3次元組織を室温データから再構築する技術を開発する。そして3次元組織におけるオーステナイトの存在位置からその生成サイト、ならびに隣接する母相フェライト粒との結晶方位関係を解析する。また、これらの結果からオーステナイト粒の核生成の状態について予想されることを考察に加える。

第三に、相変態の組織形成に及ぼす結晶学的な影響を明確にするために、隣接関係にあるオーステナイト粒とフェライト粒の界面の面方位を3次元的に明らかにする。そのために上述の3次元結晶方位データを用いて、Voxelモデルに基づく界面の面方位の解析法を開発する。さらに、上述のオーステナイト粒の成長過程の*in situ*観察の結果と関連させて、 $\alpha/\gamma$ 界面の結晶学的特徴がオーステナイトの組織形成に及ぼす影響を考察する。この検討では、透過電子顕微鏡観察による界面の微細組織観察を併せて行い、EBSD法の実験結果を補う。

本研究では、以上の実験から結晶方位関係と界面の状態を明らかにし、その知見に基づいて $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態過程におけるオーステナイト粒の生成と成長の機構を明確にする。

### 1.3 本論文の構成

本論文は次に示す5つの章から構成される。

これまでの第1章では、日本の鉄鋼の製造技術研究の中での鋼の材料科学の意義について述べた。そして、重要性を増している高強度鋼の開発にとって、高温のオーステナイトの組織制御の必要性を述べた。鉄鋼における冷却過程の $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態、および加熱過程の $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態について、これまでの研究報告から母相と生成相の結晶学的な関係に着目してその基礎的知見を整理した。その上で、鋼の $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイトの組織形成を結晶学的に究明することの重要性を示した。

次の第2章では、高温 *in situ* EBSD 測定法により、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態の初期段階におけるオーステナイト粒と母相フェライト粒の結晶方位関係を直接的に測定するとともに、昇温に伴うオーステナイトの粒成長挙動を観察する。オーステナイト粒と複数の隣接フェライト粒との結晶方位関係の成立頻度を統計的に評価し、その選択傾向を考察する。さらにオーステナイト粒の成長に伴う界面移動と結晶方位関係の関連性を明らかにする。

第3章では、3次元的な結晶方位解析を行うための実験手法として、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態の初期段階におけるフェライトとオーステナイトの3次元組織の再構築法を確立し、その組織において結晶学的解析を行う。この検討では3次元組織におけるオーステナイト粒の位置から、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイトの生成サイトを明らかにするとともに、再構築したオーステナイトと複数の隣接母相フェライト粒の間での、結晶方位関係の成立頻度を統計的に解析することで、方位関係の優先選択の傾向を明らかにする。

第4章では、前章で測定した3次元組織の結晶学的情報を用いて、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態の初期段階におけるオーステナイト粒とフェライト粒の界面の面方位を明らかにする。さらに透過電子顕微鏡観察による界面の微視的観察を行い、その微細組織を明確にする。このオーステナイトとフェライトとの界面解析の結果から得られる知見に基づいて、第2章で議論したオーステナイト粒の成長に伴う界面移動のメカニズムを考察する。

第5章では、以上の研究の結果に基づいて、低炭素鋼の $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイトと母相フェライトとの間に現れる結晶学的な特徴をまとめるとともに、それら結晶学的因子がオーステナイトの組織形成に及ぼす影響を総括する。

## 〔第1章の参考文献〕

- [1] 樽井敏三, 丸山直紀, 高橋淳, 西田世紀, 田代均 : 新日鉄技報, **381** (2004), 51–56
- [2] H. Takechi: ISIJ Int., **34** (1994), 1–8
- [3] 伊丹淳, 浅野裕秀, 潮田浩作, 木村義孝, 木村徳俊, 小山一夫 : 新日鉄技報, **354** (1994), 22–27
- [4] 高橋学 : 鉄と鋼, **100** (2014), 82–93
- [5] H. Abe and T. Suzuki: Trans. ISIJ, **20** (1980), 691–695
- [6] S. W. Thompson, D. J. Vin Col and G. Krauss: Metall. Trans., **21A** (1990), 1493–1507
- [7] M. Militzer, E. B. Hawbolt and T. R. Meadowcroft: Metall. Mater. Trans., **31A** (2000), 1247–1259
- [8] 中野俊樹, 後藤貢一, 谷口裕一, 山崎一正 : 新日鉄技報, **378** (2003), 12–14
- [9] 小嶋啓達 : 塑性と加工, **46** (2005), 595–599
- [10] 瀬沼武秀, 竹元嘉利 : 鉄と鋼, **100** (2014), 1481–1489
- [11] J. G. Speer, E. De Moor, K. O. Findley, D. K. Matlock, B. C. De Cooman and D. V. Edmonds: Metall. Mater. Trans., **42A** (2011), 3591–3601
- [12] M. Azuma, S. Goutianos, N. Hansen, G. Winther and X. Huang: Materials Science and Technology, **28** (2012), 1092–1100
- [13] T. Matsuno, D. Maeda, H. Shatoh, A. Uenishi and M. Suehiro: ISIJ International, **54** (2014), 938–944
- [14] A. Yoshie, H. Horikawa, Y. Onoe and K. Itoh: Trans. ISIJ, **27** (1987), 426–431
- [15] 吉江淳彦, 藤田崇史, 藤岡政昭, 岡本健太郎, 森川博文 : 鉄と鋼, **80** (1994), 908–913
- [16] 西山 善次 : 「マルテンサイト変態」 丸善株式会社, (1971)
- [17] A. Greninger and A. Troiano: Metal Trans., **104** (1940), 307–336
- [18] A. Greninger and A. Troiano: Metal Trans., **185** (1949), 590–598
- [19] R. P. Patterson and C. M. Wayman: Acta Met., **14** (1966), 347–369
- [20] G. Krauss and A. R. Marder: Metall. Trans., **2** (1971), 2343–2357
- [21] B. P. J. Sandvik and C. M. Wayman: Metall. Trans., **14A** (1983), 809–822
- [22] G. Kurdjumov and G. Sachs, Z Phys., **64** (1930), 225–243
- [23] Z. Nishiyama: Sci. Rep. Res. Inst. Tohoku Univ., **23** (1934), 638
- [24] A E. C. Bain: Trans. AIME, **70** (1924), 25

- [25] C. S. Roberts, B. L. Averbach and M. Cohen: *Trans ASM*, **45** (1953), 576
- [26] A. R. Marder and G. Krauss: *Trans. ASM*, **62** (1969), 957–964
- [27] B. Hutchinson, J. Hagström, O. Karlsson, D. Lindell, M. Tornberg, F. Lindberg and M. Thuvander: *Acta Mater.*, **59** (2011), 5845–5858
- [28] G. Miyamoto, N. Iwata, N. Takayama and T. Furuhashi: *Acta Mater.*, **60** (2012), 1139–1148
- [29] G. Wasserman: *Mitt. K-W-I Eisenf.*, **17** (1935), 149
- [30] H. Ohtsuka and S. Kajiwara: *Metall. Mater. Trans.*, **25A** (1994), 63–71
- [31] S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi and T. Maki: *Acta Mater.*, **51** (2003), 1789–1799
- [32] A. D. King and T. Bell: *Metall. Trans.*, **8A** (1975), 1419–1429
- [33] G. Miyamoto, R. Hori, B. Poorganji and T. Furuhashi: *Metall. Mater. Trans.*, **44A** (2013), 3436–3443
- [34] G. H. Zhang, T. Takeuchi, M. Enomoto and Y. Adachi: *Metal. Mater. Trans.*, **42A** (2011), 1597–1608
- [35] T. Tomida, N. Imai, K. Miyata, S. Fukushima, M. Yoshida, M. Wakita, M. Etou, T. Sasaki, Y. Haraguchi and Y. Okada: *ISIJ Int.*, **48** (2008), 1148–1157
- [36] T. Tomida and M. Wakita: *ISIJ Int.*, **52** (2012), 601–609
- [37] M. G. Hall, H. I. Aaronson and K. R. Kinsma: *Surface Science*, **31** (1972), 257–274
- [38] J. M. Rigsbee and H. I. Aaronson: *Acta Metall.*, **27** (1979), 351–363
- [39] T. Furuhashi, K. Wada and T. Maki: *Metall. Mater. Trans.*, **26A** (1996), 1971–1978
- [40] M. Enomoto: *Acta Metall.*, **35** (1987), 935–945
- [41] G. A. Roberts and R. F. Mehl: *Trans. ASM*, **31** (1943), 613–650
- [42] R. R. Judd and W. Paxton: *Trans. AIME*, **242** (1968), 206–215
- [43] G. R. Speich and A. Szirmai: *Trans. AIME*, **245** (1969), 1063–1074.
- [44] G. R. Speich, V. A. Demarest and R. L. Miller: *Metall. Trans.*, **12A** (1981), 1419–1428
- [45] D. Z. Yang, E. L. Brown, D. K. Matlock and G. Krauss: *Metall. Trans.*, **16A** (1985), 1523–1526
- [46] D. Z. Yang, E. L. Brown, D. K. Matlock and G. Krauss: *Metall. Trans.*, **16A** (1985), 1385–1392
- [47] N. Nakada, T. Tsuchiyama, S. Takaki and S. Hashizume: *ISIJ Int.*, **47** (2007), 1527–1532

- [48] N. Nakada, T. Tsuchiyama, S. Takaki and N. Miyano: ISIJ Int., **51** (2011), 299–304
- [49] T. Hara, N. Maruyama, Y. Shinohara, H. Asahi, G. Shigesato, M. Sugiyama and T. Koseki: ISIJ Int., **49** (2009), 1792–1800
- [50] Z.-D. Li, G. Miyamoto, Z.-G. Yang and T. Furuhashi: Scripta Mater., **60** (2009), 485–488
- [51] K. Ameyama, T. Maki and I. Tamura: J. Jpn. Inst. Met., **50** (1986), 602–611
- [52] K. Ameyama, G. C. Weatherly and K. T. Aust: Acta Metall., **40** (1992), 1835–1846
- [53] T. Furuhashi, T. Maki: Mater. Sci. Eng., **A312** (2001), 145–154
- [54] D. M. Kirch, A. Ziemons, I. Lischewski, D. A. Molodov and G. Gottstein: Mater. Sci. Forum, **558-559** (2007), 909–914
- [55] I. Lischewski and G. Gottstein: Mater. Sci. Forum, **495-497** (2005), 447–452
- [56] I. Lischewski and G. Gottstein: Acta Mater., **59** (2011), 1530–1541
- [57] T. Fukino and S. Tsurekawa: Mater. Trans., **49** (2008), 2770–2775
- [58] N. Yoshinaga, K. Ushioda, A. Itami and O. Akisue: ISIJ Int., **34** (1994), 33–42
- [59] N. Yoshinaga, H. Inoue, K. Kawasaki, L. Kestens and B. C. De Cooman: Mater. Trans., **48** (2007), 2036–2042
- [60] 吉永直樹, 潮田浩作, 伊丹淳, 秋末治: 鉄と鋼, **80** (1994), 60–65
- [61] H.-R. Wenk, I. Huensche and L. Kestens: Metall. Mater. Trans., **38 A** (2007), 261–267
- [62] G. Brückner and G. Gottstein: ISIJ Int., **41** (2001), 468–477
- [63] T. Tomida, M. Wakita, M. Yasuyama, S. Sugaya, Y. Tomota and S. C. Vogel: Acta Mater., **61** (2013), 2828–2839

## 第2章 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態過程とフェライト-オーステナイトの結晶方位関係の *in situ* 測定

### 2.1 諸言

相変態に伴う組織変化の過程を直接的に観察することは、そのメカニズムを解明するうえで重要な知見を与える。これまでに高温で起こるオーステナイト変態を *in situ* 測定するための実験手法が種々検討されており、光学顕微鏡や SEM に高温ステージを取り付けて表面組織変化を観察する方法、TEM において高温ステージを用いてより微視的に組織を観察する報告がある [1-2]。

TEM 観察法は、組織を微視的に観察できることに加えて試料内部の組織を透過像として観察できる点を特徴としているが、汎用の 200~300kV 電顕では観察視野の試料厚みが  $0.1 \mu\text{m}$  以下と薄く、加熱時の現象に対する薄膜効果を見逃すという課題をもつ。 $0.5 \mu\text{m}$  以上の厚さの薄膜試料の観察が可能な超高压電子顕微鏡観察法は、この欠点を補う有効な観察法である。Nemoto [1] は 1977 年に、超高压電子顕微鏡の高温ステージを用いて炭素鋼の加熱過程における  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の界面の移動を *in situ* 観察した。観察用試料として、種々の炭素鋼 (Fe-0.5~0.7mass %C 合金) を用いて、セメンタイト粒子の分散状態が種々に異なるフェライト組織の鋼板、およびパーライト組織の鋼板を用意し、超高压電子顕微鏡内で  $800^\circ\text{C}$  に加熱し、その昇温過程においてフェライトから変態したオーステナイト粒の成長過程を観察した。その結果、球状セメンタイト粒子が分散したフェライト鋼中におけるオーステナイト粒の界面移動の挙動は、セメンタイト粒子とオーステナイト界面が接すると、その接した部分の近傍でオーステナイト粒の界面移動が加速する現象が観察された。この界面移動が加速する現象は、セメンタイトとオーステナイトが接したときにセメンタイトの溶解が促進され、炭素原子がオーステナイトへ供給されることにより、オーステナイトの成長が速まるためと考察されている。超高压電子顕微鏡を用いて、バルク材としての厚さを確保した薄膜試料の観察により  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態における界面移動の特徴を明らかにした非常に興味深い結果である。

近年は、バルク試料表面の観察が可能な SEM-EBSD 装置に加熱ステージを組み合わせた測定手法が開発され、高温の相変態や再結晶に伴う組織変化だけでなく、結晶

方位の変化を併せて観察することが少しずつ可能になりつつある[3-6]。この新しい手法を用いて、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態に関しても幾つかの合金で結晶学的な解析が進められている。

Lischewski ら[5]は、微量の Nb と Ti を添加した Fe-0.05%C-0.8%Mn (mass%) 合金におけるフェライトとオーステナイトの 2 相温度域に試料を加熱し、フェライトから生成するオーステナイトの結晶方位関係を研究した。この測定には、試料観察面裏側へのレーザー照射による発熱を熱源とする加熱装置を用い、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態に伴いフェライトの粒界から塊状のオーステナイトが生成する様子を観察し、90%以上のオーステナイトはフェライトの 3 重点で見出されたことを報告している。またフェライトとオーステナイトの結晶粒間の方位関係を解析し、 $15^\circ$  までのずれを許容して K-S 関係の成立頻度を求めた結果、約 60%のオーステナイト粒が 2 つ以上の隣接フェライト粒と K-S 関係を満足することを報告している。そのような複数の結晶方位関係が成立する要因をフェライトとオーステナイト間の界面エネルギーが低下するためであると推定し、3 重点に接続している稜線となるフェライト粒界がそのような特徴的な方位関係を満足するときにオーステナイトが生成するモデルを提示している。

Fukino ら[6]は、炭素を含まない Fe-9.5mass %Ni 合金の  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態を同様に高温 *in situ* EBSD 法により観察している。この合金の  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態では、オーステナイトはフェライトの粒界から生成し、その粒界に沿って allotriomorph 状の形態で生成することを示した。EBSD 測定の結晶方位解析により針状に成長するオーステナイトの界面について方位関係が議論されており、オーステナイトの  $\{111\}$  とフェライトの  $\{110\}$  の方位差の大きい界面においてその移動が顕著であると報告している。この炭素を含まない合金鋼で現れたオーステナイトの生成挙動は、オーステナイトの生成と成長のメカニズムに及ぼす炭素の影響を考察するうえで、本研究との重要な比較対象となっている。

以上、二つの事例を紹介したが、本研究に近い研究としては、Aachen 工科大学の Lischewski ら[5]の研究が位置づけられる。その研究においては、生成するオーステナイトとフェライトとの間に K-S 関係に関連した結晶方位関係があることが示された。しかしながらこの方位関係の成立頻度についての十分な考察はなく、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態で生成するオーステナイトの結晶学的特徴を解明するうえで、統計的な検討から母相との方位関係の優先的な選択傾向の有無を明確にすることが求められる。また、



その後のオーステナイト粒の組織形成を理解するうえでは、粒成長に伴う界面の移動挙動と結晶方位関係の関連を明らかにする必要がある。

本章では、鋼の昇温過程における $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態過程を直接EBSD測定によって観察し、相変態の初期段階におけるオーステナイト粒の生成とその後の成長の挙動について、母相フェライト粒との結晶学的な関係に着目して解析を行う。次に直接測定したオーステナイトとフェライトの結晶方位を用いて両相の結晶方位関係の頻度を統計的に解析し、結晶方位関係の優先選択の傾向を明らかにする。さらにオーステナイトの成長過程において、粒界面の移動と結晶方位関係の関連を明らかにする。また、炭素鋼の高温 *in situ* 観察における具体的な課題として、SEM 試料室の真空状態において鋼を加熱することで表層から特定の元素の蒸発が起きることから、観察中の試料の組成変化に留意しなければならない。またそれ以外にも、試料表面で起こる現象を観察する場合は表面の効果が懸念される。これらの点が *in situ* 観察結果に及ぼす影響についても併せて本章で検討し、高温 *in situ* 観察手法の妥当性を検証する。

## 2.2 実験方法

### 2.2.1 ベース試料の作製方法

本研究で用いた低炭素鋼はいずれも同じ溶解、圧延手法で作製しているので、本章にてその主なベースとなる試料の作製方法について記述する。

高周波真空溶解炉でFe-0.1%C-1.0%Mn (mass%) 合金およびFe-0.2%C (mass%) 合金となるように原料合金を溶解し、50kgのインゴットとした。インゴットを850°Cで熱間圧延し厚さ2mmの鋼板とし、熱間圧延終了温度から650°Cへ冷却し、その温度で10秒間保持した後、徐冷用の炉に装入して20°C/sで室温まで冷却した。得られた熱延鋼板の組織はフェライト(95面積%)とパーライト(5面積%)から構成されることをSEM観察により確認した。この熱延鋼板中のフェライトの平均粒径は約15 $\mu$ mである。この熱延鋼板に50%の冷間圧延を施し、板厚を1mmとした。この冷延鋼板を本研究におけるベース試料とした。

### 2.2.2 EBSD測定による高温 *in situ* 観察法

高温EBSD測定用の試料は前節で述べたFe-0.1%C-1.0%Mn (mass%) 合金およびFe-0.2mass%C合金の厚さ1mmのベース試料から、5mm×7mmサイズの小片試料をマイクロカッターで切断加工して得た。その板厚の4分の1の深さの位置が表面となるところまでサンドペーパーによる機械研磨で除いた後、アルミナ砥粒を用いたバフ研磨とコロイダルシリカ溶液を用いた研磨で表面を仕上げ、高温 *in situ* EBSD測定用の試料とした。試料観察面を元の鋼板の板厚方向の4分の1の深さにする理由は、板厚の中心部はインゴット casting 時の中心偏析などによる組織不均一性の影響を受けることがあるためであり、この板厚1/4深さの組織が鋼材の平均的な組織を代表している。

高温 *in situ* EBSD 測定は、Fig. 2.1 に示す SEM 用高温ステージ (TSL ソリューションズ製) を用いて実施した。ステージはヒーターを内蔵しており、通電抵抗発熱による伝熱によってヒーター上に設置された試料を加熱する機構である。観察中の試料温度は、試料表面にスポット溶接したクロメル-アルメル熱電対 ( $\phi 0.1 \mu\text{m}$ ) により測定した。

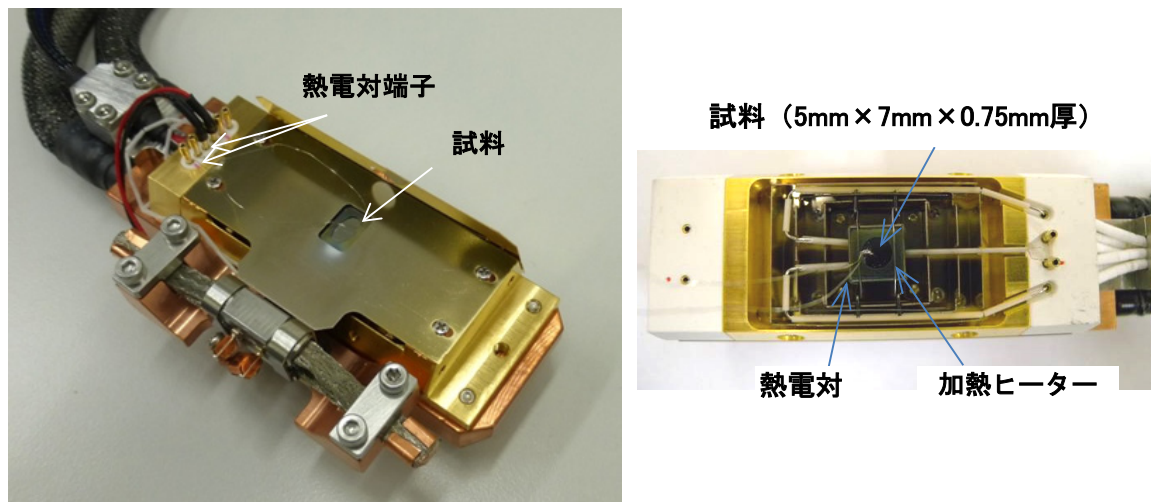


Fig. 2.1 高温 *in situ* EBSD 測定用試料ステージ (TSL ソリューションズ Japan 製)

EBSD 測定は、SEM 内にステージを設置した後、試料を載せたステージを水平状態から 70° 傾斜させた状態で行う。試料の昇温時に試料とステージの熱膨張によるドリフトが起きるため、常に SEM 内にて目的とする観察領域を追跡しながら昇温した。室温から 5°C/s の加熱速度で 700°C~840°Cの目的とする温度に昇温後、一定時間保持し、試料位置が安定したのち EBSD 測定を行った。

後述の実験結果で示すように、Mnを含む試料を用いて高温 *in situ* 観察を行うと、高温の状態でも真空中に保持される間に試料からMnが蒸気となって離脱する現象が起こる。その結果、観察中に徐々に表層の化学成分が低Mnの状態に変化し、長時間が経過した後の試料表面は純鉄に近い状態になる。その結果、 $A_3$ 点が900°C前後まで上昇し $\alpha/\gamma$ の2相温度域が縮小するため、フェライトとオーステナイトからなる組織の測定が困難となる。そのためFe-0.1%C-1.0%Mn(mass%)合金の高温測定では、所定の温度に加熱後、限られた時間内に高温 *in situ* EBSD測定を行うことで、試料からMnが脱離し終わる前の $\alpha/\gamma$ の2相組織状態を測定する必要がある。条件の最適化から、この測定時間は10分と決めた。また、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態過程における $\gamma$ 相の粒成長を観察する実験では、高温で長時間の測定が避けられない。そのためMnを含まないFe-0.2mass%C合金を用いて測定を行った。EBSD測定の条件はSEMの電子線の加速電圧を20kVとし、測定ステップは $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態初期の微小なオーステナイト粒を測定するのに十分な0.2~0.3 $\mu$ mに設定した。EBSDパターンの解析はOIM data collection (Ver. 5.2 TSL solutions Japan)を用い、同ソフトウェアのマテリアルデータから $\alpha$ -Feと $\gamma$ -Feの解析パターンを用いて結晶相の同定を行った。

### 2.2.3 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態前の組織観察用試料の作製とTEM観察条件

高温 *in situ* EBSD 測定で $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態を直接的に観察しその現象を考察するうえで、相変態直前の組織の状態が大きく影響を及ぼすことから、その状態を把握しておくことは不可欠である。熱処理によって加熱過程の $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態前のフェライト組織に加熱し水冷した組織を作製し、その組織を TEM で観察した。ベース鋼の板厚 1mm の冷延板から、30mm×200mm の短冊状の試験片を採取し、熱処理装置を用いて 5°C/s の一定の加熱速度で状態図上の $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態温度(~720°C)の直下である 710°Cへ加熱した後、直ちに 1000°C/s 以上の水冷により焼き入れた。焼入れ組織の観察のため、薄膜試料とレプリカ試料を次の方法で作製した。薄膜試料は、上述の熱処理材を 2000

番までの研磨紙を用いた機械研磨で 0.1mm 厚みとし、その後化学研磨で 50  $\mu$  m 厚以下にしてから 3mm 径の試料を採取し、電解研磨は過塩素酸と酢酸の混合電解液 (5% $\text{HClO}_4$ +95% $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) を用いて行った。なお、このときの試料薄片は 1/4 深さの位置から取っている。また、レプリカ試料は、同熱処理材から 5mm $\times$ 5mm のサンプルを採取し鏡面研磨された表面にエッチングを施した後、その表面に分布する析出物をレプリカフィルムに転写することで作製した。薄膜試料とレプリカ試料の観察は、大阪大学電子顕微鏡センターの加速電圧 200kV の透過電子顕微鏡 HF-2000 (日立製) を用いて行った。

#### 2.2.4 EBSD 測定法の原理と主な評価指標

EBSD 法は材料表面の広範囲の結晶情報を簡便に取得できる測定法として、近年急速に開発が進んだ手法である。多数の測定データに基づく統計情報が評価できる点が 1 つの特徴であり、鉄鋼材料の結晶学に研究するうえでも多用されている。本節では、その測定法の原理について概説するとともに、電子散乱現象の特徴に基づいて得られる空間分解能や試料の測定深さについて示す。

Fig. 2.2 に示すように、EBSD 法は SEM 内の試料ステージを 70° に傾斜して電子線を照射した際に発生する電子後方散乱回折をカメラで検出し、その回折パターンを自動解析して指数付けすることでその照射点における結晶構造や結晶方位を測定する方法である。特徴は SEM の電子線の走査によって格子状に並んだ多数の測定点の結晶情報を短時間に得ることによって、測定領域の結晶方位に基づく数値化されたマッピングデータを取得できる点である。この測定原理により、得られたデータを用いて試料の組織と結晶方位を定量的・統計的なデータとして解析することが可能となる [7]。

試料に入射した電子は結晶格子と種々の相互作用を起すが、その中の非弾性散乱を起こした電子の一部が試料中での新たな仮想光源となり、各結晶格子面で Bragg 回折を起こし菊池パターンとして検出器カメラ内のスクリーンで検出される。

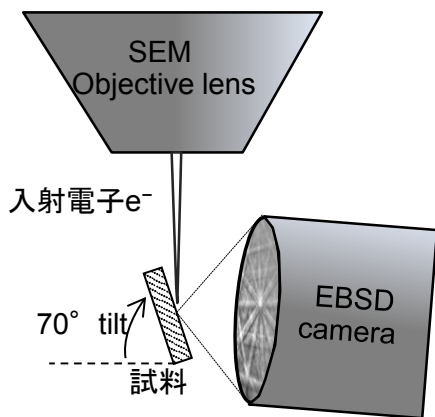


Fig. 2.2 EBSD測定における電子線照射系と試料、検出器カメラの幾何学的配置の模式図

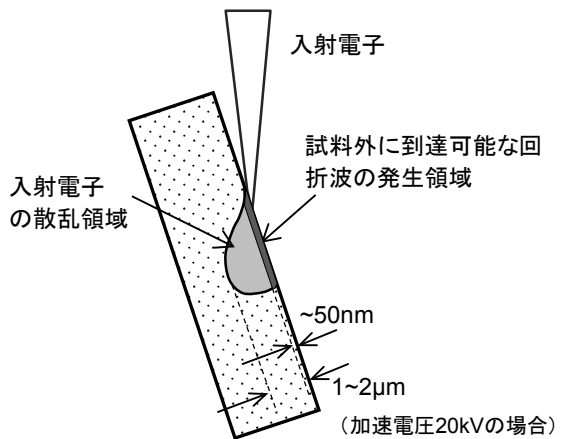


Fig. 2.3 試料に入射した電子の散乱領域と回折波の発生領域の模式図[8]

結晶情報を取得している試料内での測定体積の見積もりは重要であり、Fig. 2.3を用いてこれを簡単に説明する。電子の加速電圧が20kVの場合、70°に傾斜した試料に入射した電子は深さ1~2μmの領域において非弾性散乱を起こし、試料空間内に散乱される。この散乱電子のうち、十数eVの僅かなエネルギーだけを原子との相互作用で失った非弾性散乱電子は、再び試料内の各結晶面でブラッグ回折を起こし得ることが知られている。この回折波が菊池パターンを形成するが、この回折波が試料の外部へ到達し得るのは、試料の一定の深さで発生した回折電子に限られる[8, 9]。電子の加速電圧が20kVの場合この領域は深さ50nm程度である。つまり、表面付近からの回折電子のみが後方散乱回折として検出器カメラへ投影されるため、EBSD測定で得られる結晶情報は、試料表面の僅か50nmという極表層の状態を表している。

このようなEBSD測定で得られる結晶学的情報を用いて、組織の様々な性質を定量的に評価可能であるが、本研究で使う基本的な結晶方位マッピング像についてTable. 2.1に示す。

Table 2.1 EBSD 解析における試料結晶方位情報に基づく種々の評価法  
 (評価法の名称の一部は、TSL ソリューションズ製 OIM analysis に  
 基づく)

評価法(マップ)の名称	評価する結晶学的性質
IQ(Image Quality) マップ	電子後方散乱を検出器で観測したときの、EBSD パターンのコントラストの強さを数値化してマッピングした像である。通常グレースケールで描かれることによって、材料組織を反映した像が得られる。
Orientation マップ	EBSD パターンの指数付情報から求めた結晶方位を、色で代表してマッピングした像である。結晶方位を表す色は、標準ステレオ三角形上の配色に対応して表され、x, y, z の 3 つの観測方向を区別できる。
ODF(Orientation Distribution Function)マップ	バルク材料の組織全体における結晶方位の配向(集合組織)を表す評価法の 1 つである。結晶方位を表すオイラー角( $\phi_1, \Phi, \phi_2$ )の 3 つの軸で構成される 3 次元座標で結晶方位を表し、その空間内の強度分布を方位密度分布関数(ODF)として求め、集合組織の強度を表示するものである。通常は X 線測定によって結晶の配向状態を測定するが、EBSD 測定でも十分な結晶方位情報があれば評価可能である。

## 2.3 実験結果

### 2.3.1 昇温過程における $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態前の組織の TEM 観察

本観察に用いた母相のフェライト粒が冷延組織から回復を起こした転位の少ないフェライト粒であることをまず検証する。高温 *in situ* EBSD 測定と同じ Fe-0.1%C-1.0%Mn(mass%)合金を、熱処理によって  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態温度よりやや低い 710°C へ加熱し直ちに焼入れ、その薄膜試料を TEM で観察した。代表的な明視野像を Fig. 2.4 に示す。

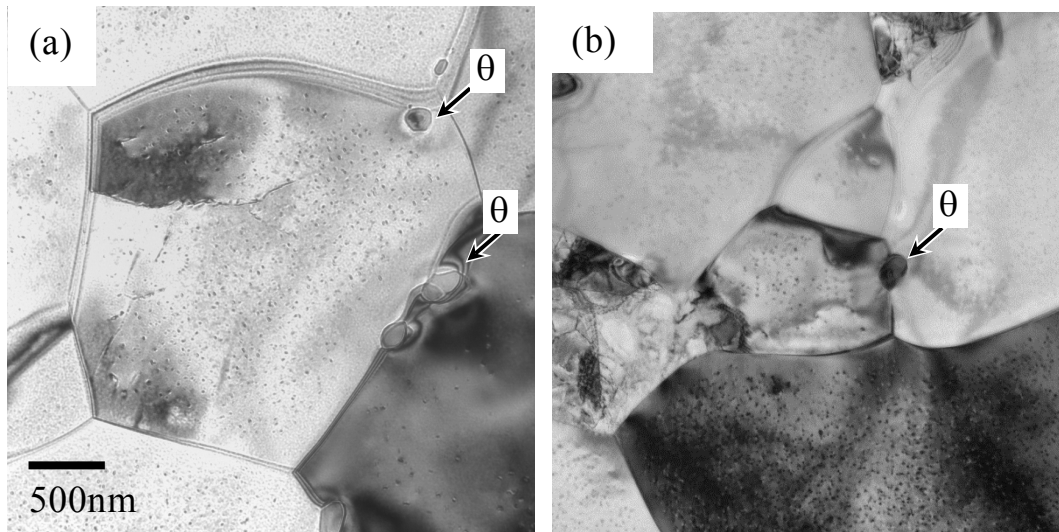


Fig. 2.4 710°Cから焼入れた試料の TEM 明視野像  
 (a) と (b) は同じ試料の別視野における観察結果  
 セメンタイト粒子を矢印で示す

Fig. 2.4(a) (b)に示す組織は、観察視野を増やすため同じ試料内の別視野で撮影したものである。組織全体はフェライト単相組織であり、その結晶粒内には転位が少なく、試料を 5°C/s で昇温する過程において、710°Cまでに冷延フェライト組織の再結晶が完了したことを示している。このことから、オーステナイトへの変態は再結晶を完了したフェライト組織から起こり、その現象は初期の冷延組織の影響を受けないことが検証された。また、同図中に矢印で示したセメンタイトはフェライトの粒界 3 重点にはほとんど存在せず、主にフェライトの粒界上、または粒内に観察された。

$\alpha \rightarrow \gamma$  変態において、セメンタイトが分解し炭素が拡散して濃化した領域がオーステナイトの核生成サイトとなる可能性がある。この点で、変態が起きる前のセメンタイトの分布は、オーステナイトの生成の挙動を大きく左右すると考えられるが、Fig. 2.4で示したようにTEM明視野像の観察では3重点への顕著なセメンタイトの偏在はみられなかった。より広範囲でセメンタイトの分布を調べるために、抽出レプリカ法により試料を作製し、TEMにより観察した。その結果をFig. 2.5(a)~(c)に示す。

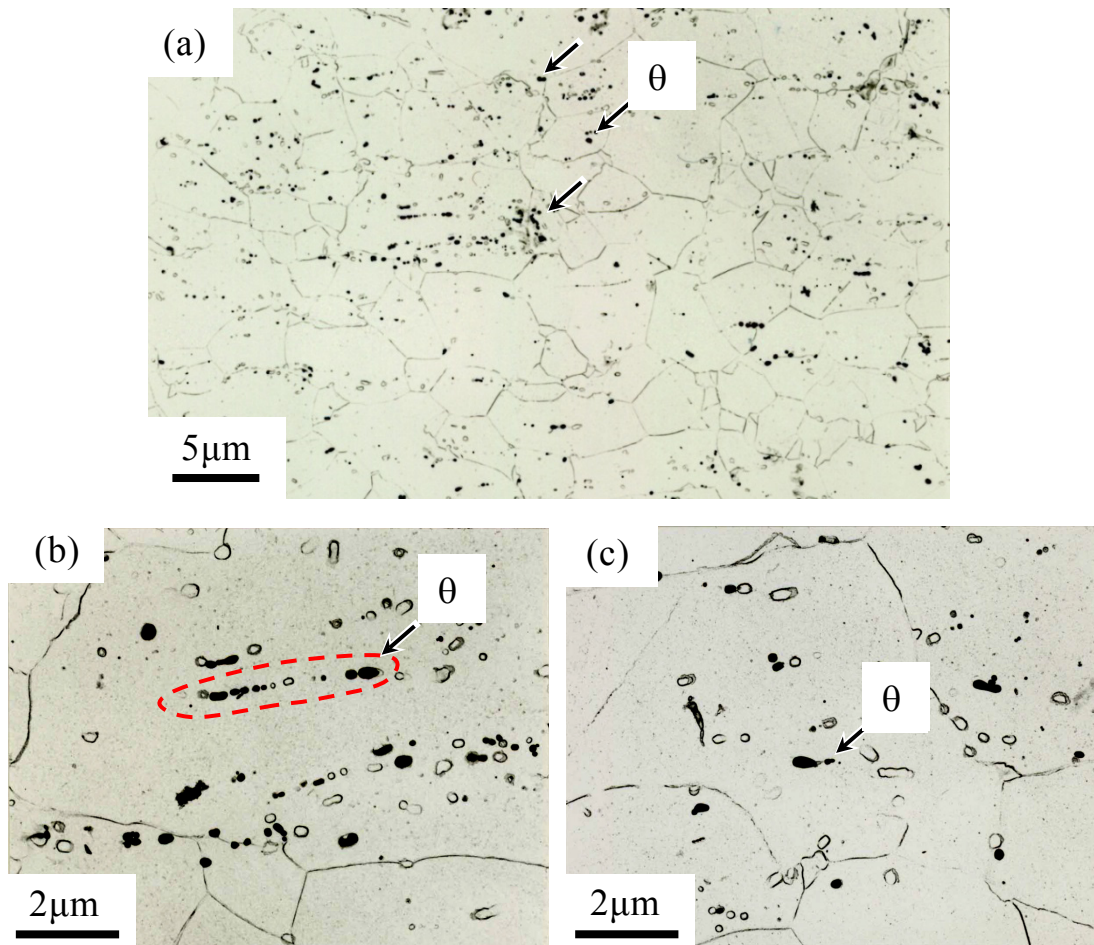


Fig. 2.5 710°Cから焼入れた試料の炭化物レプリカ TEM 写真  
 (a) 観察視野の全体像 (b) (c) 高倍率観察による領域

レプリカ観察においては、セメンタイト( $\theta$ 相)粒子は矢印で示すように比較的大きく電子線が透過しにくいので、黒色の粒子として観察される。また同時に、フェライトの粒界も線状のコントラストで現れている。セメンタイト粒子は、フェライトの粒界3重点には観察されず、そのほとんどが粒内に多く分散している。それらのいくつかは、写真中の赤色の破線で囲った領域のように、列をなしているものがある。セメンタイト列の方向は写真の水平方向に沿っているが、この方向は本試料が冷間圧延されたときの圧延方向と一致している。このようなセメンタイトが列をなすのは、熱処理前に鋼材が冷間圧延された際にフェライト粒が圧延方向に伸長し、その粒界上に析出していたセメンタイトが、フェライトの再結晶時に粒界移動の際に再結晶フェライト粒内に取り残された可能性を示している。



### 2.3.2 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイトとフェライトの結晶方位関係

Fe-0.1%C-1.0%Mn(mass%)合金を、高温ステージを用いて状態図上でフェライト単相域の700°Cから、フェライトとオーステナイトの2相共存域の840°Cまでの種々の温度に昇温し、高温 *in situ* EBSD 測定を行った。Fig. 2.6 に試料の昇温履歴の一例を示すが、室温から段階的に昇温し、各温度で約10分保持してEBSD測定を行った。

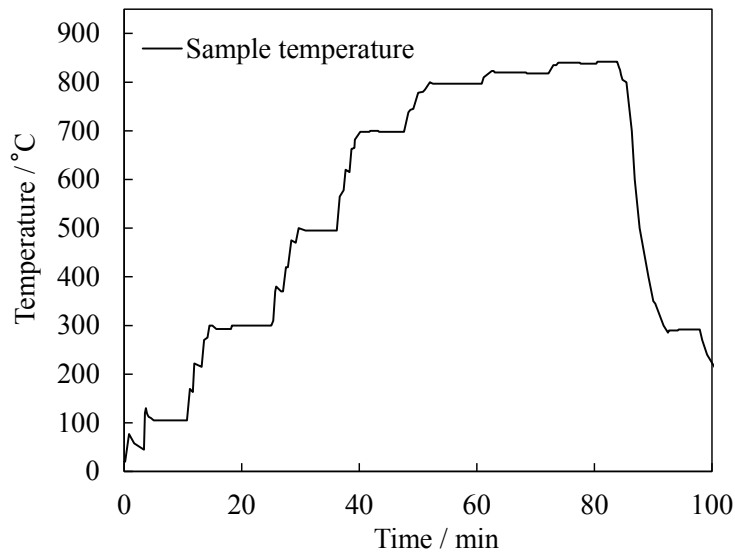


Fig. 2.6 Fe-0.1%C-1.0%Mn(mass%)合金の高温 EBSD 測定を試料温度履歴

およそ600°C以上の高温域での測定では、後述(2.3.5節)するようにMnの脱元素の影響が懸念されることから、各温度におけるEBSD測定の時間を10以内と極力少なくした。このような短時間の実験を行うために、1回のEBSD測定領域は $20\mu\text{m}^2$ 程度に限られ十分な領域を1回では測定できない。そのため、合計6回の高温 *in situ* EBSD測定を行い、相変態後の $\alpha$ と $\gamma$ の2相組織を測定し、合計で154個のオーステナイト粒に関する結晶方位データを得た。

高温 *in situ* EBSD測定において、試料温度が700°Cと730°Cのときの組織をFig. 2.7に示す。同図は、EBSDの菊池パターンの鮮明度を表すIQ値のグレースケールでフェ

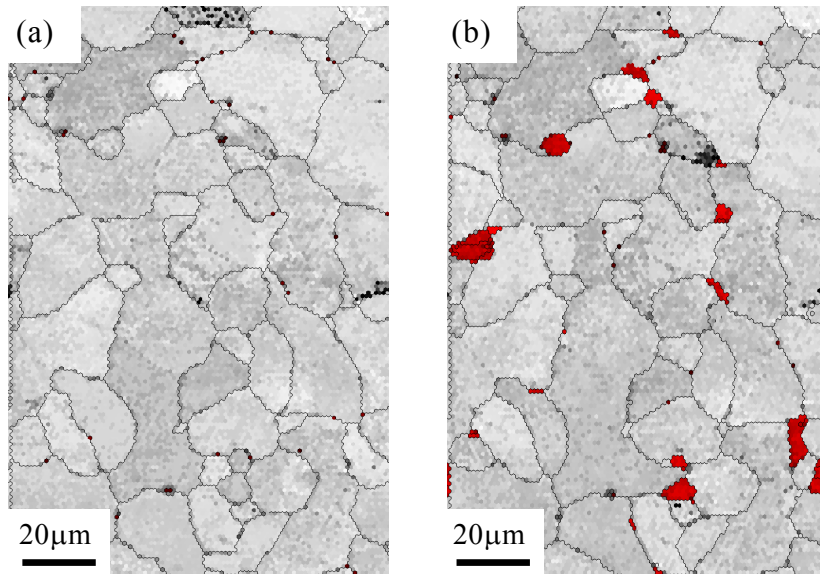


Fig. 2.7 高温 *in situ* EBSD 測定による  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の観察  
(a) 700°C、(b) 730°C

ライト組織の状態を表したものであり、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態で生成したオーステナイトの領域は Fig. 2.7(b) に示すように赤色で表示している。

Fig. 2.7(a) に示した 700°C ではまだオーステナイトは存在せず、フェライト単相である。フェライト粒が初期の冷延組織から回復した状態かどうかを、この観察試料でも再び判定するため KAM (Kernel Average Misorientation) 値でフェライト粒内の方位差を解析した。KAM 値とは Fig. 2.8 に示すように組織内の着目した測定点 (図中 A) と隣合う 6 つの測定点間の方位差を算術平均して評価し、その値を中心のピクセルの値とするものである。この値は結晶内の GN 転位 (Geometrical necessity) を反映した塑性変形の大きさを表す 1 つの指標と解釈されることもあるが、GN 転位自体は概念的な転位であることに注意しなければならない [10]。

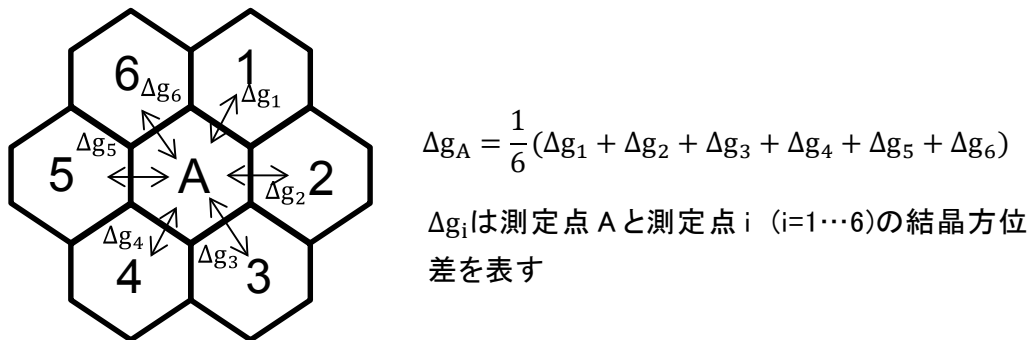


Fig. 2.8 KAM 値の算出方法を示す模式図

Fig. 2.7(a)の組織の KAM 値での評価結果であるが、 $0.2 \mu\text{m}$  間隔のピクセル間の相対的な方位差は  $1.0^\circ$  未満であり、フェライト粒内の結晶回転(粒内の変形)は大きくないと推定した。これは 2.3.1 節の TEM の観察結果で  $710^\circ\text{C}$  におけるフェライト粒は再結晶を完了していること示したと一致する。なお高温 *in situ* EBSD 測定の結果を用いて、 $700^\circ\text{C}$  における再結晶フェライト粒間の粒界方位差を調べると  $15^\circ$  以上の大角粒界となっていて、粒径は約  $20 \mu\text{m}$  で均一なフェライト組織であった。

$730^\circ\text{C}$  で測定された組織の一例を Fig. 2.7(b) に示す。 $730^\circ\text{C}$  では、フェライトの 3 重点や粒界上にオーステナイト粒が観察され、73%の 112 個のオーステナイト粒はフェライトの粒界 3 重点に観察された。残りの 42 個(全体の 27%)のオーステナイト粒は 2 つのフェライト結晶粒が接する粒界に観察され、フェライト粒内にオーステナイト粒は観察されなかった。

次に、 $730^\circ\text{C}$  において EBSD 測定したオーステナイトと隣接する母相フェライトとの結晶方位関係を解析した。Fig. 2.9(a) に、フェライトの IQ マップ上に解析したオーステナイト結晶粒を A~K で示し、Fig. 2.9(b) に BCC および FCC のそれぞれの結晶方位マップを示した。結晶方位マップは、添付の標準ステレオ三角形に示す色で観察面の垂直方向の結晶方位を表したものである。

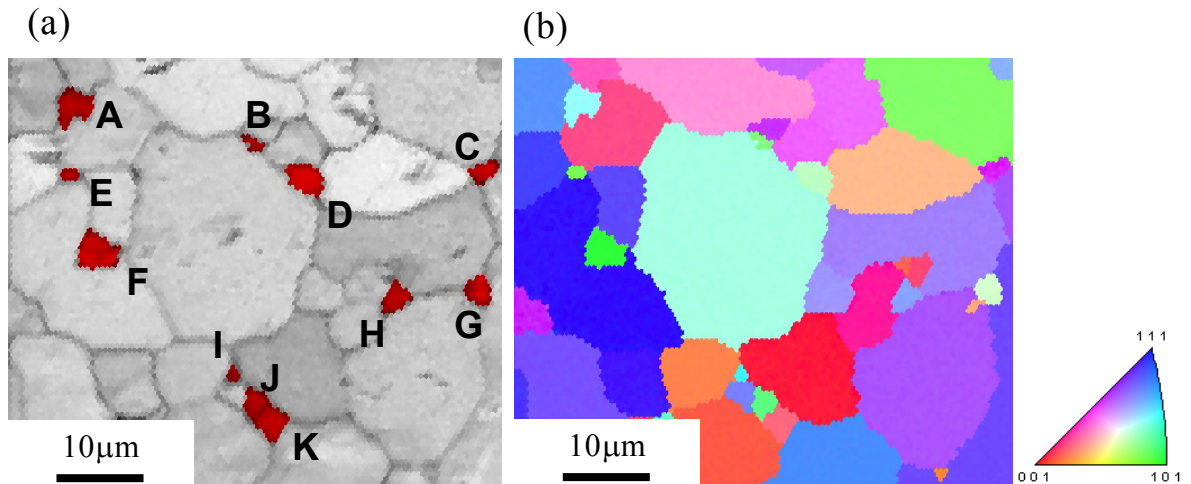


Fig. 2.9 730°Cにおける高温 *in situ* EBSD 測定による組織のマッピングの一例

(a) IQ マップ+ $\gamma$  粒 (赤)、(b) 結晶方位マップ

((b) の方位を示す色は添付の標準ステレオ三角形と対応する)

本研究では、フェライトとオーステナイトの結晶方位関係を解析するにあたって、K-S 関係を基準にとり、そこからの方位差で方位関係を評価する方法を用いる。すなわち、オーステナイト粒とフェライト粒の結晶方位が、理想的な K-S 関係から何度ずれているかを表す方位差 $\Delta\theta^{KS}$ を評価する。具体的な計算は次の関係式(2. 1)と(2. 2)を用いる。

$$\mathbf{D} = \mathbf{g}^{\alpha}(\mathbf{R}_l \mathbf{V}_k^{KS} \mathbf{g}^{\gamma})^{-1} \quad (2. 1)$$

$$\Delta\theta^{KS} = \arccos((D[1,1] + D[2,2] + D[3,3] - 1)/2) \quad (2. 2)$$

式(2. 1)の右辺の $\mathbf{R}_l \mathbf{V}_k^{KS} \mathbf{g}^{\gamma}$ はオーステナイト粒の結晶方位を正確な K-S 関係に基づいてフェライト方位に変換した行列を表し、 $\mathbf{g}^{\alpha}$ は実測の隣接フェライト粒の結晶方位を表している。それゆえ2つの行列 $\mathbf{g}^{\alpha}$ と $(\mathbf{R}_l \mathbf{V}_k^{KS} \mathbf{g}^{\gamma})^{-1}$ の積である回転行列 $\mathbf{D}$ は、オーステナイトの結晶方位から正確に K-S 関係を満たすように変換したフェライト方位と、実測の隣接フェライト方位の間のずれを表す回転行列である。この行列 $\mathbf{D}$ の回転角度の大きさを K-S 関係からの方位差 $\Delta\theta^{KS}$ と定義し、式(2. 2)を用いて求める。なお式(2. 2)は、後述する式(2. 4)の Rodrigues の回転公式における対角成分の和をとると、 $(1+2\cos\beta)$ となることを利用して $\Delta\theta^{KS} = \arccos(\cos\beta)$ となり、行列の回転角度を表すことがわかる。なお、この計算において式(2. 1)右辺の K-S 関係を表す行列 $\mathbf{V}_k^{KS}$ は  $k=1 \dots 24$  の 24 通りの行列があるが、隣接フェライトと

の方位差が最も小さくなる方位関係を選ぶ。

式 (2. 1) の  $\mathbf{g}^\alpha$  と  $\mathbf{g}^\gamma$  はフェライトとオーステナイトの結晶方位を表す  $3 \times 3$  の回転行列であり、より厳密な定義は EBSD 測定システムが設定した試料座標系をそれぞれ結晶粒の結晶座標系に回転させる行列である。 $\mathbf{g}^\alpha$  と  $\mathbf{g}^\gamma$  は、測定された結晶粒のオイラー角 ( $\phi_1, \Phi, \phi_2$ ) を次の式 (2. 3) に代入することで求まる。

$$\begin{aligned} \mathbf{g} &= \begin{pmatrix} \cos \phi_2 & \sin \phi_2 & 0 \\ -\sin \phi_2 & \cos \phi_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \Phi & \sin \Phi \\ 0 & -\sin \Phi & \cos \Phi \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \cos \phi_1 & \sin \phi_1 & 0 \\ -\sin \phi_1 & \cos \phi_1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \\ &= \begin{pmatrix} \cos \phi_1 \cos \phi_2 - \sin \phi_1 \sin \phi_2 \cos \Phi & \sin \phi_1 \cos \phi_2 + \cos \phi_1 \sin \phi_2 \cos \Phi & \sin \phi_2 \sin \Phi \\ -\cos \phi_1 \sin \phi_2 - \sin \phi_1 \cos \phi_2 \cos \Phi & -\sin \phi_1 \sin \phi_2 + \cos \phi_1 \cos \phi_2 \cos \Phi & \cos \phi_2 \sin \Phi \\ \sin \phi_1 \sin \Phi & -\cos \phi_1 \sin \Phi & \cos \Phi \end{pmatrix} \end{aligned} \quad (2. 3)$$

式 (2. 3) の回転行列の積は、z 軸 ( $\phi_1$  回転)  $\rightarrow$  x 軸 ( $\Phi$  回転)  $\rightarrow$  z 軸 ( $\phi_2$  回転) の順に座標回転を行っているが、これは本研究で用いた EBSD 測定システムが結晶のオイラー角を Bunge の定義 [11] に従って測定しているためである。また、 $\mathbf{g}$  は座標系を回転させる行列であり、通常のリターン行列と逆方向のリターンで定義している。 $\mathbf{R}_1$  ( $1=1 \cdots 24$ ) はフェライトおよびオーステナイトの結晶座標の基底軸を変換するための回転行列群であり、立方晶の対称性を考慮して各基底軸 (x 軸、y 軸、z 軸) の周りの  $90^\circ$  の回転操作の組み合わせで表される。 $\mathbf{V}_k^{\text{KS}}$  ( $k=1 \cdots 24$ ) は K-S 関係による  $\gamma$  結晶系から  $\alpha$  結晶系への座標変換行列であり、オーステナイト結晶座標系における  $\langle 211 \rangle_\gamma$  軸周りの  $90^\circ$  回転行列として表すことができる [12]。したがって、 $\mathbf{V}_k^{\text{KS}}$  の行列要素は Rodrigues の式 [13] 使って式 (2. 4) で表される。

$$\mathbf{V}_k^{\text{KS}} = \begin{pmatrix} N_x^2(1 - \cos \beta) + \cos \beta & N_x N_y(1 - \cos \beta) - N_z \sin \beta & N_z N_x(1 - \cos \beta) + N_y \sin \beta \\ N_x N_y(1 - \cos \beta) + N_z \sin \beta & N_y^2(1 - \cos \beta) + \cos \beta & N_y N_z(1 - \cos \beta) - N_x \sin \beta \\ N_z N_x(1 - \cos \beta) - N_y \sin \beta & N_y N_z(1 - \cos \beta) + N_x \sin \beta & N_z^2(1 - \cos \beta) + \cos \beta \end{pmatrix} \quad (2. 4)$$

Table 2.2 K-S 関係のバリエントの結晶面と結晶方位の平行関係と、オーステナイト座標系からバリエント座標系へ変換する $\langle 211 \rangle_{\gamma}$ 回転軸（本研究における定義）

Variant	Parallel crystal planes	Parallel crystal directions	Rotation axis
1	$(11\bar{1})_{\gamma} // (\bar{1}10)_{\alpha}$	$[1\bar{1}0]_{\gamma} // [11\bar{1}]_{\alpha}$	$[112]_{\gamma}$
2	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{\gamma} // (\bar{1}\bar{1}0)_{\alpha}$	$[110]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[\bar{1}12]_{\gamma}$
3	$(1\bar{1}\bar{1})_{\gamma} // (110)_{\alpha}$	$[\bar{1}\bar{1}0]_{\gamma} // [1\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[1\bar{1}2]_{\gamma}$
4	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{\gamma} // (1\bar{1}0)_{\alpha}$	$[\bar{1}\bar{1}0]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[\bar{1}\bar{1}2]_{\gamma}$
5	$(1\bar{1}\bar{1})_{\gamma} // (10\bar{1})_{\alpha}$	$[\bar{1}01]_{\gamma} // [1\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[121]_{\gamma}$
6	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{\gamma} // (101)_{\alpha}$	$[\bar{1}0\bar{1}]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[\bar{1}21]_{\gamma}$
7	$(1\bar{1}\bar{1})_{\gamma} // (\bar{1}0\bar{1})_{\alpha}$	$[101]_{\gamma} // [1\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[12\bar{1}]_{\gamma}$
8	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{\gamma} // (\bar{1}01)_{\alpha}$	$[10\bar{1}]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[\bar{1}2\bar{1}]_{\gamma}$
9	$(\bar{1}\bar{1}1)_{\gamma} // (0\bar{1}1)_{\alpha}$	$[01\bar{1}]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$	$[211]_{\gamma}$
10	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{\gamma} // (0\bar{1}\bar{1})_{\alpha}$	$[011]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[2\bar{1}1]_{\gamma}$
11	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{\gamma} // (011)_{\alpha}$	$[0\bar{1}\bar{1}]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[21\bar{1}]_{\gamma}$
12	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{\gamma} // (01\bar{1})_{\alpha}$	$[0\bar{1}1]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[2\bar{1}\bar{1}]_{\gamma}$
13	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{\gamma} // (\bar{1}10)_{\alpha}$	$[1\bar{1}0]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[\bar{1}\bar{1}2]_{\gamma}$
14	$(1\bar{1}\bar{1})_{\gamma} // (\bar{1}\bar{1}0)_{\alpha}$	$[110]_{\gamma} // [1\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[1\bar{1}2]_{\gamma}$
15	$(\bar{1}\bar{1}1)_{\gamma} // (110)_{\alpha}$	$[\bar{1}\bar{1}0]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[\bar{1}\bar{1}2]_{\gamma}$
16	$(111)_{\gamma} // (1\bar{1}0)_{\alpha}$	$[\bar{1}\bar{1}0]_{\gamma} // [111]_{\alpha}$	$[11\bar{2}]_{\gamma}$
17	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{\gamma} // (10\bar{1})_{\alpha}$	$[\bar{1}01]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[\bar{1}2\bar{1}]_{\gamma}$
18	$(11\bar{1})_{\gamma} // (101)_{\alpha}$	$[\bar{1}0\bar{1}]_{\gamma} // [11\bar{1}]_{\alpha}$	$[12\bar{1}]_{\gamma}$
19	$(\bar{1}\bar{1}1)_{\gamma} // (\bar{1}0\bar{1})_{\alpha}$	$[101]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[\bar{1}21]_{\gamma}$
20	$(111)_{\gamma} // (\bar{1}01)_{\alpha}$	$[10\bar{1}]_{\gamma} // [111]_{\alpha}$	$[12\bar{1}]_{\gamma}$
21	$(1\bar{1}\bar{1})_{\gamma} // (0\bar{1}1)_{\alpha}$	$[01\bar{1}]_{\gamma} // [1\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[\bar{2}\bar{1}\bar{1}]_{\gamma}$
22	$(11\bar{1})_{\gamma} // (0\bar{1}\bar{1})_{\alpha}$	$[011]_{\gamma} // [11\bar{1}]_{\alpha}$	$[\bar{2}1\bar{1}]_{\gamma}$
23	$(1\bar{1}\bar{1})_{\gamma} // (011)_{\alpha}$	$[0\bar{1}\bar{1}]_{\gamma} // [1\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$[\bar{2}11]_{\gamma}$
24	$(111)_{\gamma} // (01\bar{1})_{\alpha}$	$[0\bar{1}1]_{\gamma} // [111]_{\alpha}$	$[\bar{2}11]_{\gamma}$

ここで、 $\beta$  は回転角を表しており  $\langle 211 \rangle_\gamma$  軸周りの  $\beta = 90^\circ$  を代入する。 $N_x$ 、 $N_y$ 、 $N_z$  は回転の軸の方向を決めるベクトルの 3 つの成分であり、 $N_x^2 + N_y^2 + N_z^2 = 1$  を満たしながら  $\langle 211 \rangle_\gamma$  のベクトル成分を  $N_x$ 、 $N_y$ 、 $N_z$  に代入する。 $N_x$ 、 $N_y$ 、 $N_z$  がどのような値を取るかによって、K-S 関係の 24 通りのバリエーションを表すことができ、本研究ではオーステナイトの結晶座標系をバリエーションの座標に変換する 24 通りの  $\langle 211 \rangle_\gamma$  回転軸を Table 2.2 にように定義した。また同表には、それぞれのバリエーションとオーステナイトの結晶面および結晶方位の対応関係を付記した。なお、この定義したバリエーション番号は第 1 章の Fig. 1.6 に示したバリエーション番号とは定義が異なる。

Table 2.2 の各バリエーションに対応する  $\langle 211 \rangle_\gamma$  回転軸のベクトル成分を、式 (2.4) の  $N_x$ 、 $N_y$ 、 $N_z$  に代入することで結晶方位関係を表す回転行列が得られる。例として V1 の場合は  $N_x$ 、 $N_y$ 、 $N_z$  に下の値が代入される。ベクトルの長さは 1 に規格化した。

$$\begin{pmatrix} N_x \\ N_y \\ N_z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1/\sqrt{6} \\ 1/\sqrt{6} \\ 2/\sqrt{6} \end{pmatrix} \quad (2.5)$$

Fig. 2.9 のオーステナイトと隣接フェライトの結晶方位関係を、K-S 関係からの方位差  $\Delta\theta^{KS}$  として評価した結果を Table 2.3 にまとめた。オーステナイトは複数のフェライト粒と隣接しているが、 $\Delta\theta^{KS}$  が小さい順 ( $\alpha$  粒 1、 $\alpha$  粒 2、 $\alpha$  粒 3...) に並べ替えて表示した。

それぞれのオーステナイト粒において、方位差が最も小さい  $\alpha$  粒 1 における K-S 関係からの方位差  $\Delta\theta^{KS}$  に着目すると、ほとんどが K-S 関係から  $5^\circ$  以内の方位関係を満たしている。つまり Table 2.3 の 11 個のオーステナイト粒のうち、9 個がこのような K-S 関係とほぼ一致する結晶方位関係を母相フェライト粒との間で満たしている。

さらに、 $\alpha$  粒 2、 $\alpha$  粒 3 との方位差に着目する。Table 2.3 において、第 2 のフェライト粒との方位差  $\Delta\theta^{KS}$  は比較的小さいものが多く見られる。具体的に  $\Delta\theta^{KS} \leq 10^\circ$  に着目すると、B, D, E, F, G, H, J のオーステナイト粒がこのような方位関係を満たしている。このことは、 $\alpha$  粒 2 は正確な K-S 関係ではないものの、方位差  $\Delta\theta^{KS}$  が  $10^\circ$  以下の K-S 関係に比較的近い関係を満たしていることを示している。また  $\alpha$  粒 3 との方位差においても、B, D, G, J のオーステナイト粒において K-S 関係から  $10^\circ$  以下の方位関係を満たしている。

Table 2.3 オーステナイト粒 (Fig. 2.9 A~K) と隣接フェライトとの K-S 関係からの方位差 $\Delta\theta^{KS}$

$\gamma$ 粒	$\alpha$ 粒1	$\alpha$ 粒2	$\alpha$ 粒3	$\alpha$ 粒4
A	0°	12°	25°	-
B	1°	8°	9°	-
C	11°	14°	20°	21°
D	1°	5°	6°	-
E	5°	5°	13°	-
F	2°	6°	-	-
G	1°	2°	10°	25°
H	3°	6°	19°	24°
I	10°	14°	15°	-
J	1°	4°	5°	-
K	5°	11°	30°	-

以上の結果から、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態で生成するオーステナイトは、隣接フェライト粒の1つとほぼ正確に K-S 関係を満たすだけでなく、その他の1つまたは2つフェライト粒とも K-S 関係に近い方位関係を成立していることがわかった。

本研究で測定した 154 個のオーステナイト粒について、同様にして隣接フェライト粒との結晶方位関係を K-S 関係からの方位差で評価した。K-S 関係から 10° 以内の方位差を持った方位関係に着目し、それらの成立頻度を調べた結果を Table 2.4 に示す。K-S 関係から 10° 以内の方位関係をただ1つの母相フェライト粒と満たし、他のフェライト粒とは K-S 関係から 10° 以上の方位差を持つようなオーステナイト粒は、全体(154 個)のうち 32%(49 個)である。2つ以上の母相フェライト粒と同時にこのような方位関係を満たすオーステナイトは 53%(82 個)である。K-S 関係から 10° 以内の方位差にある方位関係に着目すると、このような方位関係を 2つ以上の母相フェライト粒と満たすオーステナイト粒が高い割合で存在する。



Table 2.4 高温 *in situ* EBSD 測定におけるオーステナイトと隣接フェライトとの結晶方位関係の成立頻度 ( $\Delta\theta^{KS} \leq 10^\circ$  を満たす方位関係に着目)

Type of the orientation relationships between austenite grain and adjacent ferrite grains	Number of austenite grains	Frequency
One orientation relationship close to the K-S relationship	49 / 154	32%
Two orientation relationships close or near to the K-S relationship ( $\Delta\theta^{KS} \leq 10^\circ$ )	82 / 154	53%
No orientation relationship ( $\Delta\theta^{KS} \leq 10^\circ$ ) found	23 / 154	15%

以上の解析では、結晶方位関係を K-S 関係を基準にして評価したが、実験結果の方位関係が K-S 関係を最も高い頻度で満たしているかどうかを確認する必要がある。高温 *in situ* EBSD 測定で観察した 154 個のオーステナイト粒はそれぞれ複数のフェライト粒と隣接しているので、合計で 476 個の結晶方位関係がある。これらの方位関係について K-S 関係からの方位差  $\Delta\theta^{KS}$  の頻度をヒストグラム上に示した。その結果を Fig. 2.10 に示す。このグラフの横軸において、 $\Delta\theta^{KS}=0^\circ$  の方位関係は正確な K-S 関係を表しており、 $\Delta\theta^{KS}$  が 0 より大きくなるに伴ってその方位関係が K-S 関係から離れていくことを表している。

測定された方位差  $\Delta\theta^{KS}$  の分布は、 $\Delta\theta^{KS}=0^\circ$  (K-S 関係) で最も高く、 $\Delta\theta^{KS}$  が増加すると  $\Delta\theta^{KS} \sim 7^\circ$  まで徐々にそのような方位差の数が減少する。 $\Delta\theta^{KS}$  が  $7^\circ$  から  $29^\circ$  までは、方位関係の数は  $\Delta\theta^{KS}=17^\circ$  を除いてほぼ一定値である。また  $\Delta\theta^{KS}=30^\circ$  以上の界面はほとんど存在しない。これは、別の K-S バリエントの関係のほうが小さい方位差を持つため、 $\Delta\theta^{KS}=30^\circ$  以上の方位差が生じる可能性が小さいためである。

以上の結果から、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態で生成するオーステナイトとフェライトの結晶方位関係は、K-S 関係 ( $\Delta\theta^{KS} \leq 2^\circ$ ) が最も高い頻度で選ばれていることが判った。さらに、K-S 関係からの方位差が大きくなるにつれて、 $\Delta\theta^{KS} \sim 8^\circ$  までは結晶方位関係の頻度が小さくなる傾向があったが、その成立頻度は  $\Delta\theta^{KS} > 8^\circ$  の方位関係の成立頻度よりも高い。このことは、正確な K-S 関係だけが優先的に選択されているわけではなく、K-S 関係に近い方位関係も優先的に選ばれていることを示している。

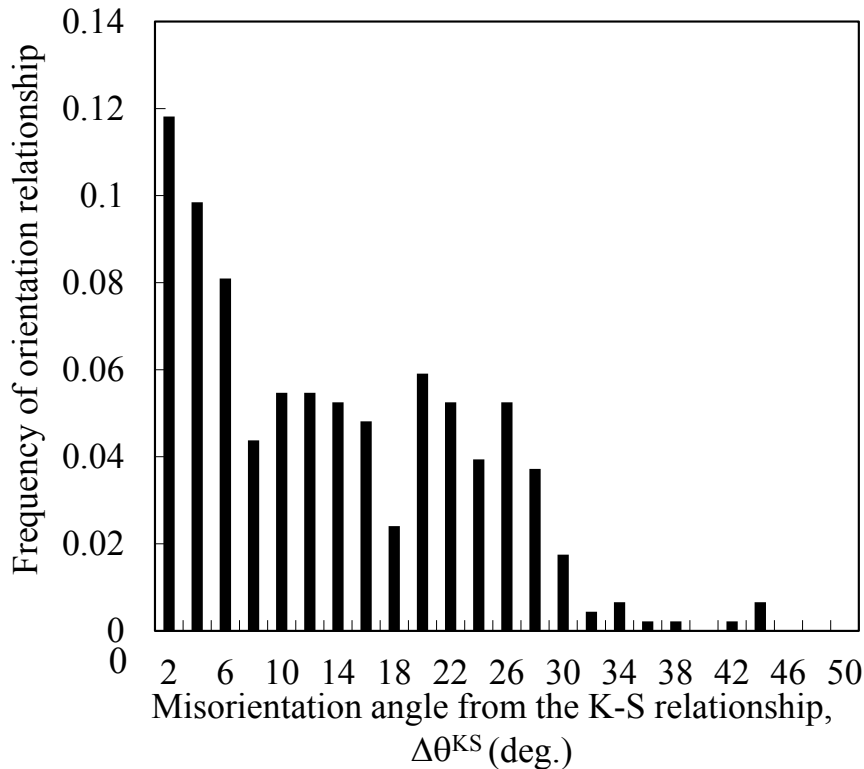


Fig. 2.10 フェライトとオーステナイトの結晶方位関係を K-S 関係からの方位差 $\Delta\theta^{KS}$ として表した頻度分布

Fig. 2.7 に関連して述べたように、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態のオーステナイトはフェライトの粒界 3 重点で生成することが多く、また一部は 2 つのフェライトが接する粒界で生成する。オーステナイトの生成サイトによって、隣接するフェライト粒の数は変化することから、方位関係の成立頻度も影響を受けるのは当然考えられる。この点については、本来 3 次元的な結晶情報を得て試料内部の隣接フェライト粒を含めた方位関係の頻度を評価する必要がある。この点は第 3 章で詳しく解析するが、本章の高温 in situ EBSD 測定 of 2 次元の結晶データで、オーステナイトの生成サイトによって方位関係の成立頻度を分類する。本研究の 154 個のオーステナイト粒を、粒界 3 重点で観察されたものと 2 つのフェライト粒が接する粒界で観察されたものに区別し、それぞれにおいて K-S 関係とそれに近い方位関係を満たす頻度を整理した。その結果を Table 2.5 に示す。

粒界 3 重点で観察されたオーステナイト粒の数は 113 個である。そのうちの 69% の 78 個が、複数(2 つ以上)の母相フェライト粒と K-S 関係または K-S に近い方位関係 ( $\Delta\theta^{KS} \leq 10^\circ$ ) を同時に満たした。一方、2 つのフェライトと接して粒界上で観察さ

れたオーステナイト粒の数は41個である。複数の母相フェライト粒とK-S関係またはK-Sに近い方位関係を満たしたオーステナイト粒は10個(24%)であった。このように3重点において観察されたオーステナイト粒は、周囲の母相フェライト粒とK-S関係またはK-Sに近い方位関係を同時に満たす頻度が高い。

Table 2.5 オーステナイト粒の生成サイトによって分類したK-S関係の成立頻度

	Austenite formation site	
	On boundary face	On triple junction
The number of austenite grains formed	41	113
Percentage of the austenite grains with plural orientation relationship $\Delta\theta^{KS} \leq 10^\circ$ (number of austenite grains / number in total)	24% (10 / 41)	69% (78 / 113)

### 2.3.3 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイト粒の成長界面の観察

オーステナイト粒の成長を高温で直接観察するため、Fe-0.2mass%C合金の試料を用いて高温ステージで730~840°Cへ段階的に昇温し、組織をEBSD測定した。本実験でFe-0.2mass%C合金を用いるのは、Mnを含有しない組成にすることで高温 *in situ* EBSD測定中の脱元素効果を回避するためである。高温 *in situ* EBSD測定におけるMnの脱離現象については次の2.3.5節で述べる。各温度で測定した組織をFig. 2.11に示す。同図は、フェライトのIQマップ上にオーステナイト粒を赤色で表示したものである。730°Cにおいて、再結晶したフェライト組織の粒界3重点からオーステナイトが生成し、さらに昇温することでオーステナイト粒が成長していく様子を観察でき、図示していないが840°Cでオーステナイト分率は100%に達し $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態が完了した。

試料温度に対するEBSD測定のオーステナイトの分率の変化をFig. 2.12に示す。同図には、Thermo-Calcで見積もった熱平衡状態におけるオーステナイトの分率を併せて示す。この変態開始温度と終了温度は熱平衡計算の結果と一致している。変態温度は鋼の成分によって決まることを考慮すると、測定結果と見積もりの間で一致が見られたことは、測定中に本試料では顕著な炭素脱離が起こらなかったことを示し

ている。一方、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態途中の温度域においては、測定したオーステナイト分率が、平衡計算から見積もられた分率よりも小さい。この差は、800°C以下の2相温度域の低温で顕著である。実験のオーステナイト分率と、平衡計算の分率に差が生じた理由として、この温度域は低温であり拡散速度が比較的到低いことから、測定中のオーステナイト分率はまだ平衡状態に達していなかったことが考えられる。

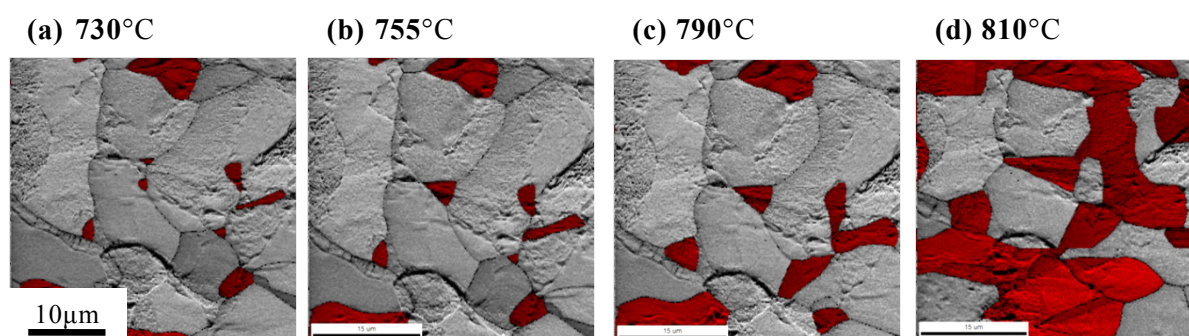


Fig. 2.11 高温 *in situ* EBSD 測定による Fe-0.2mass%C 合金の  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態中の組織変化 (相変態で生成したオーステナイトを赤で示す)

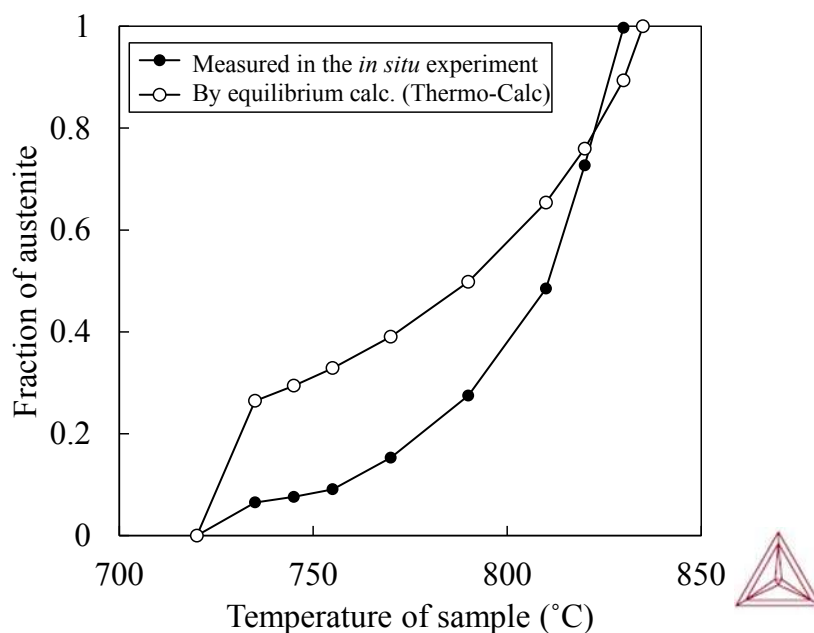


Fig. 2.12 Fe-0.2mass%C 合金の高温 *in situ* EBSD 測定における昇温に伴うオーステナイト分率の変化 (予測値は Thermo-Calc を用いた熱平衡計算による)

Fig. 2. 11の730°Cから790°Cへの昇温に伴う $\alpha/\gamma$ 界面の移動距離に着目すると、一部の界面の移動距離が大きく、また一部の界面の移動距離は著しく小さいものがある。Fig. 2. 13(a)と(b)に730°Cと790°CにおけるEBSD測定の結果を拡大して示すが、Fig. 2. 13(b)に黄色矢印で示した界面は730°Cの状態から移動したとわかるが、×で示した界面は730°Cと790°Cの間でほとんど移動していない。このことは、昇温に伴うオーステナイト粒の成長は等方的に起こるのではなく、特定の界面が優先的に移動することを示している。Fig. 2. 13(a)に赤字で示した角度は、式(2. 1)と式(2. 2)を用いて評価した、それぞれの界面におけるK-S関係からの方位差 $\Delta\theta^{KS}$ をである。K-S関係からの方位差が $9^\circ$ より小さい界面に着目し、その方位差の数値を四角で囲み強調して示した。730°Cから790°Cに昇温した時、これらのK-S関係に近い方位関係を満たす界面はほとんど移動していない。

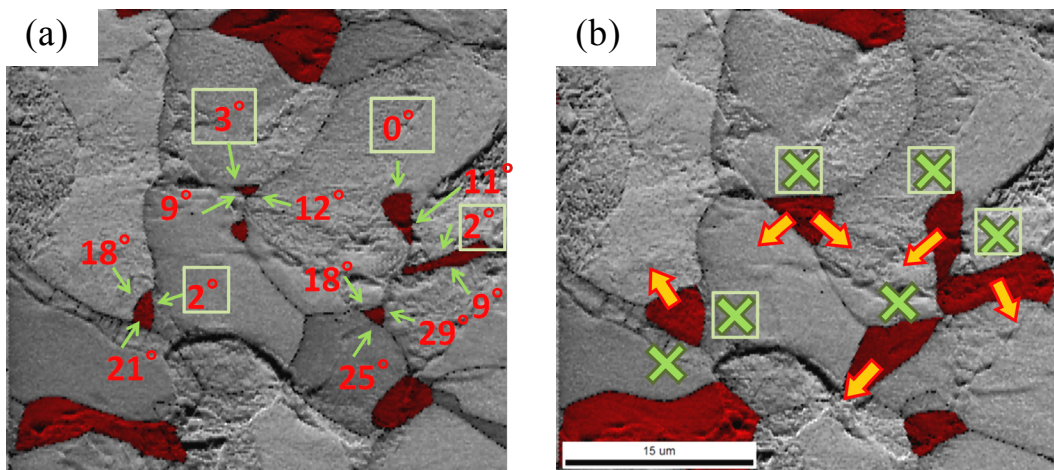


Fig. 2. 13 Fe-0.2mass%C 合金の *in situ* EBSD 測定による組織  
 (a) 730°C (b) 790°C において測定したフェライトの  
 IQ マップとオーステナイト粒 (赤色)

より定量的に評価するため、各界面の移動距離を次のように測定した。730°Cから790°Cへ昇温したときの各 $\alpha/\gamma$ 界面の移動距離を、Fig. 2. 14に示すように界面位置の差として求めた。具体的には、Fig. 2. 14(b)に示すように730°Cと790°Cのそれぞれの界面の midpoint を結ぶ線分の長さを $\alpha/\gamma$ 境界の移動距離  $d$ として測長した。高温 *in situ* EBSD測定で観察した74箇所の $\alpha/\gamma$ 界面について、移動距離とK-S関係からの方位差 $\Delta\theta^{KS}$ の関係をFig. 2. 15に示す。

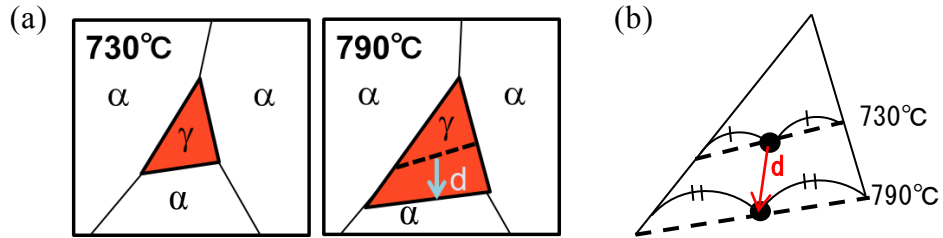


Fig. 2.14  $\alpha/\gamma$  界面の移動距離の測定方法 (a) 昇温に伴う粒界面移動の模式図、(b) 界面移動距離の測定方法

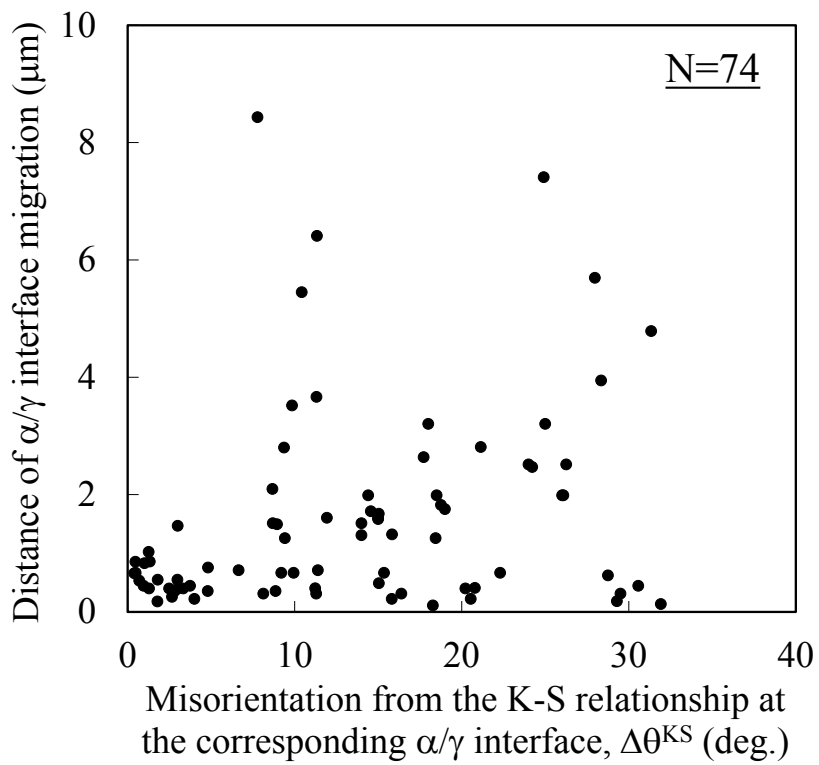


Fig. 2.15 K-S 関係からの方位差 $\Delta\theta^{\text{KS}}$ と 730°Cから 790°Cの  $\alpha/\gamma$  界面の移動距離の関係

$\alpha/\gamma$  界面の移動距離  $d$ は、界面によって $1\mu\text{m}$ 未満から $8\mu\text{m}$ まで分布し大きく異なっていることがわかる。このことは優先して移動する界面があり、またほとんど移動しない界面もあることを示している。Fig. 2. 15で特徴的な点は、フェライトとオーステナイトの結晶方位関係がK-S関係に近い界面(K-S関係からおよそ $9^\circ$  未満の方位差)は、すべて移動距離が $1\mu\text{m}$ 未満という点である。このようにK-S関係から一定の方位差までの界面は、移動が顕著に抑制されている。一方、フェライトとオーステナイトの方位関係がK-S関係から方位差 $\Delta\theta^{\text{KS}}$ が $9^\circ$  以上の界面には、移動距離が大きいものと小さいものがある。ただし、この粒成長の観察について注記しておきたいことは、観察は2次元平面で行っているということであり、試料内部の界面移動の挙動はもちろん観察できない点である。そのため、動いていない界面でも試料内部では動いている可能性がある。ただしその可能性を考慮しても、観測したN数の大きさからK-S関係に近い方位の粒界は移動が抑制されていると判断できる。この結果は界面易動度が結晶方位関係の影響を受けることを示している。

#### 2.3.4 表層とバルク内部での変態生成相の結晶方位の比較

2.2.3 節で述べたように、EBSD 測定においては SEM から照射される電子線が試料に入射した後、その表面から  $50\text{nm}$  程度の領域で散乱した電子線を検出する。すなわち、高温 *in situ* EBSD 測定で得られた情報は試料の極表層の状態に限られる。そのため  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態によって試料の表面に現れたオーステナイトの結晶方位がバルク内部で生じる場合と同じかどうかを検証することが必要である。この目的に対して、従来の文献において  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態によってバルク内部で生成するオーステナイトの集合組織が報告されているので、その結果と本研究の EBSD 測定のオーステナイト方位の集合組織を比較することで検証する。

鋼の変態集合組織に関する研究において、鋼の加熱過程の  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態で生成するオーステナイトの集合組織が、X線や中性子回折によってその場測定され、典型的な集合組織が示されている[14-17]。圧延材のオーステナイトの典型的な集合組織をミラー指数表示で表すと、Copper 方位と呼ばれる  $\{112\}\langle 111\rangle$ 、および Brass 方位と呼ばれる  $\{011\}\langle 211\rangle$ に強い集積が現れることが報告されている。ここでミラー指数  $\{hk1\}\langle uvw\rangle$ で表示した結晶方位は、試料の圧延面と結晶面  $\{hk1\}$ が平行、かつ圧延方向と結晶方向  $\langle uvw\rangle$ が平行な結晶方位を表す。

本章の高温 *in situ* EBSD 測定で観察した 154 個のオーステナイト粒を、EBSD データの解析ソフト OIM analysis (TSL ソリューションズ Japan) を用いて 1 つの結晶データに統合した後、Discrete binning 法 [18] により Table 2.1 で説明した方位密度分布関数 (ODF) を解析した。Fig. 2.16 にオーステナイト粒の ODF の  $\phi_2 = 0^\circ$  断面、および  $\phi_2 = 45^\circ$  断面を示す。

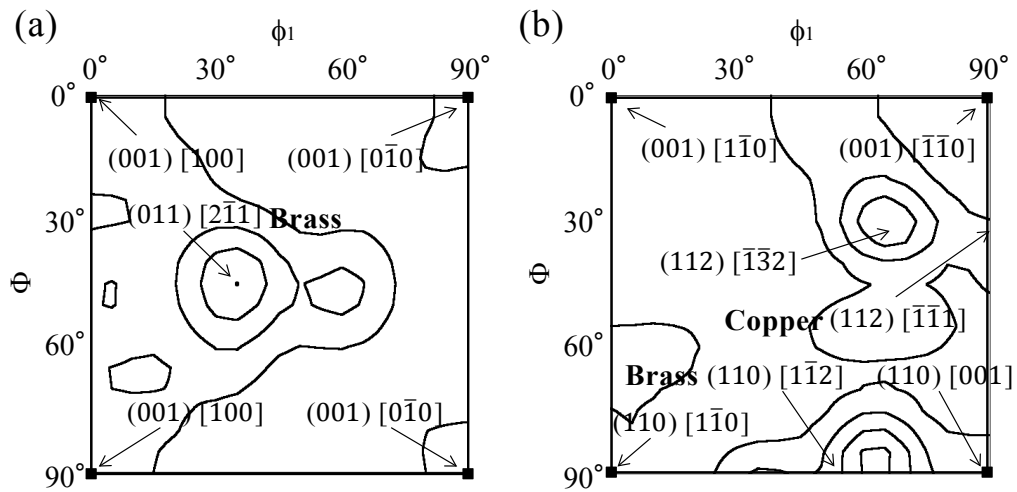


Fig. 2.16 *In situ* EBSD 測定による変態オーステナイトの結晶方位データから解析した集合組織 (ODF における (a)  $\phi_2 = 0^\circ$  断面, (b)  $\phi_2 = 45^\circ$  断面。等高線は、該当の結晶方位の集積度のランダムな集合組織の集積度に対する倍数を表す。)

オーステナイトの結晶方位は、 $\phi_2 = 0^\circ$  断面の  $(011)[2\bar{1}\bar{1}]$ 、および  $\phi_2 = 45^\circ$  断面の  $(110)[1\bar{1}\bar{2}]$  と  $(112)[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  に強く配向している。これらの結晶方位は、中性子回折実験によって測定されたバルク試料内部の典型的なオーステナイトの集合組織の特徴 (上述の Copper 方位と Brass 方位) と一致している [14-17]。このことから、本実験の高温 *in situ* EBSD 測定において得られたオーステナイトの結晶方位は、バルク内部で生成するものと同じであるといえる。



### 2.3.5 高温 *in situ* 観察中の脱 Mn の影響

高温 *in situ* 観察中の脱 Mn による試料表面の状態の変化について、Fe-0.1%C-1.0%Mn(mass%)合金の測定において検証を行った。高温 *in situ* EBSD 測定において、2相温度域の730°Cに到達後、5分以内に測定した結果を Fig. 2.17(a)に、さらに約20分経過後に同一視野を測定した結果を Fig. 2.17(b)に示す。同図は母相フェライト組織をIQマップで表示しオーステナイト結晶粒を赤色で示した。加熱保持から5分後のFig. 2.17(a)ではフェライトとオーステナイトの2相状態が観察されたが、20分経過後に再び測定した Fig. 2.17(b)の状態ではオーステナイトのほとんどが消失していた。このように、Fe-0.1%C-1.0%Mn(mass%)鋼の高温 *in situ* 観察では一定時間経過後にオーステナイトが消失する現象が起こる。一度オーステナイトが消失した状態の試料は、約910°C(≒純鉄のA<sub>3</sub>点)まで昇温しなければ再びオーステナイトが現れなかった。

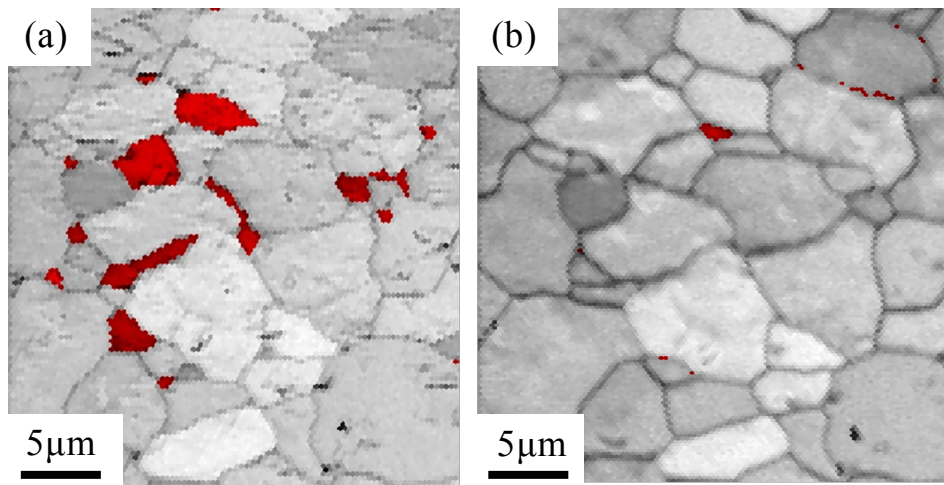


Fig. 2.17 730°Cにおける時間経過が試料表面組織に及ぼす影響

(a)730°C到達後で5分以内に測定、(b)730°C到達後20分経過後に同じ視野を再測定

2相温度域で保持中にオーステナイトが時間経過とともに消失する原因を考察すると、Mnの蒸気圧が低いために、Mnが試料表面から真空中に脱離すること、ならびにそれに付随して起こる炭素の試料内部への拡散に起因すると考えられる。すなわ

ち、Mnの真空中への脱離によって試料表面近くはMn濃度が低下する。低Mn濃度になった試料表面に比べ、試料内部は相対的にMn濃度が高い状態になることから、この状態の試料内の炭素の活量を考えると、低Mn濃度の表層付近において高く、高Mn濃度の試料内部において低いと予想される。したがって、炭素原子は活量の低くなる試料内部側へ拡散したと考えられる。

これらの作用によって、高温 *in situ* EBSD観察中の試料表層においては、高温で一定時間が経過した後はMnが脱離するだけでなく、炭素の濃度も低下すると考えられる。その結果、試料表層が純鉄に近い状態に変化し、 $A_{c1}$ 点および $A_{c3}$ 点が上昇して2相温度域が縮小したと推定される。高温における試料表面の組成変化を避けて相変態現象を測定するには、本研究で行ったような観察表面からMnの脱離が進む前に極短時間で測定を行うか、Mnを含まない鋼の試料を用いる方法が有効である。

## 2.4 考察

### 2.4.1 フェライトから生成するオーステナイトの結晶方位関係の頻度

高温 *in situ* EBSD測定によって $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態を直接観察した結果、生成するオーステナイトはフェライトの粒界3重点において生成することを示した。レプリカTEM観察法を用いて $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態が起こる前の組織を観察した結果、セメンタイトの粒子は組織内にランダムに分散しており、特に粒界3重点に偏在していないことを確認した。このことは、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態前のセメンタイトの位置と、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態後のオーステナイトの位置が一致していないことを示している。すなわち、本試料における $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態においては、オーステナイトはセメンタイトを起点として生成していないことが判り、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態のける結晶学的関係にセメンタイトの方位は寄与していないと考えられる。

$\alpha \rightarrow \gamma$ 変態で生成するオーステナイト粒と母相フェライト粒の間の結晶方位関係は、1つのフェライト粒とK-S関係をほぼ正確に満たすだけでなく、このK-S関係に加えて、K-S関係から $10^\circ$ 以内の方位差も近い方位関係と考えると、その他の1つ以上のフェライト粒ともK-Sに近い方位関係( $\Delta\theta^{KS} \leq 10^\circ$ )を有していることが明らかになった。実験では、53%のオーステナイト粒が複数のフェライト粒とK-S関係から $10^\circ$ 以内の方位関係にあった。

しかしながらこのような方位関係が優先的に選択されていたかどうかについては明確ではなく、K-S 関係から  $10^\circ$  以内という広い方位関係を設定したために、偶然に頻度が高まった可能性が残っている。そこで、K-S 関係に近い方位関係が優先的に選択されたか否かを評価するための比較対象として、仮想的にオーステナイト粒が 1 つの隣接フェライト粒とだけ正確な K-S 関係を満たすと仮定して、その時の方位関係の成立頻度を見積もった。方位関係の成立頻度に実測と見積もりの間で差があれば、特定の方位関係が優先的に選択されていることを意味し、両者が一致すれば 1 つのフェライト粒と K-S 関係が選択されるだけで、他の方位関係はランダムということである。

具体的な検証は、1 つの隣接フェライト粒とのみ正確な K-S 関係を満たすオーステナイト方位を、次の条件のもとで見積もった。第 1 の条件として、3 重点に生成するオーステナイトはいずれか 1 つの母相フェライト粒とのみ正確に K-S 関係を成立させると仮定する。このときの母相フェライト粒の方位は実験データを用いる。第 2 の条件として、その他の 2 つの母相フェライト粒とオーステナイト粒との結晶方位関係はランダムに決定されると仮定する。これらの仮定のもとで、3 重点におけるオーステナイト粒と 3 つのフェライト粒との方位関係を K-S 関係からの方位差  $\Delta\theta^{KS}$  の大きさによって分類して示した。

一方、実験データからは、Fig. 2.18 に模式図に示すようにオーステナイト粒の周りで最も K-S 関係に近い方位関係の界面を界面 1 とし、同様に、2 番目に K-S 関係に近い界面を界面 2 とし、3 番目に近い界面を界面 3 と表すことにする。この結果と前述の仮定の下でのシミュレーション結果を比較する。

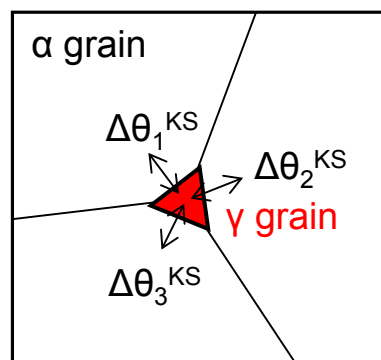


Fig. 2.18 K-S 関係からの方位差に基づく界面 1、界面 2、界面 3 の分類方法

K-S 関係からの方位差 $\Delta\theta^{KS}$ に関するデータを用いて、界面 1、界面 2、界面 3 のそれぞれにおける方位関係の頻度分布を Fig. 2. 19(a)～(c)に示す。

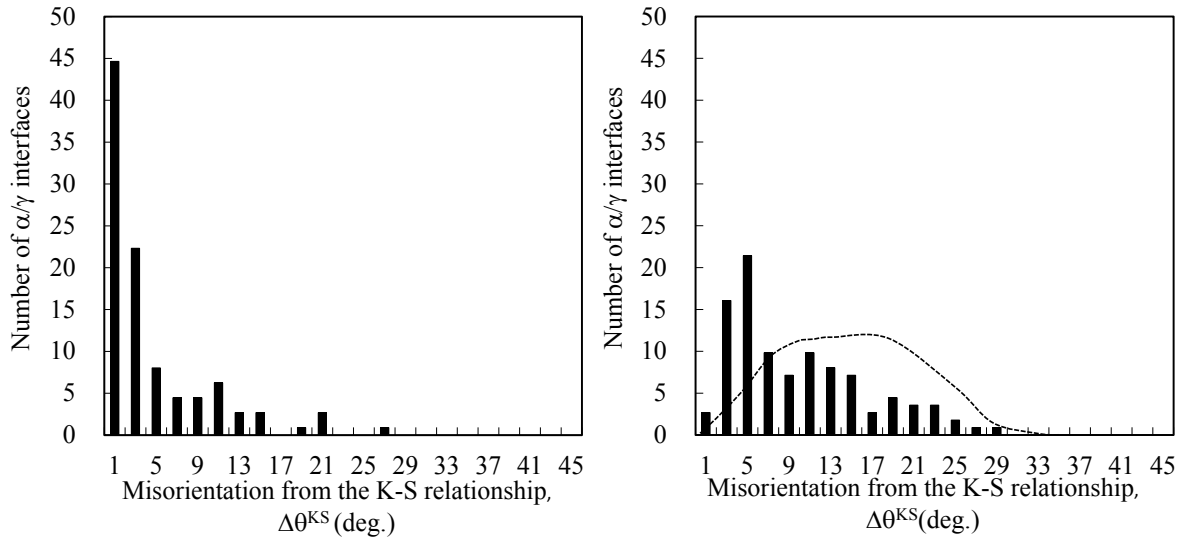
第 1 の界面については、Fig. 2. 9(a)に示すように K-S 関係( $\Delta\theta^{KS}=0^\circ$ )の頻度が非常に高い。この結果は、すでに Table 2. 4 で示した実験結果に対応しており、オーステナイト粒は 1 つの隣接フェライト粒とはほぼ正確な K-S 関係を満足している。

次に Fig. 2. 19(b)の第 2 の界面において、実測の頻度を見ると K-S 関係から $\Delta\theta^{KS}=3\sim 7^\circ$ 程度の方位差を持った関係の頻度が高いことがわかる。同図には、方位関係がランダムに選ばれたと仮定して見積もった頻度分布を点線で示しているが、 $\Delta\theta^{KS}=3\sim 7^\circ$ において実測の方位関係はランダムの分布よりも頻度が高い。このことから、2 つ目の隣接フェライト粒との間においても K-S 関係に近い方位関係が優先的に選ばれていると考えられる。ただし、界面 2 においては正確な $\Delta\theta^{KS}\leq 2^\circ$ の K-S 関係の頻度は非常に低い。

第 3 の界面は方位差が大きい結晶方位関係になっている。ランダムに方位関係が選ばれたときの分布に近いが、 $\Delta\theta^{KS}=3\sim 13^\circ$ における頻度に見られるように、K-S 関係に近い方位関係の頻度が僅かに多い傾向もある。第 3 の界面の方位関係については、ランダムか K-S 関係に近づこうとしているかどうかは、この実験からは明確ではない。

このように、 $\alpha\rightarrow\gamma$ 変態で生成するオーステナイト粒は複数の隣接フェライト粒と K-S 関係、または K-S 関係に近い方位関係を高い頻度で満たす傾向がある。しかしながら、2 次元的な観察では試料の内部に存在する別のフェライト粒との方位関係を測定することができないため、正確に幾つの隣接フェライト粒との間でこのような方位関係を満たすかについては明確ではない。オーステナイト粒と 3 次元的に隣接するすべてのフェライト粒との間で、K-S 関係に近い方位関係が選択されているかについては、第 3 章において 3 次元組織の方位解析を行って検討する。

(a) 界面 1 ( $\Delta\theta^{KS}$  が最も小さい方位関係) (b) 界面 2 ( $\Delta\theta^{KS}$  が 2 番目に小さい方位関係)



(c) 界面 3 ( $\Delta\theta^{KS}$  が 3 番目に小さい方位関係)

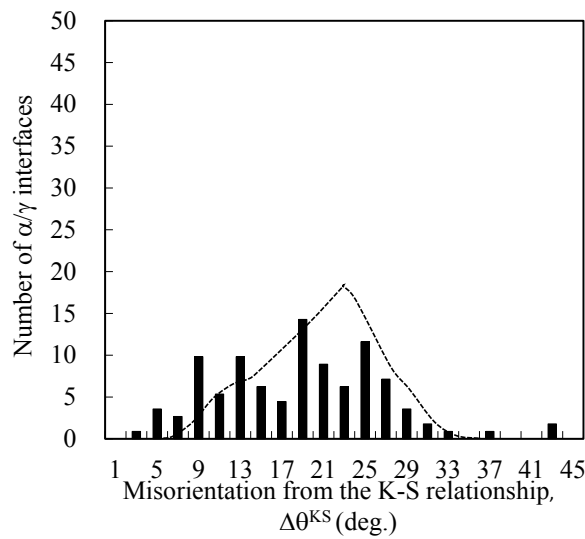


Fig. 2.19 オーステナイト粒と複数のフェライト粒の結晶方位関係を $\Delta\theta^{KS}$ の大きさの順に3つのグループに分類した結晶方位関係の頻度分布

- (a) 界面 1 ( $\Delta\theta^{KS}$  が最も小さい方位関係)、
- (b) 界面 2 ( $\Delta\theta^{KS}$  が 2 番目に小さい方位関係)、
- (c) 界面 3 ( $\Delta\theta^{KS}$  が 3 番目に小さい方位関係)

## 2.4.2 フェライトとオーステナイトの最密面と最密方向の方位差

前節において、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態で生成するオーステナイトは隣接する1つの母相フェライト粒と K-S 関係を満たすだけでなく、その他の1つ以上のフェライト粒とも K-S 関係から  $10^\circ$  程度までずれた方位関係を満たすことを示した。K-S 関係からずれた結晶方位関係をより詳しく理解するために、次に示すようにずれの向きを2つの成分に分けて検討した。

K-S 関係ではフェライトとオーステナイトの結晶方位に次に示す最密面 (close-packed plane) の平行と最密方向 (close-packed direction) の平行関係がある。

$$\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha, \langle 011 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha \quad (2.6)$$

オーステナイト粒とその周囲のフェライトとの結晶方位関係が K-S 関係からずれるとき、これらの平行関係に方位差を生じる。このとき最密面の方位差  $\Delta\theta_{\text{cpp}}(\{111\}_\gamma$  と  $\{011\}_\alpha$  の法線の成す角)、と最密方向の方位差  $\Delta\theta_{\text{cpd}}(\langle 011 \rangle_\gamma$  と  $\langle 111 \rangle_\alpha$  の成す角) のずれの傾向を明らかにするために式 (2.7) と (2.8) によって解析した。

$$\Delta\theta_{\text{cpp}} = \text{acos}((\mathbf{g}^{\gamma-1}\mathbf{P}_{\text{cpp}}^\gamma) \cdot (\mathbf{g}^{\alpha-1}\mathbf{P}_{\text{cpp}}^\alpha)) \quad (2.7)$$

$$\Delta\theta_{\text{cpd}} = \text{acos}((\mathbf{g}^{\gamma-1}\mathbf{P}_{\text{cpd}}^\gamma) \cdot (\mathbf{g}^{\alpha-1}\mathbf{P}_{\text{cpd}}^\alpha)) \quad (2.8)$$

$\mathbf{g}^\alpha$  および  $\mathbf{g}^\gamma$  はフェライト、オーステナイトの結晶方位であり式 (2.4) で与えられる。 $\mathbf{P}_{\text{cpp}}$  と  $\mathbf{P}_{\text{cpd}}$  はフェライトおよびオーステナイトの最密面の法線方向と最密方向を表すベクトルであり、いずれも結晶座標系で定義する。 $\mathbf{g}^\alpha$  と  $\mathbf{g}^\gamma$  の逆行列を結晶座標系のベクトル  $\mathbf{P}_{\text{cpp}}$  と  $\mathbf{P}_{\text{cpd}}$  に掛けることで結晶座標系から試料座標系に変換し、同一の座標系で内積を計算することによって  $\mathbf{P}_{\text{cpp}}$  と  $\mathbf{P}_{\text{cpd}}$  の方位差を計算している。 $\mathbf{P}_{\text{cpp}}$  と  $\mathbf{P}_{\text{cpd}}$  は Table 2.2 に記載の K-S 関係のバリエーションに対応した最密面の法線方向と最密方向の Miller 指数を代入する。具体的な例を挙げると、フェライト粒とオーステナイト粒が V1 の関係にあるとき、フェライトとオーステナイトのそれぞれの最密面の法線方向と最密方向は Table 2.2 の Miller 指数を参照して次の成分が与えられる。

$$\mathbf{P}_{\text{cpp}}^\alpha = \begin{pmatrix} -1 \\ 1 \\ 0 \end{pmatrix}, \quad \mathbf{P}_{\text{cpd}}^\alpha = \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \\ -1 \end{pmatrix} \quad (2.9)$$

$$\mathbf{P}_{\text{cpp}}^\gamma = \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \\ -1 \end{pmatrix}, \quad \mathbf{P}_{\text{cpd}}^\gamma = \begin{pmatrix} 1 \\ -1 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (2.10)$$

式 (2. 7) と (2. 8) は、結晶面  $\mathbf{P}_{\text{cpp}}$  と結晶方位  $\mathbf{P}_{\text{cpd}}$  に  $\mathbf{g}^{\gamma^{-1}}$  と  $\mathbf{g}^{\alpha^{-1}}$  を掛けて共通の試料座標系で表した後、その内積から方位差を求めている。

なお、本研究で測定した 154 個のオーステナイト粒は、それぞれ複数 (2~4 個) のフェライト粒と隣接しており合計で 476 の方位関係がある。これらのオーステナイト粒とこれらのフェライト粒との間の最密面の方位差  $\Delta\theta_{\text{cpp}}$  と最密方向  $\Delta\theta_{\text{cpd}}$  の方位差を解析した。フェライトとオーステナイトの最密面の方位差  $\Delta\theta_{\text{cpp}}$  と最密方向の方位差  $\Delta\theta_{\text{cpd}}$  を Fig. 2. 20 に示す。

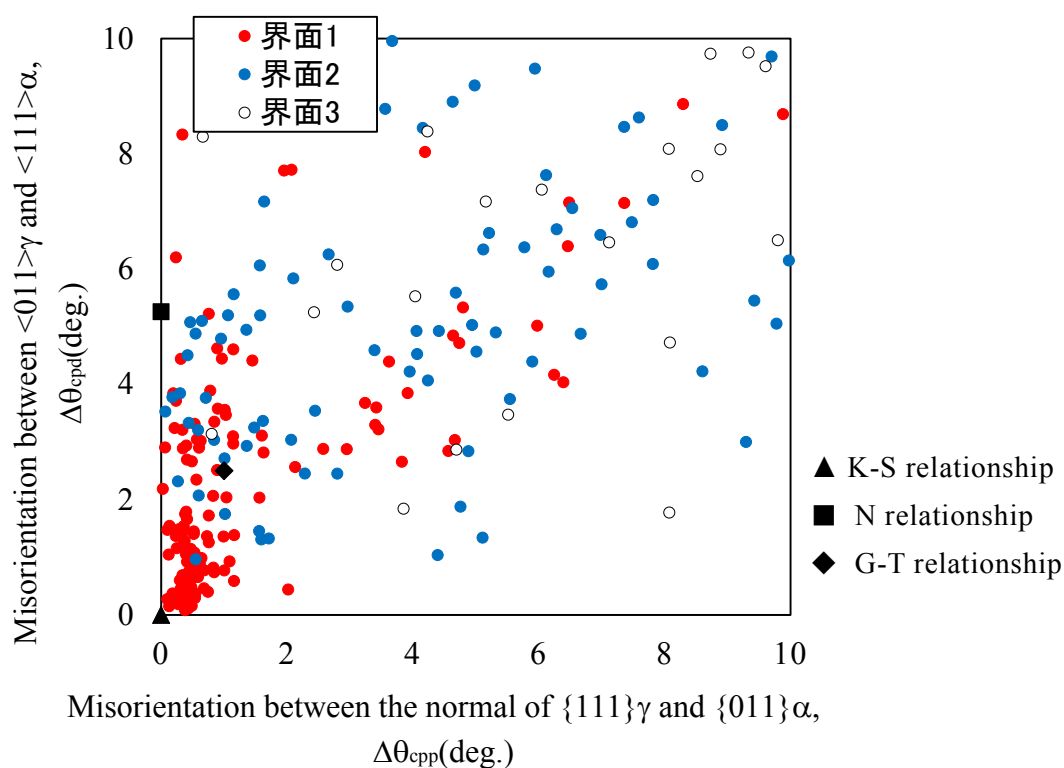


Fig. 2. 20 隣接するフェライトとオーステナイトの間の最密面方位差  $\Delta\theta_{\text{cpp}}$  と最密方向方位差  $\Delta\theta_{\text{cpd}}$

同図のプロットは、Fig. 2. 18 の模式図で説明したのと同様に、それぞれのオーステナイトが複数のフェライト粒との K-S 関係からの方位差  $\Delta\theta^{\text{KS}}$  の大きさによって分類して示した。すなわち、オーステナイト粒の周りで最も K-S 関係に近い界面を界面 1 として赤のプロットで表し、2 番目に K-S に近い界面 2 を青のプロット、3 番目

に近い界面を白のプロットで表した。また、同図には K-S 関係、N 関係、および下記の Greninger-Troiano (G-T) の関係 [19] に相当する方位差を、それぞれ、▲、■、◆ で示した。

$$\text{G-T relationship: } (111)_\gamma \sim 1^\circ // (011)_\alpha, \quad [\bar{1}01]_\gamma \sim 2.5^\circ // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha \quad (2. \ 1 \ 1)$$

第 1 の界面(赤のプロット)は、最密面の方位差  $\Delta\theta_{\text{cpp}}$  が  $0 \sim 2^\circ$ 、最密方向の方位差  $\Delta\theta_{\text{cpd}}$  が  $0 \sim 6^\circ$  の範囲にプロットが集中している。この方位関係は最密面の平行をほぼ完全に満たしつつ、最密方向のずれ角度が  $0 \sim 6^\circ$  までを持つ傾向がある。この範囲の方位関係は、K-S 関係 ( $\Delta\theta_{\text{cpp}}=0^\circ$ 、 $\Delta\theta_{\text{cpd}}=0^\circ$ ) から、N 関係 ( $\Delta\theta_{\text{cpp}}=0^\circ$ 、 $\Delta\theta_{\text{cpd}}=5.3^\circ$ ) に相等する。また第 2 の界面(青)も、同様の K-S 関係から N 関係の間の方位関係を満たすものが多い。第 3 の界面は  $\Delta\theta_{\text{cpp}}$  と  $\Delta\theta_{\text{cpd}}$  の両方に大きな方位差をもった方位関係が多数である。

以上の結果から、フェライトとオーステナイトが K-S 関係に近い結晶方位関係にあるとき、その K-S 関係からのずれは、最密面同士の平行関係を維持しつつ、その面内方向で方位差が生じやすいことが判った。このようにフェライトとオーステナイトの結晶方位が特定の結晶面の平行関係にあることは、これらの結晶粒の界面に特徴的な結晶面が表れている可能性を示唆する。この点については、第 4 章において 3 次元結晶方位測定に基づく界面方位解析を行って、再び考察する。

## 2.5 まとめ

鋼の昇温過程で起こる  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態のオーステナイトの生成と成長を、高温 *in situ* EBSD 測定によって直接的に観察し、次の結果を得た。

- (1)  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態で生成したオーステナイトは、試料表面の 2 次元的な観察からは、そのほとんどがフェライト組織の粒界 3 重点で生成した。オーステナイト粒の結晶方位関係は、1 つのフェライト粒とほぼ正確な K-S 関係を満たすだけでなく、その他の隣接フェライト粒と K-S 関係から方位差  $10^\circ$  以下の方位関係を満たす。観測したオーステナイト粒のうち、このような複数の方位関係を同時に満たすものの個数は、全体の約 53% である。この方位関係の成立頻度をランダムな方位関係を想定したときの成立確率と比較した結果、K-S 関係とそれに近い方位関係は優先的に選択される傾向を示した。



- (2) フェライトとオーステナイトが K-S 関係から方位差  $10^{\circ}$  以内の方位関係を満たすとき、その両者の最密面の平行関係をほぼ完全に満たしつつ、最密方向のずれ角度は  $0\sim 6^{\circ}$  までを持つ傾向にある。
- (3) オーステナイトの粒成長過程において、粒界面の移動はK-S関係、またはK-S関係に近い方位関係(方位差 $9^{\circ}$  以内)を満たす時に易動度が著しく低下する。粒成長に伴う界面移動は、K-S関係からの方位差が大きい界面で起こる。
- (4) 高温 *in situ* EBSD法による  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の観察は、真空中での試料表面に現れているオーステナイトの結晶方位を測定する手法であるが、その集合組織解析に基づく検証 によって、オーステナイトの結晶方位は従来の中性子回折実験で測定された試料内部で生成する結晶方位とほぼ同一であることを明らかにした。このことから、高温 *in situ* EBSD測定結果はバルク現象を解析できている。
- (5) Mnを含む鋼材を高温 *in situ* EBSD観察する場合、表面からの脱Mnにより表面における組成が変化する。またMnの脱離に伴って試料の表層付近が低Mn濃度の状態になるとともに、試料内に形成されるMnの濃度分布によって、炭素の試料内部方向への拡散が促進されると考察した。試料表層が脱Mnおよび脱C化することによって、高温 *in situ* EBSD観察中に鋼の試料表面の状態が低Mn濃度および低C濃度の状態になると推定した。この場合、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の開始温度が上昇しフェライトとオーステナイトの2相共存状態の測定が困難になる。

## 〔第2章の参考文献〕

- [1] M. Nemoto: Metall. Trans., **8A** (1977), 431-437
- [2] 小溝裕一：溶接学会誌, **77** (2008), 290-295
- [3] D. M. Kirch, A. Ziemons, I. Lischewski, D. A. Molodov and G. Gottstein: Mater. Sci. Forum, **558-559** (2007), 909–914
- [4] I. Lischewski and G. Gottstein: Mater. Sci. Forum, **495-497** (2005), 447–452
- [5] I. Lischewski and G. Gottstein: Acta Mater., **59** (2011), 1530–1541
- [6] T. Fukino and S. Tsurekawa: Mater. Trans. JIM, **49** (2008), 2770–2775
- [7] 鈴木清一：顕微鏡, **39** (2004), 122
- [8] R. J. Schwartz, D. P. Field, B. L. Adams, M. Kumar and A. J. Schwartz: “Electron Backscatter Diffraction in Material Science”, (2009), 1–20
- [9] L. Reimer: “Image Formation in Low-Voltage Scanning Electron Microscopy”, SPIE Optical Engineering Press, Vol. TT12 (1993), 1–13
- [10] M. Calcagnotto, D. Ponge, E. Demir and D. Raabe: Mater. Sci. Eng., **527A** (2010), 2738–2746
- [11] H. J. Bunge and C. Esling: “Quantitative Texture Analysis” Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, (1982)
- [12] M. P. Butrón-Guillén, C. S. Costa Viana and J. J. Jonas: Metall. Mater. Trans., **28A** (1997), 1755–1768
- [13] O. Rodrigues: J. Math. Pures Appl., **5** (1840), 380
- [14] G. Brückner and G. Gottstein: ISIJ Int., **41** (2001), 468–477
- [15] N. Yoshinaga, H. Inoue, K. Kawasaki, L. Kestens and B. C. De Cooman: Mater. Trans., **48** (2007), 2036–2042
- [16] T. Tomida, M. Wakita, M. Yasuyama, S. Sugaya, Y. Tomota and S. C. Vogel: Acta Mater., **61** (2013), 2828–2839
- [17] R. K. Ray, J. J. Jonas, M. P. Butrón-Guillén and J. Savoie: ISIJ Int., **34** (1994), 927–942
- [18] S. Matthies and G.W. Vinel: Mat. Sci. Forum, **157-162** (1994), 1641–1646
- [19] A. Greninger and A. Troiano, Metal Trans., **185** (1949), 590–598

## 第 3 章 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイト粒の 3 次元的生成位置の特徴と結晶方位関係

### 3.1 諸言

第 2 章において、鋼の昇温過程で起こる  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態のオーステナイト粒の生成と成長を、高温 *in situ* EBSD 測定によって直接観察するとともに、母相フェライト粒との結晶方位関係を解析した。試料表面の 2 次元的測定においては、オーステナイト粒は母相フェライトの粒界 3 重点で生成する。その結晶方位は、複数の母相フェライト粒との間で K-S 関係、または K-S 関係から数度の方位差を持った方位関係が満足されることを示した。またオーステナイト粒の成長においては、特定の結晶方位関係を持たない  $\alpha/\gamma$  界面が優先的に移動し、K-S 関係やそれに近い方位関係の界面はほとんど移動しない。

これらの  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の特徴が高温 *in situ* 測定による直接観察によって明確になったことは重要である。しかしながら、前章の高温 *in situ* EBSD 観察によって得られた情報は試料表面の 2 次元情報であり、言い換えればバルク試料のある断面に限られ、内部の情報が測定できない点で十分とは言えない。例えば、第 2 章において  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態のオーステナイトの生成はフェライトの粒界 3 重点で観察されたが、実際の変態は 3 次元的な試料内部で発生し、成長によって試料表面に現れたものを観察したに過ぎないかもしれない。本来のオーステナイトの生成サイトは粒界エッジ、粒界コーナー、あるいは粒界面という 3 次元的な議論が必要である。相の生成サイトは相変態のメカニズムに根本的に関わる要素であるが、表面からの観察ではこれらのサイトを識別することができない。また  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態に及ぼす結晶学的影響を議論するには、試料の内部でオーステナイト粒に隣接している母相フェライト粒との結晶方位関係、ならびにオーステナイトとフェライトとの粒界面の状態を測定することが必要である。

これらの点を明らかにするには、オーステナイトとフェライトの 3 次元組織とその結晶方位に関する情報が必要である。しかしながら、高温で現れる  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の組織を直接かつ 3 次元的に方位測定することは実験技術上の困難がある。本研究では、マルテンサイトのバリエーション解析による旧オーステナイト方位の解析法を応用

することで、高温で生成したオーステナイトの結晶学的情報を再現する手法に着目した。その手法の概念図を Fig. 3.1 に示す。一旦熱処理で試料を加熱し、母相フェライト組織に部分的にオーステナイトを生成させた後、急冷してオーステナイトをマルテンサイトに変態させる。このフェライト-マルテンサイト組織について集束イオンビーム(FIB)を用いたシリアルセクションング法[1]により 3 次元結晶方位の再構築を行った後、マルテンサイトのバリエーションを逆解析することによって焼入れる前のオーステナイト粒の結晶方位を求める。この旧オーステナイト方位の解析手法は、Humbert ら[2, 3]によって定式化され、その後幾つかの自動解析プログラムが開発された[4-6]。日本では東北大学の宮本らが開発している[5]。我々の研究グループでも、本研究に合わせて独自のプログラムを開発した[6]。本章では、この方法に基づく 3 次元オーステナイト結晶粒の再構築の計算法を示すとともに、その計算で得た結晶学的情報に基づいてオーステナイトと母相フェライトとの結晶方位関係を解析する。

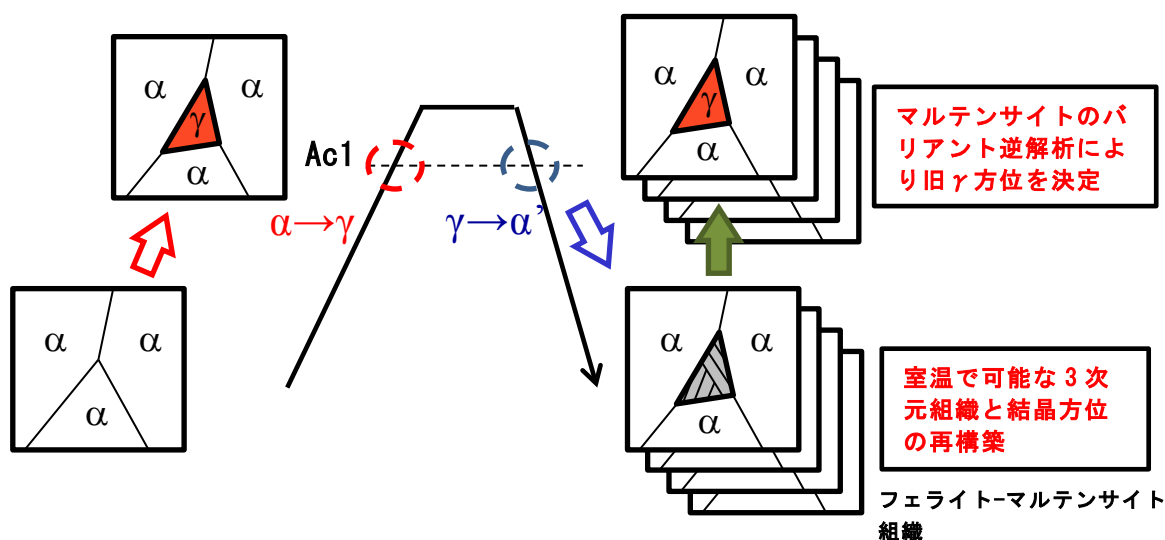


Fig. 3.1 フェライト-オーステナイトの 3 次元結晶方位像の再構築法の概念図

### 3.2 実験方法

本章の実験に用いる試料は、第2章の2.2.1節で述べたFe-0.1%C-1.0%Mn (mass%)合金のベース鋼を用いた。ベース鋼の板厚1mmの冷延板から、30mm×200mmの短冊状の試験片を切断加工し、熱処理装置を用いて710°Cおよび730°Cへ加熱した後、直ちに1000°C/s以上の水冷により焼き入れた。焼入れ組織の観察のため熱処理材から5mm×7mmの鋼板試料を採取し、表面を機械研磨とバフ研磨を施した後、ナイタールで腐食してFEI社製Quanta 200 FEGを用いてSEM観察を行った。また同じ熱処理材から10mm角の試料を採取し、2000番までの研磨紙を用いた機械研磨で0.1mm厚さの薄片とし、その後化学研磨により50 μm厚以下にしてから3mm径の試料を打ち抜き、過塩素酸と酢酸の混合電解液(5% $\text{HClO}_4$ +95% $\text{CH}_3\text{COOH}$ )を用いた電解研磨法によって薄膜試料を作製した。観察は大阪大学電子顕微鏡センターにある加速電圧200kVの透過電子顕微鏡HF-2000(日立製)を用いた。

3次元結晶方位測定用の試料は、上記の熱処理材の代表的な組織位置である板厚4分の1深さ位置から採取し、エメリー紙2000番までの機械研磨を施した後、コロイダルシリカ研磨液を用いた最終仕上げ研磨により残留していた表面ひずみ層を除去した。測定装置は、FIBとEBSD検出器を備えた3次元結晶方位測定用のQuanta200 3D FEGを用いて行った。測定時の試料配置はFig. 3.2に示すとおりである。

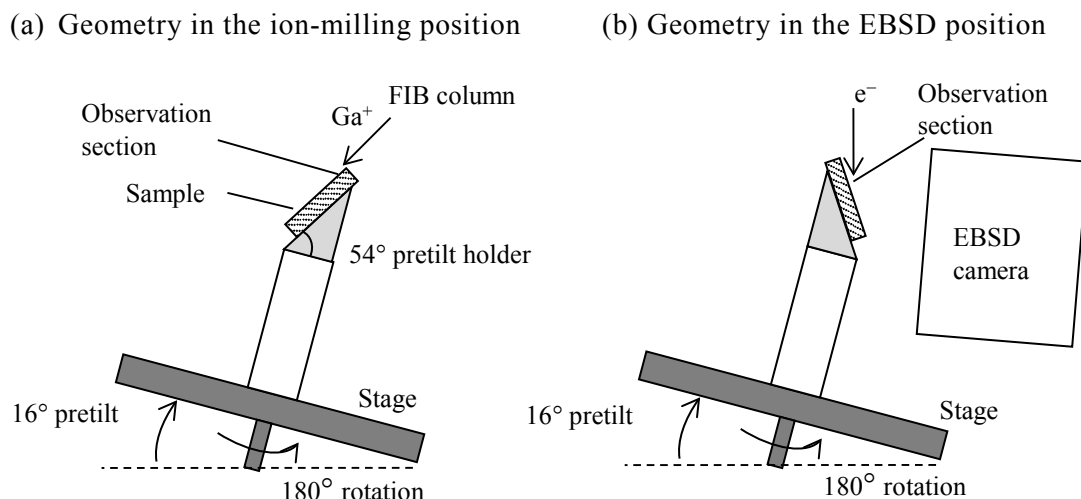


Fig. 3.2 3次元結晶方位測定時のSEMステージ上での試料配置

測定試料は $54^\circ$  のプレチルトホルダー上に置き、さらにステージの傾斜によって $16^\circ$  の傾きが加えられ、EBSD計測時の $70^\circ$  を実現する。試料をFIBの $\text{Ga}^+$ イオンビームによるスパッタリング現象によって一定厚さの断面をスライス加工する時は、Fig. 3.2(a)の状態にステージを移動させる。この時の試料の観察断面は、水平から $38^\circ$  傾斜している。その傾きはFIBのイオン銃の照射軸の傾き(イオン銃の照射軸は水平から $38^\circ$  の傾きでSEMに設置されている)と一致するように幾何学的に配置されている。この状態で、FIBから $\text{Ga}^+$ イオンビームを照射することによって観察断面がスライス加工される。

試料の観察断面をスライス加工した後、その面をEBSD測定するためにはステージを $180^\circ$  回転させて、Fig. 3.2(b)の状態に移動させる。この時の試料の観察面は水平から $70^\circ$  の傾きにある。SEMの電子銃から照射された電子は試料に入射し、その非弾性散乱電子が再び結晶格子によってブラッグ回折された後、反射電子として試料の前方の検出器に菊池パターンを結像する。

上記の試料配置を相互に入れ替えながら、試料の観察断面のスライス加工とEBSD測定を繰り返すことで3次的に連続な断面を再構築することが可能なEBSD像が測定可能となる。観察断面のスライス加工は、 $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ 断面を $0.1 \mu\text{m}$ 間隔で約 $6 \mu\text{m}$ 深さに行い、合計で60枚のスライス像を得た。それぞれのスライス面でのEBSD測定は、 $0.08 \mu\text{m}$ 間隔で行った。その際、試料のスライス加工とEBSD測定を繰り返すためにステージが駆動することによって僅かな機械的誤差が生じ、試料の観察位置にずれが生じる。これによって、観察した連続断面の前後の間に観察領域の位置のずれが生じる。連続断面を積層して3次的に再構築するにあたっては、このずれを補正する必要がある。補正には、結晶方位測定で観察した各断面組織における結晶粒の形状を基準にして、前後の断面組織の位置の誤差が最小になるようにEBSD測定後の各スライスデータの位置合わせを行った。

### 3.3 実験結果

#### 3.3.1 3次元結晶方位測定に用いる熱処理材の組織

鋼材を $710^\circ\text{C}$ および $730^\circ\text{C}$ に加熱し、ただちに焼入れた組織のSEM観察結果をFig. 3.3に示す。Fig. 3.3(a)の $710^\circ\text{C}$ から焼入れた組織には、エッチングによってフ

フェライト粒界が現れており、再結晶を完了したフェライト粒で構成されていることがわかる。組織内に分散している白色の球状の粒子はセメンタイトであり、その多くはフェライト粒内と粒界に観察された。組織内にマルテンサイトは観察されなかったことから、熱処理の加熱過程において710℃まではオーステナイトへの変態は起こらなかったことがわかる。これらの710℃における観察結果は、第2章のFig. 2.4とFig. 2.5に示した薄膜試料およびレプリカ試料のTEM観察の結果と一致する。

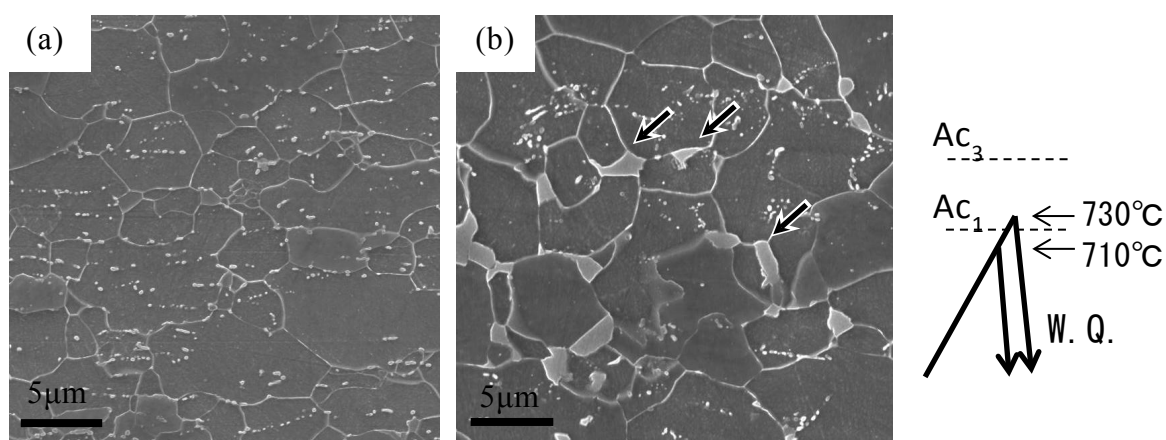


Fig. 3.3 Fe-0.1%C-1.0%Mn (mass%) 合金の各温度からの焼入れ組織 (a)710℃、(b)730℃

Fig. 3.3(b)に示す730℃からの焼入れ組織には、図中の矢印の位置にマルテンサイトが現れた。マルテンサイトのほとんどはフェライトの粒界3重点に位置している。この観察領域のマルテンサイト面積分率はおよそ6%であることから、730℃で生成したオーステナイト分率は6%程度と見積もり、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態初期から焼入れられた組織であることがわかる。Fig. 3.3(b)のフェライトの結晶粒内を見ると、セメンタイトの白色の粒子が残存している。

730℃から焼入れた組織の薄膜試料をTEMにより観察した。典型的な観察結果をFig. 3.4(a)-(d)に示す。焼入れた組織において、マルテンサイトの内部は転位も明確に識別できないほどに歪んでおり、全体が黒いコントラストで現れている。上述のFig. 3.3に示したSEM組織と同様に、本試料においてもセメンタイト粒子は一部粒界に見られるが、ほとんどはフェライト粒内に観察された。

以上の結果から、バルク材の熱処理によって加熱過程で $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態が起こってオーステナイトが僅かに生成し、その状態から冷却中にオーステナイトはすべてマルテンサイトに変態したことがわかる。これらの観察結果は、第2章において実施した高温 *in situ* EBSD測定 of  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態初期の組織変化と一致する。730°Cから焼入れた組織は、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の初期の状態から焼入れた組織であることから、この試料を用いて3次元結晶方位測定を行った。

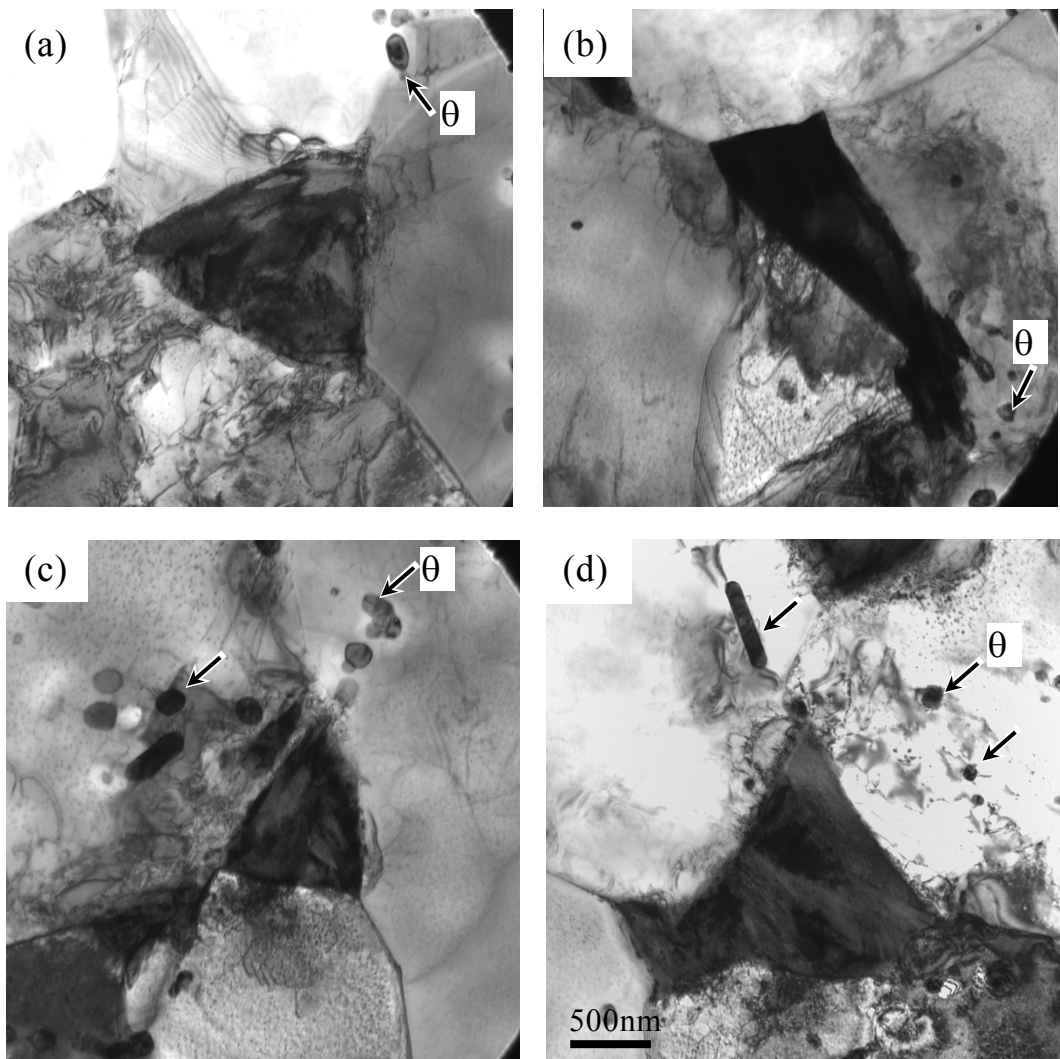


Fig. 3.4 730°Cからの焼入れ組織に含まれるマルテンサイトのTEM明視野像  
(a)-(d) は同一試料における微細なマルテンサイトに着目した観察結果  
(セメンタイト( $\theta$ )粒子を矢印で示す)



### 3.3.2 マルテンサイトからの3次元オーステナイト結晶方位の解析法の開発

フェライト-マルテンサイト組織の連続断面から再構築したEBSD結晶方位マッピング像を得た。その連続断面のデータを用いて再構築したフェライト-マルテンサイト組織の結晶方位の3次元可視化像をFig. 3.5に示す。

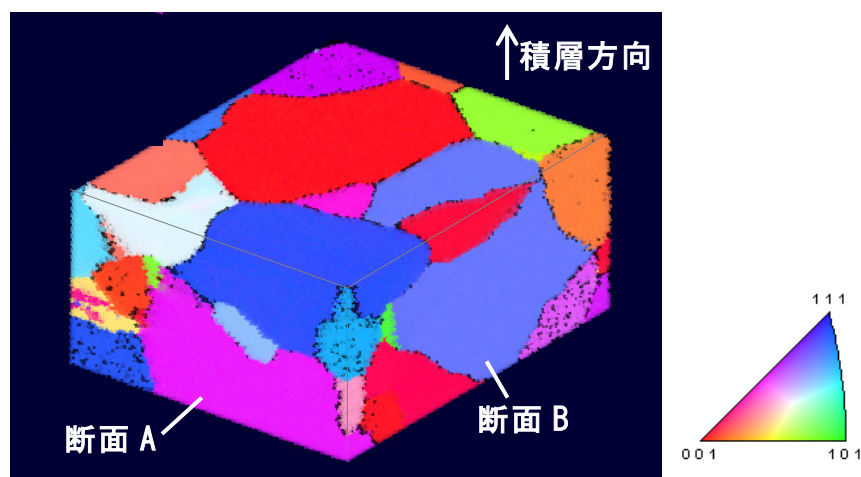


Fig. 3.5 連続測定断面から再構築したフェライト-マルテンサイト組織の結晶方位立体可視化像。結晶粒の色は図中の矢印で示したスライス像の積層方向と平行な結晶方位を、右に示す標準ステレオ三角形の色に対応させて表した。

3次元結晶方位可視化像は、EBSD測定の測定点の間隔( $0.08\ \mu\text{m}$ )と、シリアルセクション法のスライス加工の間隔( $0.1\ \mu\text{m}$ )に基づいて、測定された空間領域を $0.1 \times 0.08 \times 0.08\ \mu\text{m}^3$ の直方体ボクセル(Voxel)で分割し、Voxel単位の結晶方位の集合体として結晶粒を表示したものである。Fig. 3.5において、矢印で示した連続断面の積層方向に垂直な断面AとBに表れている結晶粒界に着目すると、滑らかな連続曲線になっていることがわかる。これは、連続した断面の位置合わせが正しく調整された結果であり、実際の組織が高い精度で再構築されていると言える。

測定した60枚の断面の組織の中で、深さ方向の $0.2\ \mu\text{m}$ 、 $0.4\ \mu\text{m}$ 、 $0.6\ \mu\text{m}$ 、 $0.8\ \mu\text{m}$ 、 $1.0\ \mu\text{m}$ 、 $1.2\ \mu\text{m}$ 位置で測定された断面のEBSD像をFig. 3.6に示す。また測定面の垂直方向の結晶方位を標準ステレオ三角形の色で示す。

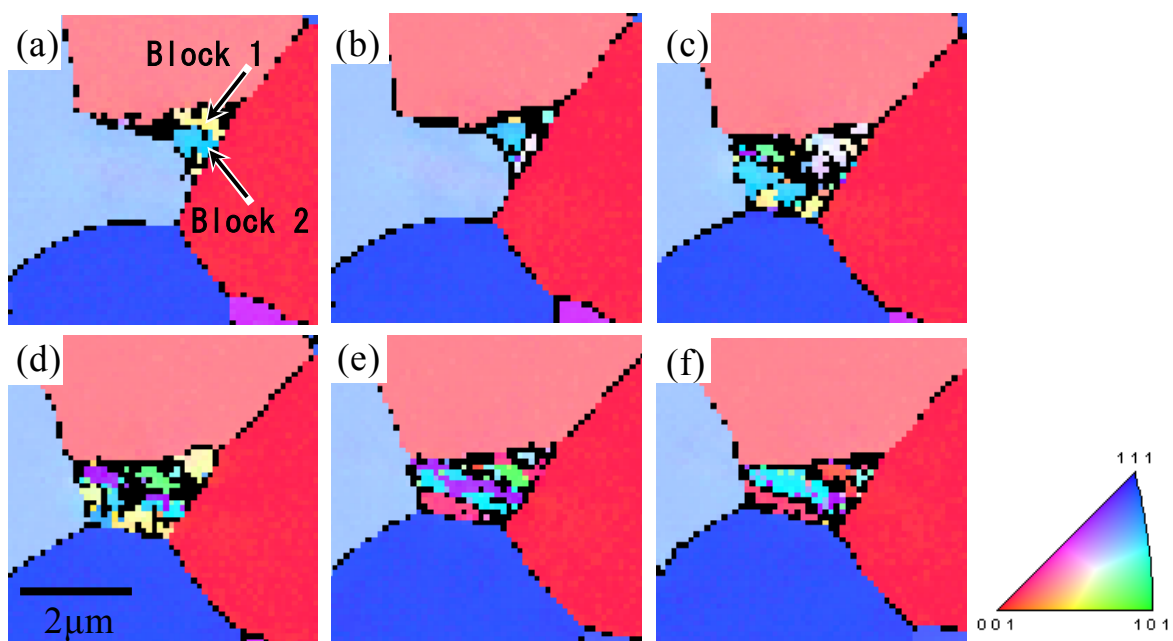


Fig. 3.6 連続測定断面におけるマルテンサイトの結晶方位マップ、それぞれ深さ方向  
 (a) 0.2  $\mu\text{m}$ , (b) 0.4  $\mu\text{m}$ , (c) 0.6  $\mu\text{m}$ , (d) 0.8  $\mu\text{m}$ , (e) 1.0  $\mu\text{m}$ , (f) 1.2  $\mu\text{m}$

組織はフェライトと中央部のマルテンサイトからなることが確認でき、それぞれのマルテンサイト内部には複数の方位を示す違う色の領域が現れ、方位の異なる複数のブロックが存在することが確認できる。たとえば、Fig. 3.6(a)には黄色のBlock1と青色のBlock2が観察される。これら2つのマルテンサイトブロックの結晶方位を001極点図上に投影したものをFig. 3.7(a)に示すが、2種類の異なる結晶方位のブロックが存在している。またマルテンサイトの内部には結晶方位が明確に測定されなかった黒色の領域も確認されるが、この領域もマルテンサイトの一部と考えられる。

Fig. 3.6に示すマルテンサイトは深さ方向に20枚(2  $\mu\text{m}$ )の連続断面内に観察された。それらの断面で観察されたブロックの結晶方位を001極点図に投影した結果をFig. 3.7(b)に示す。図には複数のマルテンサイトブロックの結晶方位が現れている。複数のマルテンサイトブロックは、1つのオーステナイト結晶粒から生成したものであるから、これらの結晶方位の間には特定の結晶方位関係が成立しているはずである。このオーステナイトとマルテンサイトの方位関係を決定すれば、マルテンサイト内に観察されたブロックの結晶方位からその特定の方位関係に基づいて逆計算

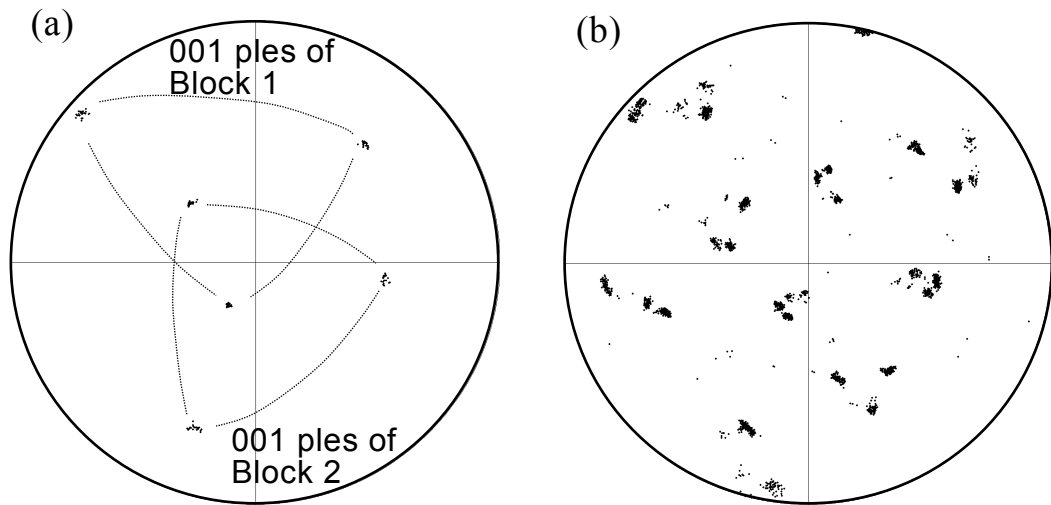


Fig. 3.7 マルテンサイトの001極の極点図表示 (a) Fig. 3.6(a)のマルテンサイトブロックの方位、(b)Fig. 3.6(a)-(f)のマルテンサイトを含む20枚の断面からの方位

することで、旧オーステナイトの結晶方位を求めることができる。その計算法を以下に説明する。この方法は従来報告されている手法に、オーステナイトとマルテンサイトの結晶方位関係を精密化する計算を追加することで、旧オーステナイト方位の決定精度を向上させたものである。

低炭素鋼のマルテンサイトのバリエーションは母相のオーステナイト粒の結晶方位との間で特定の結晶方位関係を満たす。マルテンサイトバリエーションと母相オーステナイトの結晶方位関係を式(3.1)に示す $3 \times 3$ の回転行列で表す。

$$\mathbf{R}_i \mathbf{g}^\gamma = \mathbf{V}_k^{-1} \mathbf{R}_j \mathbf{g}^\alpha \quad (3.1)$$

ここで $\mathbf{g}^\alpha$ と $\mathbf{g}^\gamma$ はフェライト粒とオーステナイト粒の結晶方位を表しており、具体的にはEBSD測定によって得られるオイラー角( $\phi_1, \Phi, \phi_2$ )を第2章の式(2.3)に代入することで得られる。 $\mathbf{R}_i$ (または $\mathbf{R}_j$ )も、式(2.1)に示した通り立方晶の基底軸を変換するための回転行列である。

$\mathbf{V}_k$  ( $k=1, 2, \dots, 24$ )はオーステナイトとマルテンサイトの結晶方位関係を表す行列であり、具体的にはオーステナイトの結晶座標系を特定の結晶方位関係に基づいてマルテンサイトの結晶座標系に一致させる回転行列を表す。炭素鋼のオーステナイト

イトとマルテンサイトの結晶方位関係に関しては、第 1 章で述べたように K-S 関係が一般に知られているが、近年、EBSD 測定を用いた統計計算に基づく精密な解析が行われ、両相の間には正確な K-S 関係ではなく、K-S 関係から一定の角度だけ、ずれた方位関係が成立することが報告されている。Miyamoto ら [5, 7] は、炭素鋼 (Fe-0.15%C-0.2%Si-1.5%Mn-0.029%Nb 合金 (mass%)) のマルテンサイト組織を EBSD 測定し、得られた複数のマルテンサイトの結晶方位情報をもとに、行列計算による結晶学的解析法を適用することによって、マルテンサイトと母相オーステナイトとの結晶方位関係を統計的に求めた。結晶方位関係は、K-S 関係に対して最密面  $\{111\}_\gamma$  と  $\{110\}_{\alpha'}$  の角度が  $1.0\sim 1.5^\circ$ 、最密方向  $\langle 110 \rangle_\gamma$  と  $\langle 111 \rangle_{\alpha'}$  の角度が  $2.7\sim 2.9^\circ$ 、ずれた方位関係であることが示された。Kelly らが TEM 菊池線解析から求めた方位関係も同様の K-S 関係からのずれを示している [8]。K-S 関係からずれた結晶方位関係が現れる理由は、オーステナイトからマルテンサイトへ変態する時に発生するマルテンサイト晶の格子不変変形によって、周囲のオーステナイトが塑性変形を受けることに起因すると考えられる。この時のオーステナイトの結晶回転は、マルテンサイトのバリエーションに依存して一定の方向と大きさで生じる成分があり、その結晶回転分のずれが結晶方位関係に発生すると考えられる [7]。K-S 関係からのずれの大きさは、合金の成分やマルテンサイト変態が起こる変態温度や母相の変形状態によって様々である。

本研究の合金においても、旧オーステナイト方位の解析精度を高めるために、マルテンサイトとオーステナイトの正確な結晶方位関係を求める必要がある。結晶方位関係  $\mathbf{V}_k$  の精密化は次に示す解析によって行った。

EBSD測定でマルテンサイト内部に観察された複数のブロックはそれぞれ異なる複数の結晶方位を持つが、その母相オーステナイトの結晶方位は1つである。このことから、正しい結晶方位関係に基づいてマルテンサイトの複数のブロック方位からオーステナイト方位を計算した時、それらは互いに一致するはずである。結晶方位関係が誤っていれば、オーステナイトの方位は一致しない。この関係に基づいて結晶方位関係の最適化計算法を行う。すなわち、予めK-S関係からずれた結晶方位関係を仮定して、複数のブロックの結晶方位から旧オーステナイトの方位を求める試行計算を行い、算出された複数のオーステナイト方位が互いに一致するかどうかを判定する。この方法で、複数の旧オーステナイトの方位差を評価する試行計算を繰り返

した中で、オーステナイト方位が互いに最も良い一致を示したときの結晶方位関係を最適解とする。

具体的な計算方法を以下で説明する。マルテンサイト中の任意の2つのブロックを選び、式(3.1)を用いて旧オーステナイト方位を計算する。この式(3.1)の結晶方位関係 $\mathbf{V}_k$ は、後述する式(3.5)による方法によって仮定したものを用いる。候補の異なる2つのマルテンサイトブロック(ブロックpとブロックqとする)の結晶方位から計算した2つの旧オーステナイト方位 $\mathbf{g}_p^Y$ と $\mathbf{g}_q^Y$ の方位差 $\Delta\theta_{p,q}$ は次の式(3.2)と(3.3)から求まる。

$$\mathbf{M}_{p,q} = \mathbf{g}_p^Y \mathbf{g}_q^{Y^{-1}} = (\mathbf{R}_j \mathbf{V}_k)^{-1} \mathbf{g}_p^\alpha ((\mathbf{R}_l \mathbf{V}_m)^{-1} \mathbf{g}_q^\alpha)^{-1} \quad (3.2)$$

$$\Delta\theta_{p,q} = \cos^{-1} \left( (M_{p,q}[1,1] + M_{p,q}[2,2] + M_{p,q}[3,3] - 1) / 2 \right) \quad (3.3)$$

$\mathbf{M}_{p,q}$ は式(3.1)から得られるブロックpとブロックqの旧オーステナイト方位( $\mathbf{g}_p^Y$ と $\mathbf{g}_q^Y$ )について、 $\mathbf{g}_q^Y$ から $\mathbf{g}_p^Y$ への回転行列を表す。回転角の大きさ $\Delta\theta_{p,q}$ は式(3.3)で求まる。この計算において、結晶方位関係 $\mathbf{V}_k$ のバリエーションの種類を表す指数k(k=1…24)は、方位差 $\Delta\theta_{p,q}$ が予め設定した閾値の角度の範囲で一致するように決定する。本研究ではこの閾値の角度を最大5°に設定した。

マルテンサイト内に観察された全てのブロックの組み合わせで $\Delta\theta_{p,q}$ を求めたうえで、式(3.4)から平均の方位差 $\delta$ を計算する。

$$\delta = \frac{1}{n(n-1)} \sum_{p,q}^n \Delta\theta_{p,q} \quad (3.4)$$

種々の結晶方位関係 $\mathbf{V}_k$ を仮定し、上述の式(3.1)から式(3.4)の計算を繰り返して方位差 $\delta$ を評価し、その値が最小になるときの結晶方位関係 $\mathbf{V}_k$ を最適解とする。

上述の解析でK-S関係からずれた結晶方位関係 $\mathbf{V}_k$ を仮定するには次に説明する行列を考える。すなわちK-S関係においてはオーステナイトとマルテンサイトの間以最密面の平行関係 $\{111\}_\gamma // \{110\}_{\alpha'}$ 、および最密方向の平行関係 $\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_{\alpha'}$ が成立している。これらの平行関係がそれぞれに数度程度ずれた結晶方位関係として $\mathbf{V}_k$ を設定する。具体的には、正確なK-S関係 $\mathbf{V}_k^{KS}$ によってオーステナイトからマルテンサイトへ座標変換した後、マルテンサイトの最密面 $\{110\}_{\alpha'}$ の法線方向の $\langle 110 \rangle_{\alpha'}$ 軸周

りに数度回転し、さらに最密方向の $\langle 111 \rangle \alpha'$  軸周りに数度回転するという2回の回転操作を加えることで表す。その数式は次式 (3. 5) で表される。

$$\mathbf{V}_k = \mathbf{T}_{111\alpha'} \mathbf{T}_{110\alpha'} \mathbf{V}_k^{\text{KS}} \quad (3. 5)$$

$\mathbf{V}_k^{\text{KS}}$ は第2章の式 (2. 4) と同じ正確なK-S関係を表し、オーステナイトからマルテンサイトへ結晶座標系を変換するための回転行列である。計算上はオーステナイト結晶座標系の $\langle 211 \rangle \gamma$ 軸周りの $90^\circ$  回転によって表わすことができる[8]。なお、この座標回転によって座標系がオーステナイトの結晶座標からフェライトの結晶座標に変換されることに留意する必要がある。 $\mathbf{T}_{110\alpha'}$ はマルテンサイトの最密面の法線方向 $\langle 110 \rangle \alpha'$  軸周りに角度 $\Delta\omega_{110\alpha'}$ だけ回転する行列を表す。この回転操作はマルテンサイトとオーステナイトの最密方向の平行関係に方位差 $\Delta\omega_{110\alpha'}$ を生じさせる。 $\mathbf{T}_{111\alpha'}$ はオーステナイトの最密方向 $\langle 111 \rangle \alpha'$  軸周りに $\Delta\omega_{111\alpha'}$ だけ回転する行列である。この回転操作は最密面の平行関係に方位 $\Delta\omega_{111\alpha'}$ 差を生じさせる。 $\mathbf{T}_{110\alpha'}$ と $\mathbf{T}_{111\alpha'}$ の行列表現は第2章の式 (2. 4) のRodriguesの公式[9]を用いる。式 (2. 4) の回転軸 $N_x$ 、 $N_y$ 、 $N_z$ には、それぞれTable 2.2のバリエーションに対応する最密面の法線方向 $\langle 110 \rangle \alpha'$  および最密方向 $\langle 111 \rangle \alpha'$  を代入する。その具体的な例として、結晶方位関係V1の場合の $\mathbf{T}_{110\alpha'}$ と $\mathbf{T}_{111\alpha'}$ を以下に示す。Table 2.2を参照するとV1に対応する法線方向は $[\bar{1}10] \alpha'$  であり最密方向は $[11\bar{1}] \alpha'$  であるから、これらを $N_x$ 、 $N_y$ 、 $N_z$ に代入し、次の式 (3. 6) と式 (3. 7) が得られる。

$$\mathbf{T}_{110\alpha'} = \begin{pmatrix} (1 - \cos \Delta\omega_{110\alpha'}) + \cos \Delta\omega_{110\alpha'} & -(1 - \cos \Delta\omega_{110\alpha'}) & -\sin \Delta\omega_{110\alpha'} \\ -(1 - \cos \Delta\omega_{110\alpha'}) & (1 - \cos \Delta\omega_{110\alpha'}) + \cos \Delta\omega_{110\alpha'} & -\sin \Delta\omega_{110\alpha'} \\ \sin \Delta\omega_{110\alpha'} & \sin \Delta\omega_{110\alpha'} & \cos \Delta\omega_{110\alpha'} \end{pmatrix} \quad (3. 6)$$

$$\mathbf{T}_{111\alpha'} = \begin{pmatrix} (1 - \cos \Delta\omega_{111\alpha'}) + \cos \Delta\omega_{111\alpha'} \\ (1 - \cos \Delta\omega_{111\alpha'}) + \sin \theta \Delta\omega_{111\alpha'} \\ -(1 - \cos \Delta\omega_{111\alpha'}) + \sin \Delta\omega_{111\alpha'} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} (1 - \cos \Delta\omega_{111\alpha'}) - \sin \Delta\omega_{111\alpha'} & -(1 - \cos \Delta\omega_{111\alpha'}) - \sin \Delta\omega_{111\alpha'} \\ (1 - \cos \Delta\omega_{111\alpha'}) + \cos \Delta\omega_{111\alpha'} & -(1 - \cos \Delta\omega_{111\alpha'}) + \sin \Delta\omega_{111\alpha'} \\ -(1 - \cos \Delta\omega_{111\alpha'}) - \sin \Delta\omega_{111\alpha'} & (1 - \cos \Delta\omega_{111\alpha'}) + \cos \Delta\omega_{111\alpha'} \end{pmatrix} \quad (3. 7)$$

これらの式で $\Delta\omega_{110\alpha'}$ と $\Delta\omega_{111\alpha'}$ はK-S関係からのずれの大きさを表す2つのパラメータである。それぞれ $-7.0^\circ$  から $+10.0^\circ$  まで変化させて式 (3. 4) の方位差 $\delta$ を計

算し、その最小値を求める。この方法によって $\Delta\omega_{110\alpha'}$ と $\Delta\omega_{111\alpha'}$ がフィッティングされ、結晶方位関係 $\mathbf{V}_k$ を最適化できる。

以上の計算方法によって、本研究で測定したマルテンサイトの結晶方位関係の最適解を求める。3次元組織から78個の塊状のマルテンサイトを抽出できたので、これら78個のマルテンサイトのそれぞれにおいて最適化した結晶方位関係 $\mathbf{V}_k$ を求めた。それぞれマルテンサイトの最適化パラメータの値( $\Delta\omega_{110\alpha'}$ と $\Delta\omega_{111\alpha'}$ )をFig. 3. 8に示す。

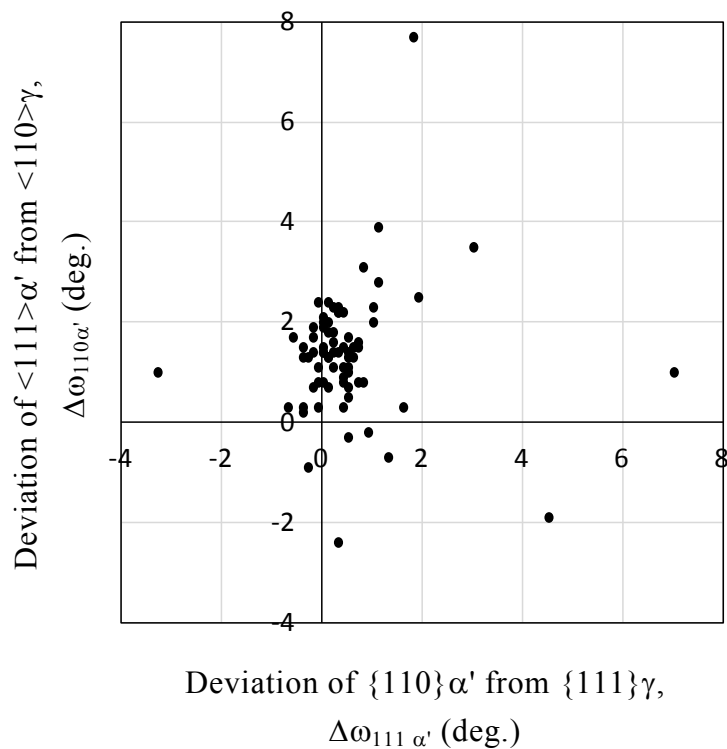


Fig. 3. 8 旧オーステナイトとマルテンサイトの最密面と最密方向の平行関係(K-S関係)からのずれ角度

求めたパラメータは、 $\Delta\omega_{110\alpha'}$ が $0.5^\circ \sim 2.0^\circ$ 、 $\Delta\omega_{111\alpha'}$ が $-0.2^\circ \sim 0.5^\circ$ の範囲に分布した。パラメータ $\Delta\omega_{110\alpha'}$ と $\Delta\omega_{111\alpha'}$ をそれぞれ平均し、最密方向のずれ角度 $\Delta\omega_{110\alpha'}=1.4^\circ$ 、最密面のずれ角度 $\Delta\omega_{111\alpha'}=0.1^\circ$ を求め、これらの値を結晶方位関係のK-S関係からのずれ角度に決定した。ずれ角度 $\Delta\omega_{110\alpha'}$ と $\Delta\omega_{111\alpha'}$ を、例として式(3.

6) および式 (3. 7) に代入すると、V1の結晶方位関係のK-S関係からのずれを表す行列は次の式 (3. 8)と式(3. 9)として与えられる。

$$\mathbf{T}_{110\alpha'} = \begin{pmatrix} 1.000 & 0.000 & -0.010 \\ 0.000 & 1.000 & -0.010 \\ 0.010 & 0.010 & 1.000 \end{pmatrix} \quad (3. 8)$$

$$\mathbf{T}_{111\alpha'} = \begin{pmatrix} 1.000 & -0.001 & -0.001 \\ 0.001 & 1.000 & 0.001 \\ 0.001 & -0.001 & 1.000 \end{pmatrix} \quad (3. 9)$$

マルテンサイトとオーステナイトの間の結晶方位関係が正確なK-S関係からずれることについて、従来研究で報告されているずれの角度の大きさは、最密面 $\{111\}_\gamma$ と $\{110\}_{\alpha'}$ のずれ角度が $1.0\sim 1.5^\circ$ 、最密方向 $\langle 110 \rangle_\gamma$ と $\langle 111 \rangle_{\alpha'}$ のずれ角度が $2.7\sim 2.9^\circ$ が示されている[7]。なおこの結晶方位関係は、組織全体がオーステナイトからマルテンサイトに変態した場合の解析結果である。これらのずれの角度を本研究の結果と比較すると、本研究の解析結果は最密方向のずれ角度と最密面のずれ角度の両方とも小さい。本研究で測定したマルテンサイトは、周囲がフェライトに囲まれた微小なオーステナイト結晶粒がマルテンサイト変態したものである。そのため、マルテンサイト変態が起こったときのオーステナイトとマルテンサイトの間での応力緩和の条件が、文献報告の100%マルテンサイトの場合と異なっていると考えられる。

以上のバリエーション解析においては、異なるマルテンサイトバリエーションの結晶方位が多数であるほど、旧オーステナイト方位の解析の決定精度が高まる。多数のバリエーションを測定するという点で3次元EBSD測定によるマルテンサイトの測定は適している。Fig. 3.7(a)に関して示したように、1つの断面に含まれるマルテンサイトバリエーションは2種類の方位のみであり、旧オーステナイト方位を求めることは不可能であるが、3次元EBSD測定で取得した全ての断面で測定されたマルテンサイトバリエーションの方位を集めると、Fig. 3.7(b)に示すように多数のバリエーションが得られ、旧オーステナイト方位を解析するのに十分な精度が得られる。

3次元再構築した組織に観察されたマルテンサイトについて、バリエーションの解析計算を適用することで、 $730^\circ\text{C}$ の $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態初期のオーステナイトの結晶方位を求めることに成功した。代表的な解析結果をTable 3.1に示す。Table 3.1には、Fig. 3.6のマルテンサイトブロックのオイラー角、ならびに結晶方位関係 $\mathbf{V}_k$ 、解析した旧オーステナイトのオイラー角を示している。なお、結晶方位関係 $\mathbf{V}_k$ のバリエーション番号  $k$  は第2章のTable 2.2のもので示した。



Table 3.1 マルテンサイト (Fig. 3.6) の方位から逆計算した旧オーステナイト方位  
(2-4 列目 : マルテンサイトブロックの方位、5 列目 : 対応する K-S 関係のバリエント番号、6-8 列目 : それぞれのマルテンサイトブロックの方位から求めた旧オーステナイト方位)

Block No.	Martensite block orientation			Variant in $V_k$	Prior austenite orientation		
	$g^\alpha$				$g^\gamma$		
	$\phi_1$	$\Phi$	$\phi_2$		$\phi_1$	$\Phi$	$\phi_2$
1	33.7	94.4	24.2	V3	56.5	139.5	23.5
2	32.3	48.7	62.8	V7	57.8	140.9	27.8
3	74.9	60.0	75.3	V18	61.1	139.6	28.2
4	84.8	50.2	82.0	V2	56.8	140.1	25.9
5	22.1	63.4	62.1	V20	54.9	137.4	25.7
6	78.4	47.4	67.2	V16	58.3	138.8	28.1
7	13.6	56.2	70.6	V23	62.8	139.2	28.6
8	34.9	100.7	9.1	V13	58.8	136.7	29.0
9	44.0	94.0	8.8	V16	61.7	138.9	28.5
10	17.2	64.4	72.1	V17	59.4	140.9	28.6

複数のマルテンサイトブロックから計算して得られた旧オーステナイト方位の平均を求め、それを旧オーステナイト方位とした。たとえば、Table 3.1の旧オーステナイトのオイラー角は、同表に示した1~10のオーステナイトのオイラー角の算術平均から  $(\phi_1, \Phi, \phi_2) = (58.8^\circ, 139.2^\circ, 27.4^\circ)$  と求めることができる。結晶方位の異なるマルテンサイトブロックから計算された旧オーステナイトの方位は、ほぼ一致したオイラー角になり、その結果として平均の方位差  $\delta$  は  $2.8^\circ$  以内に収まった。

Fig. 3.9の 001 極点図に、解析結果の旧オーステナイト方位、およびその方位に対応する理想的なバリエント方位を表示した。それらに加え、比較のためFig. 3.7(b)に示した実測のマルテンサイトブロックの結晶方位も同図に示す。実測のマルテンサイトブロックの方位は理想的なバリエントの方位とよく一致しており、オーステナイト方位が精度よく解析できていることが分かる。

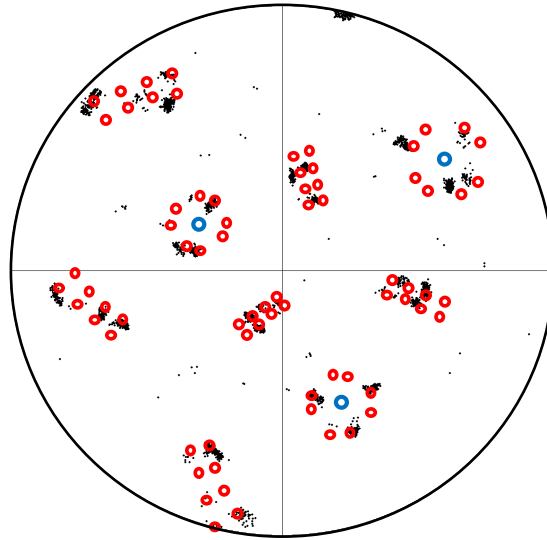


Fig. 3.9 計算された旧オーステナイトの方位（青丸）、およびその24個のバリエーション方位（赤丸）の001極（比較のため Fig. 3.7(b)の実測のマルテンサイトブロック方位を黒のプロットで示す）

同様に、本研究で測定された78個のマルテンサイトにおいて旧オーステナイト方位を決定した。そのほとんどのマルテンサイトにおいて、旧オーステナイトの方位は1種類に決定できた。少数の例外において、1つのマルテンサイトに2つの旧オーステナイト方位が解析されたが、この場合は焼入れ前に2つのオーステナイト粒が存在していたと判断した。

### 3.3.3 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイト粒とフェライト粒との3次元結晶方位関係

マルテンサイトの結晶方位データを、K-S関係に基づく逆解析法で求めた旧オーステナイト方位で置き換えることで、フェライトとオーステナイトの再構築3次元方位像を得た。その結果の一部をFig. 3.10に示す。3次元結晶方位像においては結晶粒同士の隣接関係が明らかであり、例えば、Fig. 3.10の組織には1つのオーステナイト粒に5つのフェライト粒(Ferrite粒 1~5)が隣接している。オーステナイト粒と隣接するフェライト粒の数から、オーステナイトの生成サイトが推定できる。多結晶組織における粒界は、Fig. 3.11に模式的に示すように、粒界コーナー(Grain corner)、粒界エッジ(Grain edge)、および粒界面(Grain face)に大きく分類される。

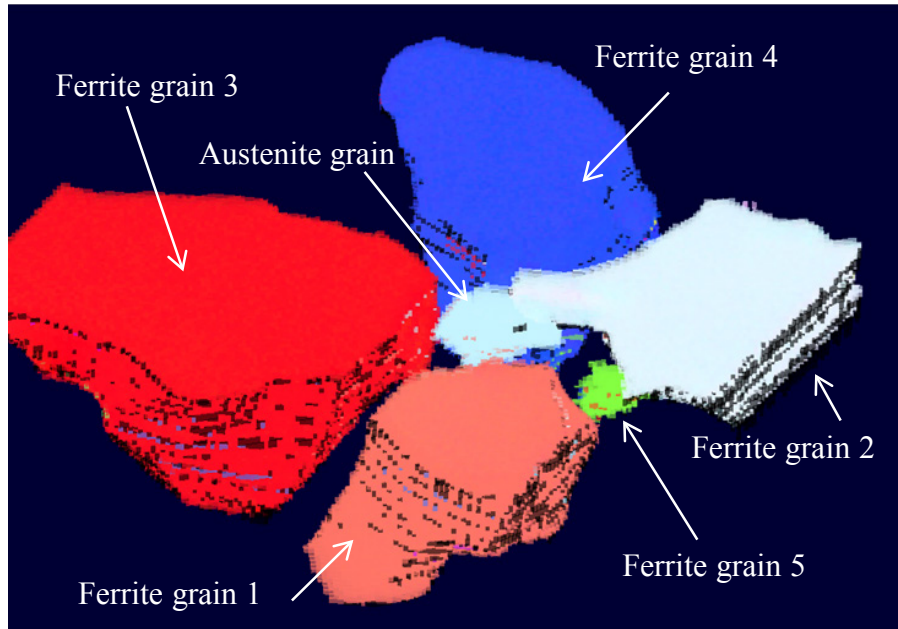


Fig. 3.10 オーステナイト粒とそれに隣接する5つのフェライト粒を含む3次元結晶方位可視化像（結晶粒の色はそれぞれの結晶粒の試料板面方向の結晶方位を示す）

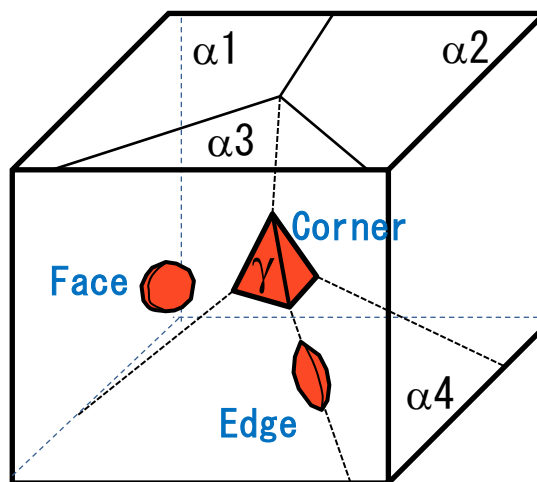


Fig. 3.11 3次元空間におけるフェライト粒界上の核生成サイトの模式図

粒界コーナーは4つのフェライト粒(図中の $\alpha 1 \sim \alpha 4$ )が接する点を指し、3次元結晶空間内では1つの点である。粒界エッジは3つのフェライト粒が接する粒界を指し、空間内では線である。粒界面は2つのフェライト粒が接する領域であり、空間内では面である。相変態の相の生成はいずれかのサイトで優先的に起こる。特に粒界コーナーは高いエネルギーを有すると考えられており、相変態の核生成が起りやすいと考えられている。

3次元結晶像内のオーステナイト粒を隣接フェライト粒の数によって分類した結果をTable 3.2に示す。90%のオーステナイト粒は4つまたは5つのフェライト粒と隣接し、10%のオーステナイト粒は3つのフェライト粒と隣接していた。これらのオーステナイト粒は、それぞれ熱処理の加熱中に母相フェライト組織の粒界コーナー、またはエッジにおいて生成したと考えられる。また2つのフェライト粒と隣接したオーステナイト、またはフェライト粒内のオーステナイトは今回の3次元結晶方位測定を行った領域には観察されなかった。

Table 3.2 隣接するフェライト粒の数から求めたオーステナイト粒の生成サイトの数と割合

Number of ferrite grains adjacent to transformed austenite grain	Number of austenite grains	Ratio (%)
Grain face	0	0 %
Grain edge	8	10 %
Grain corner	70	90 %

第2章で行った高温 *in situ* EBSD測定は試料表面の2次元組織観察であり、その表面上で観察される粒界のほとんどは粒界面、または粒界エッジ(2次元観察における3重点)である。空間内に点として存在する粒界コーナーが試料の観察表面に現れることは非常に稀である。この点から、上記の3次元組織においてオーステナイトの生成位置を正確に特定できたことは、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の特徴を明らかにする情報として重要

である。

隣接関係にあるオーステナイトとフェライトの間の結晶方位関係をK-S関係からの方位差 $\Delta\theta^{KS}$ によって評価した。 $\Delta\theta^{KS}$ は第2章で定義した式(2.1)と(2.2)を用いて求めた。解析結果の例として、Fig. 3.10に示したオーステナイト粒と5つの隣接フェライト粒の間の結晶方位関係は次のように求まった。

オーステナイト粒とFerrite粒1との結晶方位関係は、 $\Delta\theta^{KS} = 2^\circ$ の方位差をもつ関係にあり、ほぼK-S関係を満たしている。またオーステナイト粒とFerrite粒2との結晶方位関係は $\Delta\theta^{KS} = 3^\circ$ であり、これもほぼK-S関係を満たした。Ferrite粒3とは $\Delta\theta^{KS} = 9^\circ$ であり、K-S関係に近い方位関係である。Ferrite粒4および5とは、それぞれ $\Delta\theta^{KS} = 22^\circ$ 、 $23^\circ$ の方位差をもち、K-S関係から大きく離れた結晶方位関係である。このことから、隣接する5つのフェライト粒との結晶方位関係は、2つ(Ferrite粒1および2)とほぼ正確なK-S関係を満たし、1つ(Ferrite粒3)とはK-S関係に近い方位関係を満たした。すなわち、このオーステナイト粒は、3つの母相フェライト粒とK-S関係、またはK-S関係に近い方位関係を満たしている。

同様に、すべてのオーステナイト粒(78個)とそれに隣接するフェライト粒との結晶方位関係を解析した。仮に $\Delta\theta^{KS} \leq 10^\circ$ をK-S関係、またはそれに近い方位関係とみなすとすると、41%(32個)のオーステナイト粒は、2つの隣接フェライト粒と上述の方位関係にあり、32%(25個)のオーステナイト粒は3つの隣接フェライト粒と上述の方位関係を満たしている。ただ1つの隣接フェライト粒とK-S関係にあったオーステナイト粒は27%(21個)であった。この結晶方位関係の成立頻度から、オーステナイトは2つ以上の母相フェライト粒とK-S関係、またはK-S関係に近い方位関係を同時に満たす頻度が高いことが分かる。

複数の母相フェライト粒とK-S関係、またはK-S関係に近い方位関係を満たすことは、第2章の高温 *in situ* EBSD測定で観察した2次元組織における結晶方位解析とも一致しているが、3次元組織では、より多くのフェライト粒とこのような特定の結晶方位関係が成立していることが明らかになった。これらの複数の結晶方位関係が優先的に選択されたものであるかどうかについて、次の3.4節で考察する。

### 3.4 考察

#### 3.4.1 オーステナイト粒と隣接フェライト粒との結晶方位関係の特徴

本研究において、FIBシリアルセクション法による3次元結晶方位再構築技術と、旧オーステナイト方位の決定法を併用することで、ほとんどのマルテンサイトからオーステナイト方位を特定することに成功した。3次元結晶方位像内のオーステナイト粒は、ほとんどが4~5つのフェライト粒と隣接して観察され、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態でオーステナイトは母相フェライトの粒界コーナーから生成したと考えられる。さらにこれらのオーステナイト粒は1つの隣接する母相フェライト粒とK-S関係を満たすだけでなく、その他の1つまたは2つの母相フェライト粒とK-S関係に近い方位関係を満足している。

しかしながら、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態で生成するオーステナイトがK-S関係に近い方位関係を優先して選択したかどうかはまだ明確ではない。なぜならば、 $10^\circ$ の方位差を許容したことでK-S関係に近い方位関係が偶然満たされる可能性もまた小さくないためである。オーステナイト粒と複数のフェライト粒の結晶方位関係の選択傾向を明らかにするため、実測の結晶方位関係の頻度に対して、ランダムにオーステナイト方位が生成することを想定した結晶方位関係の頻度と比較する。ランダムなオーステナイト方位を想定したときの結晶方位関係の成立頻度が、実測のそれと異なっていれば、方位関係に優先的な選択傾向があることを意味する。ランダムな方位関係は、次の条件のもとで仮想的なオーステナイトの結晶方位を生成することで、見積もることができる。

(1) オーステナイトは、実測された粒界コーナーおよび粒界エッジにおいて、いずれか1つのフェライト粒と正確なK-S関係を満たして生成する。

(2) その他のフェライト粒との結晶方位関係はランダムに成立する。

なお、上記の条件(1)は、拡散変態においてフェライトとオーステナイトとの間に1つだけK-S関係が満たされるという従来の一般的な知見に基づく。この条件から、母相フェライトとの結晶方位関係がランダムであると仮定したオーステナイトの結晶方位は次の式(3.10)で与えられる。

$$\mathbf{g}_{\text{assumed}}^\gamma = \mathbf{V}_i^{\text{KS}^{-1}} \mathbf{g}_i^\alpha \quad (3.10)$$

この式によって求まる全てのオーステナイト方位に対して、実測の隣接フェライ

ト粒との結晶方位関係をK-S関係からの方位差 $\Delta\theta^{KS}$ として、第2章で述べた式(2.1)と(2.2)を用いて求めた。なお、この評価において仮想的なオーステナイト粒の結晶方位 $g_{assumed}^Y$ の数は、実測のオーステナイト方位の数よりもはるかに多い。このことから、両者を比較できるように、仮想的なオーステナイト粒の母数を実測のオーステナイト方位の数に一致するように規格化した。

本考察では、1つのオーステナイト粒と複数の隣接フェライト粒の間の結晶方位関係を議論するが、複数の結晶方位関係の成立頻度を評価する場合は、異なるフェライト粒との結晶方位関係がお互いに影響を及ぼし合うことを考慮しなければならない。つまり、1つのフェライト粒と結晶方位関係が成立することによって、その他のフェライト粒との選択可能な方位関係が制限される。例えば、1つの結晶方位関係が正確なK-S関係( $\Delta\theta^{KS}=0^\circ$ )にあるとき、その他のフェライト粒と成立できる結晶方位関係は制限され、通常は方位差 $\Delta\theta^{KS}$ は $0^\circ$ よりも大きくなる。なお、隣接フェライトの結晶方位が特殊な組み合わせの場合に限り、同時に方位差 $\Delta\theta^{KS}\sim 0^\circ$ を満たす場合が稀に成立することがある。この制限による効果を考慮するため、異なるフェライト粒との結晶方位関係を、K-S関係からの方位差 $\Delta\theta^{KS}$ の大きさよって分類することにした。すなわち、1つのオーステナイト粒と隣接フェライトとの複数の結晶方位関係のうち、K-S関係にもっとも近い $\Delta\theta^{KS}$ が最小の方位関係をGroup 1に分類し、同様に $\Delta\theta^{KS}$ が小さい順に方位関係をGroup 2、3、4に分類した。

このように分類することで、例えばGroup 2の方位関係はGroup 1の方位関係の優先選択の影響を受けたうえで成立した方位関係であることがわかる。実験で測定した結晶方位から求めたK-S関係からの方位差 $\Delta\theta^{KS}$ の成立頻度を、Group 1~4に分類してFig. 3.12(a)~(d)に棒グラフとして示す。同図の(b)-(d)には、1つのフェライト粒とのみK-S関係を満たすと仮定したときの結晶方位関係の頻度を見積もった分布を点線で示す。

Fig. 3.12(a)のGroup 1の結晶方位関係では、測定された結晶方位関係のほとんどが非常に小さな $\Delta\theta^{KS}$ を示した。 $\Delta\theta^{KS}=2^\circ$ 未満の結晶方位関係を持つオーステナイト粒は全体の59%である。すなわちオーステナイト粒は1つの隣接フェライト粒とほぼ正確なK-S関係を選択している。

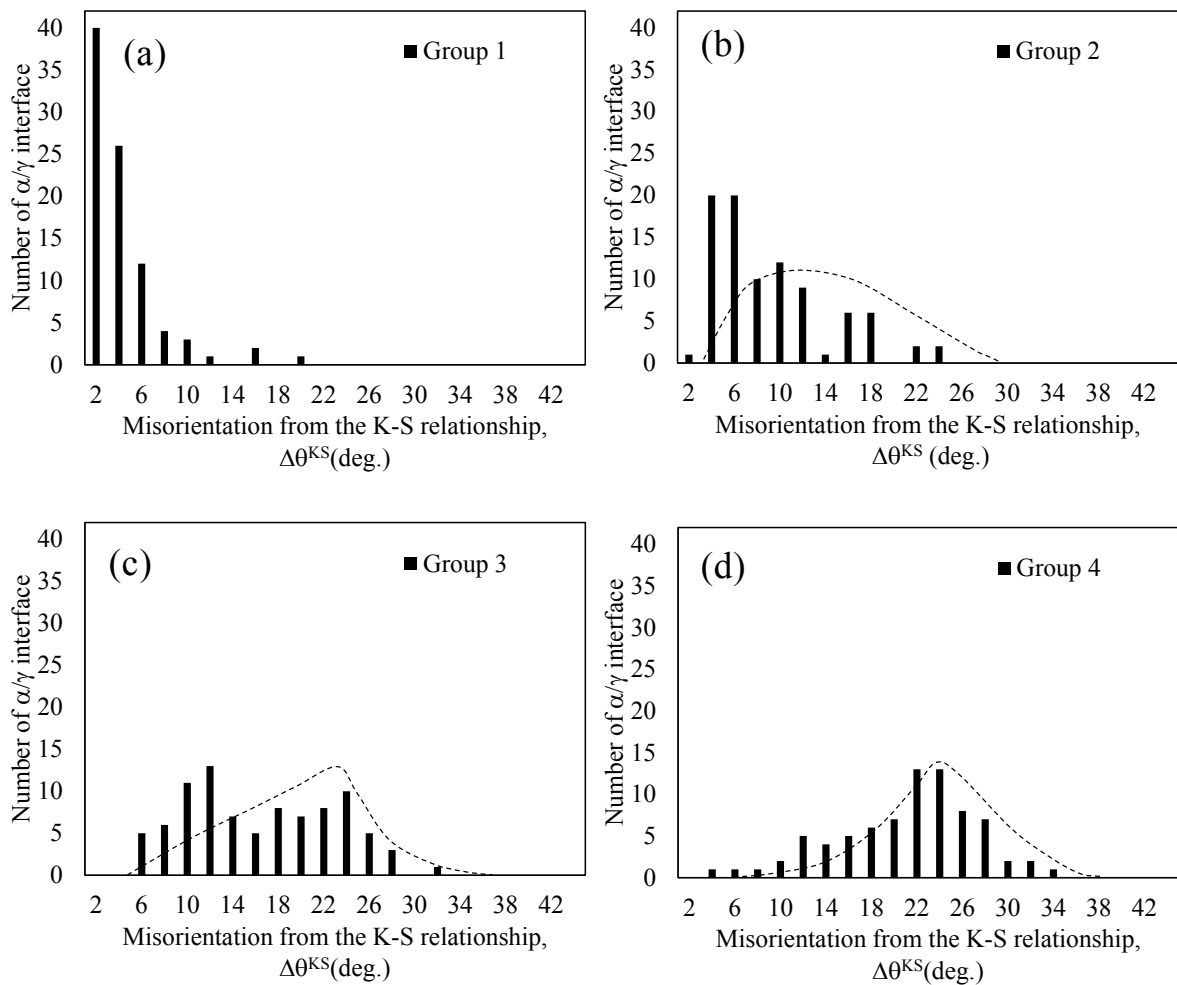


Fig. 3.12 オーステナイトとフェライトの結晶方位関係の成立頻度

(K-S 関係に近い順に方位関係を分類 (a) グループ 1、(b) グループ 2、  
(c) グループ 3、(d) グループ 4 (破線はオーステナイトの結晶方位がランダムに選択されると仮定した見積もりの分布)

Fig. 3.12 (b) の Group 2 の結晶方位関係では、 $\Delta\theta^{KS}=2\sim 12^\circ$  の結晶方位関係の頻度が高い。同図中の点線で示したランダムな方位関係を想定した場合と比較すると、 $\Delta\theta^{KS}$  が  $2^\circ$  から  $6^\circ$  の範囲で実測の結晶方位関係が多く、K-S 関係に近い結晶方位関係の成立頻度が高いことが分かる。同様な傾向は Group 3 でも見られる。Fig. 3.12 (c) の Group 3 の結晶方位関係は、 $\Delta\theta^{KS}$  が  $6^\circ$  から  $12^\circ$  の範囲の頻度が多く、ランダムな方位関係を想定した頻度と比較して高い。例えば、Group 3 において  $\Delta\theta^{KS}=12^\circ$  未満の方



位関係に着目すると、実測のオーステナイト粒は50%がこのような方位関係を満たすのに対し、ランダムな方位関係を仮定した場合は22%に過ぎない。Fig. 3.12 (d)のGroup 4 においては、 $\Delta\theta^{KS}$ の方位関係の分布はランダムな方位関係を想定した場合の分布とほぼ一致している。4つ目のフェライト粒との結晶方位関係は優先的に選ばれていない。

このように、オーステナイト粒は1つの隣接フェライト粒とほぼ正確なK-S関係を選択するだけでなく、その他の1つないし2つのフェライト粒とK-S関係に近い方位関係を優先的に選択している。しかし、全ての隣接フェライト粒との間で正確なK-S関係を満たしていない。例えば、Fig. 3.12(b)のGroup 2の方位関係において、 $\Delta\theta^{KS}$ が $2^\circ$ 未満の方位関係が特に顕著に減少している。同様の傾向はGroup 3の方位関係においても見られる。このことについては次節で再び考察するが、1つの方位関係がK-S関係を満たした時、2つ目の方位関係においても $\Delta\theta^{KS}$ が $2^\circ$ 未満になるようなオーステナイトの方位は、結晶方位の幾何学的な制限のために取り得なかったためである。この結果、方位関係が広い $\Delta\theta^{KS}$ にわたって分布することになり、K-S関係に近い方位関係が生じるものと推定される。

以上の解析結果から、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態で生成するオーステナイトは隣接する2つから3つのフェライト粒との間で、K-S関係、またはK-S関係に近い方位関係を優先的に選択していると結論できる。

$\alpha \rightarrow \gamma$ 変態において、K-S関係やK-S関係に近い方位関係が選ばれる理由を考えるうえで、両相の界面における整合性を考慮する必要がある。相変態の核生成において、母相との間に整合性の高い界面が形成されると界面エネルギーが低下するので、そのような界面が優先的に選択されることは十分に起こり得る。ただし、K-S関係から何度までずれた方位関係がこのような整合性の良い界面を形成できるかは明らかではない。本研究の3次元結晶方位像において測定されたフェライトとオーステナイトの結晶方位関係の成立頻度からは、K-S関係からN関係までの方位関係だけでなく、方位差が $10^\circ$ 程度の方位関係も選択される傾向が示された。その方位関係はK-S関係およびN関係と大きな方位差がある。このようなK-S関係からの方位差が $10^\circ$ 程度あるときの粒界面の整合性を議論した過去の研究は見当たらない。

結晶粒界における粒界方位差と整合性の考え方について考察する。結晶粒界においては、粒界方位差が $0^\circ$ から増加すると粒界の整合性が徐々に低下し、およそ $15^\circ$

以上はランダムな粒界と考えられている。一般的に粒界方位差が $15^\circ$ 以下のものを小角粒界、 $15^\circ$ 以上を大角粒界として分類されている。この粒界の分類は、粒界エネルギーの測定結果に基づいている。粒界エネルギーに関する研究が幾つか報告されており[10]、Fig. 3.13に示すのはNakashimaらが分子動力学法によって銅の粒界エネルギーと粒界方位差の関係を見積もった結果である。粒界方位差が $0^\circ$ から増加すると、約 $15^\circ$ まで粒界エネルギーが単調に増加し、 $15^\circ$ 以上の粒界はエネルギーが飽和値を示す。ただし、 $15^\circ$ 以上であっても対応粒界と呼ばれる粒界を挟む2つの結晶粒の対称性が良い場合は、粒界エネルギーが極小を示す。このように、粒界方位差が一定値( $\sim 15^\circ$ )までの小角粒界は、粒界方位差の増加に伴って徐々に粒界エネルギーが増加する。

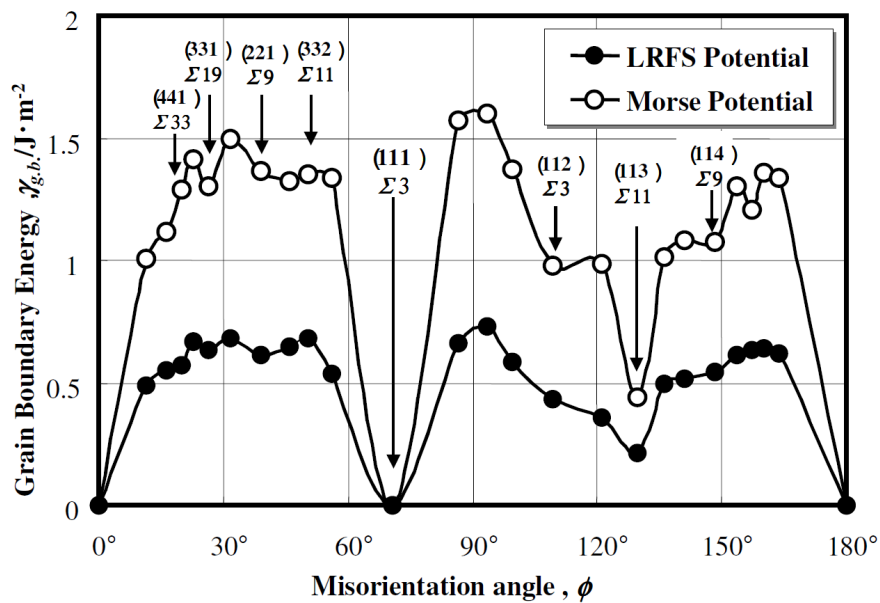


Fig. 3.13 分子動力学法による粒界方位差と粒界エネルギーの関係の見積もり[10]

同様の粒界エネルギーと粒界方位差の関係は、1949年にDunnら[11]がFe-3.5mass%合金の粒界エネルギーを見積もった研究においても見出されている。粒界3重点に接続する粒界同士のなす角度と粒界の張力の関係から、粒界エネルギーの相対的な比を評価し、粒界方位差が $0\sim 15^\circ$ までは粒界エネルギーが単調に増加し、粒界方位差が $15^\circ$ 以上で粒界エネルギーが飽和値に達することを示した。この実験結果に基づ

いてReadとShockley[12]は、臨界の粒界方位差(通常は $15^\circ$ )までの粒界の構造を等間隔に並んだ転位の配列でモデル化し、Read-Shockleyの式として粒界エネルギーと粒界方位差を関係づけている。

フェライトとオーステナイトの方位関係がK-S関係から $10^\circ$ 程度までの方位差があるとき、その界面の原子構造が完全にランダムになるかどうかに関して、過去にその整合性や界面エネルギーなどが実験的に確認された例は見当たらない。このようなK-S関係から大きな方位差があるときのフェライトとオーステナイトの界面における整合性については、今後の研究で明らかにしていくべき課題である。

### 3.4.2 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイトの方位選択の条件に関する考察

前節において、オーステナイトは2つまたは3つの母相フェライトとK-S関係、またはK-S関係に近い方位関係を選択することを示した。K-S関係からの方位差が小さい方位関係を選択する傾向があることから、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態でオーステナイトが生成するとき、その結晶方位はK-S関係からの方位差を最小にするように選択されている可能性が考えられる。もしこのような条件でオーステナイト方位が選ばれるとすると、それは結晶方位関係からの要請に関わる性質である。本節の考察では、このK-S関係からの方位差を最小にする傾向の有無を検証するため、次に示す仮想的な方位関係の成立頻度を評価する。

検証のため、複数のフェライト粒との間でK-S関係からの方位差を最小にするオーステナイト方位を求める。3次元結晶方位測定で求めたオーステナイト方位の代わりに、任意の方位 $\mathbf{g}_{\text{random}}^{\gamma}$ で置き換えたときに、隣接フェライト粒との間でK-S関係からの方位差 $\Delta\theta^{\text{KS}}$ を求め、その合計値Sを式(3.11)から式(3.12)を用いて評価する。

$$\mathbf{D} = \mathbf{g}_i^{\alpha} (\mathbf{R}_i \mathbf{V}_k^{\text{KS}} \mathbf{g}_{\text{random}}^{\gamma})^{-1} \quad (3.11)$$

$$\Delta\theta_i^{\text{KS}} = \arccos((D[1,1] + D[2,2] + D[3,3] - 1)/2) \quad (3.12)$$

$$S = \Delta\theta_1^{\text{KS}} + \Delta\theta_2^{\text{KS}} + \Delta\theta_3^{\text{KS}} + \dots + \Delta\theta_N^{\text{KS}} \quad (3.13)$$

ここで、式(3.11)の $\mathbf{D}$ は、任意のオーステナイト方位 $\mathbf{g}_{\text{random}}^{\gamma}$ と実測の隣接フェライト粒*i*の方位 $\mathbf{g}_i^{\alpha}$ の間の回転行列を表し、式(3.12)の $\Delta\theta_i^{\text{KS}}$ は、K-S関係

からのずれ角度を表す。式 (3. 1 3) の末項の数  $N$  はオーステナイトに隣接するフェライト粒の数を表し、本研究で測定された粒界コーナーにおいては  $N=4\sim5$  である。 $S$  は、その値が小さいほど複数のフェライト粒との結晶方位関係が K-S 関係に近づくことを表す指標である。本考察では、3次元方位測定で観察した隣接フェライト粒との間で、 $S$  の値を最小 ( $S_{\min}$ ) にするオーステナイト方位と、その時の隣接フェライトとの K-S 関係からの方位差 ( $\Delta\theta_i^{KS}$ ) を求める。

$S_{\min}$  を求めるには、オーステナイト方位  $\mathbf{g}_{\text{random}}^Y$  を  $\phi_1:0\sim90^\circ, \Phi:0\sim90^\circ, \phi_2:0\sim90^\circ$  の範囲で代入し、隣接フェライトとの K-S 関係からの方位差を求める。求まった方位差を用いて式 (3. 1 3) の  $S$  を計算し、その最小値を探索する。 $S_{\min}$  が得られるときの方位差  $\Delta\theta_i^{KS}$  が、粒界コーナーにおいて実現可能な K-S 関係からの最小の方位差である。なお、この計算で用いるフェライト粒の方位は、実験で測定された結晶粒の方位を用いる。

実験でオーステナイト粒が観察された 78 個のサイトについて、オーステナイト方位  $\mathbf{g}_{\text{random}}^Y$  を式 (3. 1 1) ~ (3. 1 3) に代入し、 $S$  の値が最小値  $S_{\min}$  を取ったときの  $\Delta\theta_1^{KS}$ 、 $\Delta\theta_2^{KS}$ 、 $\Delta\theta_3^{KS}$ 、 $\dots$ 、 $\Delta\theta_N^{KS}$  を求めた。その後、前述の Fig. 3. 12 と同様にして Group 1~4 に分類して頻度分布を見積もった。その結果を Fig. 3. 14 に示す。

Group 1 においては、方位差が  $\Delta\theta^{KS}=0\sim6^\circ$  を満たすほぼ正確な K-S 関係を満たした。1つの結晶方位関係が K-S 関係を満たすことは、全体の方位差  $S_{\min}$  を最小にするうえでも必要であることを示している。一部の方位関係は K-S 関係から  $6^\circ$  までの方位差が生じているが、これはその他の Group 2~4 の方位関係を K-S 関係に近づけることが出来るためである。

Group 2 においては、 $\Delta\theta^{KS}=2\sim8^\circ$  の方位関係が多いが、 $\Delta\theta^{KS}=0\sim2^\circ$  の頻度が非常に小さい。この計算結果は、K-S 関係からの方位差を最小にする条件で見積もったものであることから、 $\Delta\theta^{KS}=2\sim8^\circ$  が Group 2 の方位関係で実現可能な K-S 関係に最も近い方位関係であり、 $\Delta\theta^{KS}=0\sim2^\circ$  の方位関係はほとんどの粒界コーナーで選択できないことを示している。Group 3 および 4 においては、それぞれ  $\Delta\theta^{KS}=8\sim14^\circ$ 、 $\Delta\theta^{KS}=10\sim18^\circ$  の方位関係が多く、それぞれの方位関係が取りうる最小の  $\Delta\theta^{KS}$  を示している。

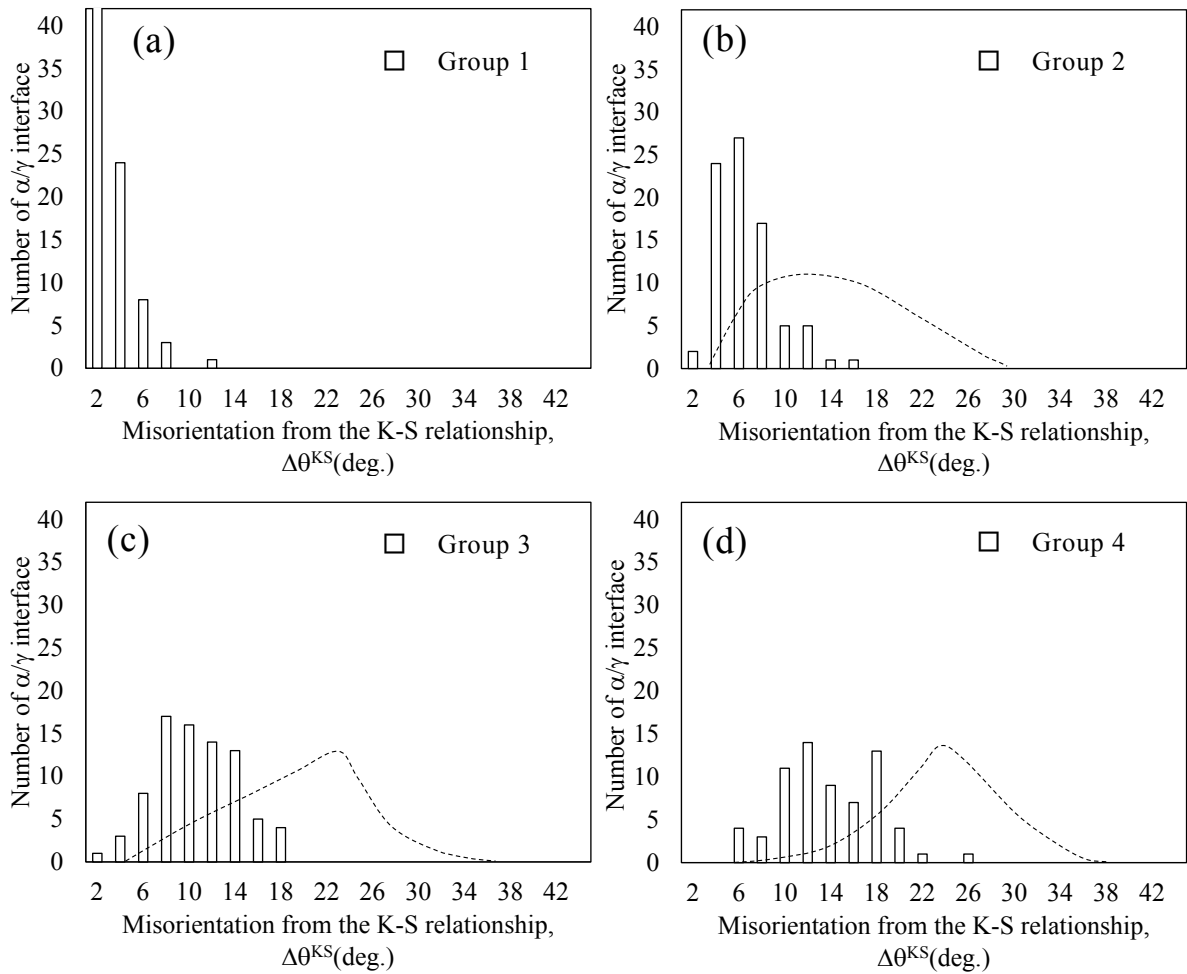


Fig. 3.14 隣接フェライト粒との間で K-S 関係からの方位差の合計が最小になるという条件のもとで見積もった  $\alpha/\gamma$  界面における結晶方位関係の頻度 (a) グループ 1、(b) グループ 2、(c) グループ 3、(d) グループ 4、(破線はオーステナイトの結晶方位がランダムに選択されるとの仮定に基づいて予測した分布)

これらの結晶方位関係の分布を、実験結果に基づく結晶方位関係の分布の Fig. 3.12(a)～(d)と比較する。Fig. 3.14(a)～(c)の Group 1 から Group 3 までの結晶方位関係の分布は、Fig. 3.12(a)～(c)に非常に近い分布になっていることが分かる。すなわち、Fig. 3.12 と Fig. 3.14 で共通しているのは、Group 1 の界面は隣接フェライト粒と正確な K-S 関係にあり、Group 2 の結晶方位関係は、K-S 関係に近い方

位関係、つまり $\Delta\theta^{KS}=2\sim 12^\circ$  の方位関係の頻度が高いことである。また、Group 3 の Fig. 3. 12(c) と Fig. 3. 14(c) においても K-S 関係から、 $6^\circ \sim 12^\circ$  の方位差を持った方位関係が多いことが共通している。一方、Fig. 3. 14 (d) の Group 4 においては、 $\Delta\theta^{KS}$  の方位関係の分布は、 $\Delta\theta^{KS}=10\sim 18^\circ$  が高頻度で出現したが、これは Fig. 3. 12(d) の Group 4 の実測の方位関係がランダムだったこととは一致しない。

以上の考察において、Fig. 3. 14(a)～(c) に示した K-S 関係に最も近い見積もりの分布は、Fig. 3. 12(a)～(c) に示した実測の結晶方位関係の分布と概ね一致した。このことから、実験で測定されたオーステナイト方位は、3つの母相フェライト粒との間で、K-S 関係からの方位差を最小にする方位関係を満たしていると考えられる。一方、4つ目の母相フェライト粒との方位関係については、Fig. 3. 14(d) に示した見積もりの分布では、K-S 関係からの方位差をさらに小さくする方位関係が存在しているが、Fig. 3. 12(d) に示した実験値においてはランダムな分布を示した。このことは、実測結果では、4つ目の母相フェライト粒との結晶方位関係は、K-S 関係に最も近いものを選択していないことを意味している。つまり、実験で測定されたオーステナイトの方位は、全ての隣接フェライト粒との間で K-S 関係からの方位差を最小にするように選ばれていないと考えられる。

以上の考察から、オーステナイトは隣接する2～3つのフェライト粒とは、可能な限り K-S 関係に近づこうとする傾向があることが示唆された。しかしながら、隣接する全てのフェライト粒との間で K-S 関係に近づくのではなく、1～2つのフェライト粒の方位関係はランダムであると考えられる。

### 3.4.3 オーステナイトの核の形態の予測

以上の実験結果および考察から、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態で生成するオーステナイト粒は、1つの隣接フェライト粒と K-S 関係を満たすだけでなく、その他の1～2つのフェライト粒とも K-S 関係に近い方位関係を選択することが示された。このように結晶方位関係を選択するには、オーステナイトが粒界コーナーや粒界エッジにおいて核生成したときに、周囲の3つ以上のフェライト粒に接していなければならない。すなわち、粒界コーナーでオーステナイトの核が形成したとき、3つ以上のフェライト粒との界面が形成されていたと考えられる。

従来の研究においても、種々の相変態の観察から生成相は粒界コーナーで観察さ

れることが多いと報告されているが、核生成の瞬間を観察した報告例はなく、生成相の核の形態や詳細な形成位置は明らかになっていない。核の生成サイトと形態については諸説があり、Fig. 3. 15(a)に示すように、2つのフェライト粒が接する粒界(3次元的には粒界面)で核生成した後、近傍の粒界コーナーや粒界エッジへ成長して移動するとする説[13]や、Fig. 3. 15(b)のように、粒界コーナーに四面体形状の安定核が形成するモデル[14]が考えられている。本研究の結果からは、粒界コーナーにおいて生成するオーステナイトの核は3つまでのフェライト粒と直接隣接し、ある方位関係を満たす界面を形成していたと考えられる。本考察からは、オーステナイトはFig. 3. 15(a)に示すコーナーの近傍の粒界面からの核生成ではなく、Fig. 3. 15(b)のように四面体形状の核が粒界コーナー(あるいはエッジ)に瞬間的に生成し、2~3つの粒界面でK-S関係、またはK-S関係に近い方位関係を満たすモデルが妥当と推定され、さらにその核はK-S関係から大きな方位差を持った界面の移動によって成長すると推定される。

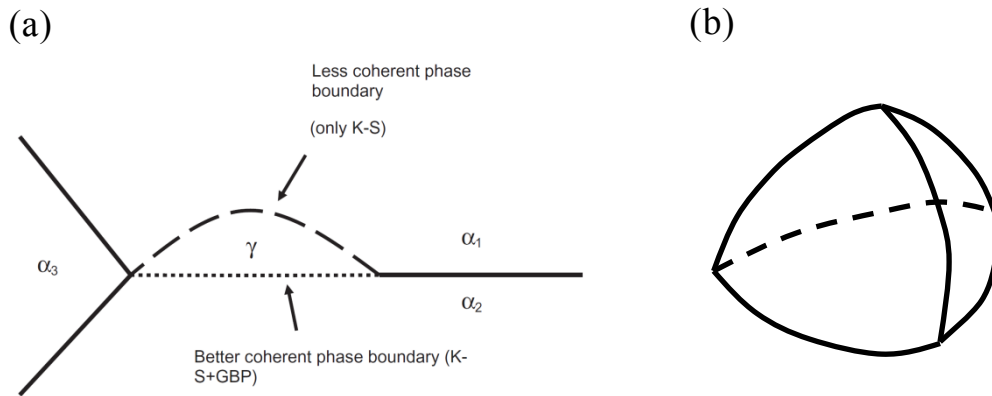


Fig. 3.15 フェライト粒界からのオーステナイト核生成の形態を示す模式図  
 (a)3重点近傍の平面粒界においてレンズ状に核生成する場合[12]、  
 (b)粒界コーナーにおいて四面体形状で核生成する場合[13]

### 3.5 まとめ

加熱過程における  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の初期のオーステナイトとフェライトの結晶学的関係を3次元結晶方位可視化像に基づいて解析し、以下の結果を得た。

- (1) FIBを用いたシリアルセクション法による3次元結晶方位測定と、旧オーステナイト方位の決定法を併用することで、フェライトとオーステナイトの3次元結晶方位像を再構築する新たな組織解析法を開発した。この手法によって、通常は測定し得ない高温におけるフェライト-オーステナイト組織の結晶方位を3次的に再現することができ、その3次元結晶方位に基づいて結晶学的に解析できることを提示した。
- (2)  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態で生成するオーステナイト粒は、粒界コーナーにおいて最も優先的に生成する。また、少数のオーステナイト粒が粒界エッジで生成する。フェライトの粒界面や粒内で生成したオーステナイト粒は観察されなかった。
- (3)  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態で生成するオーステナイト粒の結晶方位関係は、1つの隣接フェライト粒との間でK-S関係を満たすだけでなく、その他の1~2つの隣接フェライト粒とK-S関係から $10^\circ$  以内の方位関係を満たす。これらのK-S関係の近傍の結晶方位関係の成立頻度は、ランダムにオーステナイト方位が生成した場合の成立頻度と明確に異なっており、優先的に選択された結晶方位関係である。
- (4) オーステナイト粒と1~2つの隣接フェライト粒との方位関係は、K-S関係から $10^\circ$  以上の大きな方位差がある。その方位関係の成立頻度は、ランダムにオーステナイト方位が生成した場合の成立頻度とほぼ一致しており、特に優先的に選択されたものではないと考えられる。
- (5) 母相の粒界コーナーで生成するオーステナイトの初期粒は、3つ以上の隣接フェライト粒と界面を形成して、多角形(四面体)の形態で生成していると推定される。



### 〔第3章の参考文献〕

- [1] S. Zaefferer, S. I. Wright and D. Raabe: *Metall. Mater. Trans.*, **39A** (2008), 374–389
- [2] M. Humbert, H. Moustahfid, F. Wagner and M. J. Philippe: *Scripta. Metall. Mater.*, **30** (1994), 377–382
- [3] M. Humbert and N. Gey: *J. Appl. Crystallogr.*, **35** (2002), 401–405
- [4] C. Cayron, B. Artaud and L. Briottet: *Mater. Charact.*, **57** (2006), 386–401
- [5] G. Miyamoto, N. Iwata, N. Takayama, T. Furuhashi: *Acta Mater.*, **58** (2010), 6393–6403
- [6] 畑頭吾, 脇田昌幸, 藤原知哉, 河野佳織: *新日鉄住金技報*, **14** (2017), 26–34
- [7] G. Miyamoto, A. Shibata, T. Maki, T. Furuhashi: *Acta Mater.*, **57** (2009), 1120–1131
- [8] M. P. Butrón-Guillén, C. S. Costa Viana and J. J. Jonas: *Metall. Mater. Trans.*, **28A** (1997), 1755–1768
- [9] O. Rodrigues: *J. Math. Pures Appl.*, **5** (1840), 380
- [10] N. Takata, K. Ikeda, F. Yoshida, H. Nakashima and H. Abe: *Mater. Sci. Forum*, **467-470** (2004), 807–812
- [11] C. G. Dunn and F. Lionetti: *Trans. AIME*, **185** (1949), 125–132
- [12] W. T. Read and S. Shockley: *Physical Rev.*, **78** (1950), 257–289
- [13] I. Lischewski and G. Gottstein: *Acta Mater.*, **59** (2011), 1530–1541
- [14] P. Clemm and J. Fishier: *Acta Metall.* **3** (1955), 70–73

## 第4章 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイト粒の粒界面方位と成長挙動

### 4.1 緒言

第3章において、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の初期段階におけるフェライトとオーステナイトの3次元結晶方位を再構築し、母相フェライト組織中のオーステナイト粒の生成サイト、ならびに母相フェライト粒との結晶方位関係を明らかにした。 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態でオーステナイト粒はフェライトの粒界コーナーにおいて優先的に生成し、その結晶方位関係は隣接する1つの母相フェライト粒とK-S関係を満たすだけでなく、その他の1つまたは2つのフェライト粒とK-S関係から方位差 $10^\circ$ 以下の結晶方位関係を満たした。また第2章においては、Fe-0.2mass% C合金の $\alpha \rightarrow \gamma$  変態過程のオーステナイト粒の成長挙動と結晶方位関係を解析し、 $730^\circ\text{C}$ から $790^\circ\text{C}$ への昇温に伴う $\alpha/\gamma$ 界面の移動は、K-S関係から $9^\circ$ 以上の方位差がある界面で顕著に生じるのに対し、K-S関係から方位差 $9^\circ$ 未満の界面の移動は著しく抑制されることを示した。

ところで結晶方位関係は、オーステナイトとフェライトの界面の結晶学的状態と深く関係していて、界面の結晶学的な状態は結晶方位関係を定める3つの自由度と界面の法線方向を決める2つ自由度によって定まる。したがって、オーステナイトとフェライトの間に結晶方位関係が成立するとき、その界面法線が特定の方向に選ばれると、その粒界面で特定の結晶面同士が接することになる。オーステナイト粒と複数の隣接母相フェライト粒の間に、特定の粒界面方位が優先的に選択されているかどうかは粒界面の整合性に関わることから、オーステナイト粒の生成と成長のメカニズムを明らかにするうえで不可欠な検討要素である。

過去の研究からも、フェライトとオーステナイトの結晶学的関係がそれらの界面の整合性と深く関連していることが示唆されている。K-S関係やN関係を満たすBCC格子とFCC格子の結晶の界面の構造について、Near-Coincidence Site Lattice (NCS) 解析に基づくコンピュータシミュレーションにより研究した例がある[1-4]。2つの結晶がK-S関係およびN関係を満たし、かつ界面で $(111)_{\text{FCC}}$ と $(110)_{\text{BCC}}$ の近傍の結晶面で接するとき、NCS原子対の密度が極大値を取ることが示されている。またこのような界面構造が半整合界面であるとの仮定のもとで、その界面移動を速度論(拡散)

モデルによって解析した研究からは、そのような界面の易動度が低下することも示唆されている[5, 6]。しかしながら、オーステナイト粒とフェライト粒がK-S関係やそれに近い方位関係を満たすとき、その粒界面において、どのような結晶面が接しているかは実験的に確認されていない。さらに、これまでにオーステナイトの生成と成長の挙動を、複数の母相フェライトとの間の粒界面の結晶学的性質と関連させて議論した例はない。

本章では、第3章で検討を行ったフェライトとオーステナイトの3次元結晶方位像に基づいて、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態で生成するオーステナイト粒と母相フェライト粒との間の粒界面に現れる結晶面とその結晶学的な性質を明らかにする。 $\alpha/\gamma$ 界面の結晶学的状態を測定するための実験として、前章で述べたフェライトとオーステナイトの3次元結晶方位像において粒界面の方位を解析するとともに、TEM観察による粒界面の微細組織の観察を行う。さらに、この粒界面の結晶学的状態を解析した結果に基づき、第2章の高温 *in situ* EBSD測定で観察したオーステナイトの粒成長において、界面の易動度が結晶方位関係に依存するという結果を再考する。

## 4.2 実験方法

本章の実験に用いる試料は、第2章の2.2.1節、および第3章の3.2.1節で述べたFe-0.1%C-1.0%Mn(mass%)合金のベース鋼を用いた。3次元結晶方位測定用の試料準備と測定方法は第3章で述べたものと同じである。試料はベース鋼の試験片を、熱処理装置を用いて730°Cへ加熱した後、直ちに1000°C/s以上の水冷により焼き入れたものである。この試料の組織は第3章において確認した通りフェライトとマルテンサイトからなる。3次元結晶方位測定の試料は、上記の熱処理材の代表的組織位置である板厚4分の1深さ付近を抽出し、2000番までの機械研磨を施した後、コロイダルシリカ研磨液を用いた最終仕上げ研磨により残留していた表面ひずみ層を除去した。測定装置は、FIBとEBSD検出器を備えたQuanta200 3D FEGを用いて行った。測定時のSEMの加速電圧は20kVであり、試料回転方法は、第3章のFig. 3.2に示した方法と同じである。測定条件も同様であるが重要な情報である計測体積について改めて記載する。スライス像を得るための試料断面サイズは $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ であり、得られたスライス像は合計で60枚であり、それぞれの試料断面でのEBSD測定は $0.08 \mu\text{m}$ 間隔で行っている。

## 4.3 実験結果

### 4.3.1 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態におけるオーステナイト粒と隣接フェライト粒の粒界面方位の解析

本研究の 3 次元結晶方位測定の特徴は、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態で生成したオーステナイトが急冷中にマルテンサイトに変態したときに、両者が K-S 関係に近い方位関係を満たして無拡散変態することに基づいている。すなわち、マルテンサイト相は複数のパケットやブロックからなる複雑な組織であるが、その体積が小さい場合は、単一のオーステナイトに結晶学的に逆解析することで生成初期のオーステナイトの結晶学を論じることができる。その妥当性は第 3 章でも示したが、本章では逆解析によって得られたオーステナイトの 3 次元的な粒界面の形態について詳細な解析的実験を行う。3 次元的に再構築したオーステナイト粒の形状について、代表的なものを Fig. 4.1 に示す。

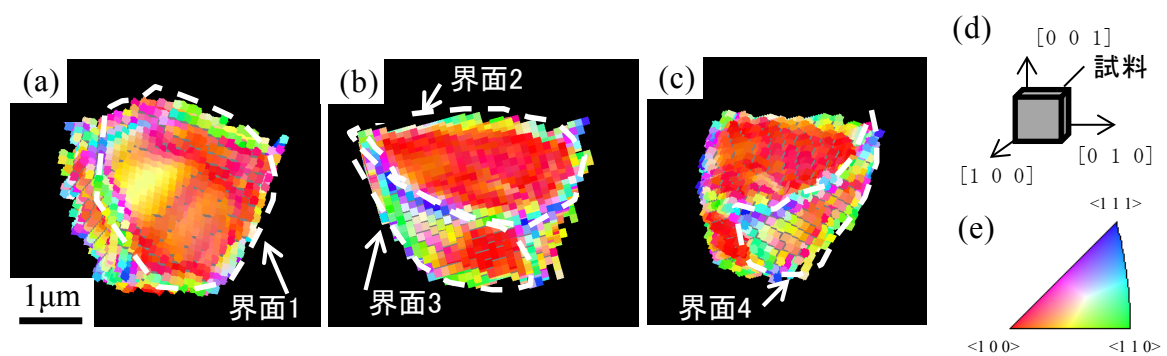


Fig. 4.1 オーステナイト粒の 3 次可視化像と試料座標系の定義  
(a) - (c) 同一のオーステナイト粒を異なる方向から観察した像  
(d) 試料座標系の定義  
(e) 試料座標系における方向と色の対応を表す標準ステレオ三角形

Fig. 4.1 の (a) から (c) は同じオーステナイト粒を別の方向から観察したものであり、図中には 4 つの隣接フェライト粒との粒界面 (界面 1~4) を白の破線で示している。このオーステナイトと界面 1~4 で接するフェライトの結晶方位関係は、それぞれ K-S 関係からのずれ角で、界面 1 が  $\Delta\theta^{\text{KS}} = 1^\circ$ 、界面 2 が  $\Delta\theta^{\text{KS}} = 3^\circ$ 、界面 3 が  $\Delta\theta^{\text{KS}} = 8^\circ$ 、界面 4 が  $\Delta\theta^{\text{KS}} = 22^\circ$  である。結晶粒の粒界面の色は、後述する方法を用いて粒界面の 1 つ 1 つの Voxel の局所的な法線方向を表したものである。その方向

を示す基底軸は Fig. 4.1(d)に示すように試料座標系上で定義し、その座標系における法線方向を Fig. 4.1(e)に示す標準ステレオ三角形に対応した色で表している。この粒界面の法線方向を求めるための具体的な計算方法を次に述べる。

オーステナイト結晶粒の粒界面上の Voxel の法線方向は、ベクトルの外積計算を利用した方法によって求める。結晶粒の粒界面上の局所領域に着目し、その領域に含まれる Voxel 同士を結ぶ位置ベクトルを考える。粒界面上の Voxel 同士を結ぶ位置ベクトルは結晶の粒界面に局所的に平行であることから、それらの外積で得られるベクトルは粒界面に対して垂直である。ただし、外積で得られるベクトルの方向は Voxel 位置の僅かな誤差によってばらつき易いので、その誤差を小さくするために粒界面上の複数の位置ベクトル用いて外積計算を行い、それらの垂直方向のベクトルを平均することで粒界面の法線方向ベクトルを求める精度を向上させる。本研究では、この Voxel 同士の位置ベクトルの外積計算に基づく方位線方向の解析法を Voxel モデルと呼ぶ。

具体的な計算では、Fig. 4.2 に模式的に示すように粒界面上の着目する Voxel (中央の赤色) から、隣接する Voxel に伸びる 8 つのベクトル  $\mathbf{x}_1 \sim \mathbf{x}_8$  を設定する。ベクトル  $\mathbf{x}_1$  から  $\mathbf{x}_8$  の間の隣り合う 2 つのベクトルの組み合わせで外積を計算し、それらの平均を次の式 (4.1) で求め、粒界面の法線方向ベクトル  $\mathbf{n}_s$  とする。

$$\mathbf{n}_s = \frac{1}{8} \sum_{i=1}^8 \frac{\mathbf{x}_i \times \mathbf{x}_{i+1}}{\sqrt{|\mathbf{x}_i|^2 |\mathbf{x}_{i+1}|^2 - |\mathbf{x}_i \cdot \mathbf{x}_{i+1}|^2}} \quad (4.1)$$

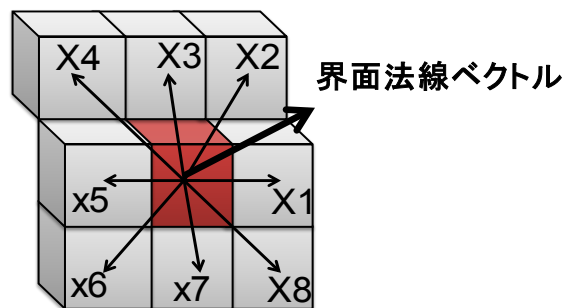


Fig. 4.2 粒界面の法線ベクトルを計算するための Voxel モデル

ここで、位置ベクトル $\mathbf{x}_i$ 、および法線方向ベクトル $\mathbf{n}_s$ は、サンプル座標系におけるベクトルである。式(4.1)の和の計算では、 $i=8$ の場合に右辺の分子第2項に $\mathbf{x}_9$ が現れるが、これは $\mathbf{x}_1$ に等しいとする。この計算式は、着目する中央のVoxelの第一近接のVoxelだけを考慮しているが、実際の計算では法線方向の精度をさらに高めるため、第二近接のVoxelまで含めて計算を行った。

この計算方法によって求まる1つ1つのVoxelの法線方向( $\mathbf{n}_s$ )は、オーステナイト粒の粒界面の局所領域における法線方向を表しており、粒界面全体の方位を代表するものではないが、粒界面上の多数のVoxelから求めた法線ベクトルを集合として評価することで、粒界面全体の法線方向と界面の曲率の傾向を表すことができる。その具体例として、Fig. 4.1(a)の界面1の法線方向のベクトルの分布をFig. 4.3(a)の極点図に表示する。極点図の縦軸と横軸の方向は、試料座標系の2つの基底軸に平行である。同極点図中の1点は、1つのVoxelの法線方向( $\mathbf{n}_s$ )を表し、同図(b)には、その離散的なベクトルの集合を分布として等高線で表示したものを示す。

Fig. 4.3(a)の極点図に示すように、オーステナイト粒の粒界面の法線方向は広く分散している。この分布は実際の粒界面が曲率を持っていることを反映しているが、法線方向の計算法に由来する誤差も影響している。同図のように法線方向を点の集

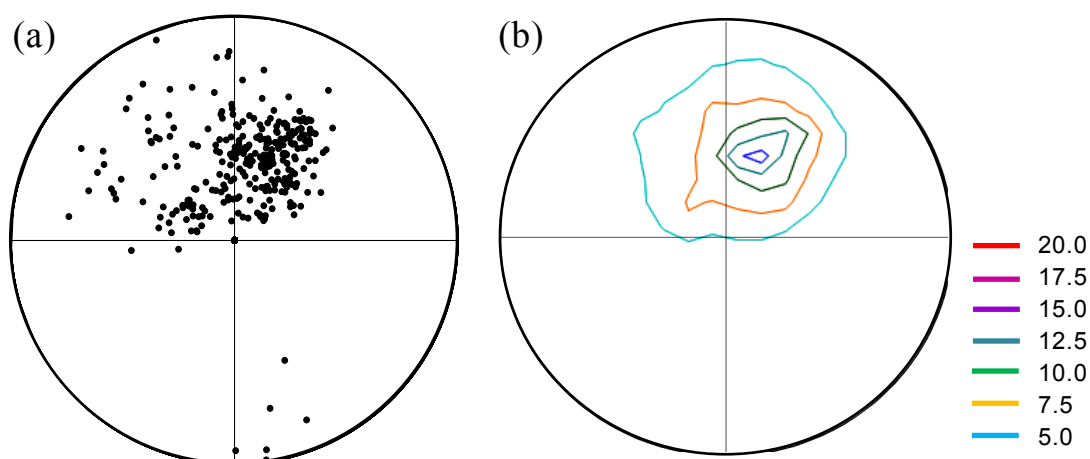


Fig. 4.3 オーステナイト粒の界面1の法線方向を投影した極点図

- (a) 界面上の個々のVoxelの法線方向を離散的に投影した結果
- (b) 離散的なベクトルの集合を等高線分布として表示した結果

まりとして表現すると、粒界面全体がどのような方向に集まっているか明確ではないので、Fig. 4.3(b)に示すようにベクトルの点の集まりを頻度分布として等高線で表示する方が判りやすい。等高線の度数は、極点図上の法線ベクトルの密度を表す。その具体的な定義は、実測の粒界面の面積と同じ面積の半球の界面を想定し、その半球の法線方向の分布を極点図上に投影したときの法線の密度に対して、実測のオーステナイトの粒界面の法線密度の倍率を表したものである。このように、粒界面の法線方向を等高線の分布によって表すことで、法線方向の密度が最も高い方向が分かり、その方向を粒界面の代表的な法線方向として評価することができる。

粒界面と平行なオーステナイトとフェライトの結晶面を解析するには、法線方向の分布を表示した極点図上に結晶方位を投影すればよい。まず Fig. 4.1 のオーステナイトとそれに隣接する4つのフェライトとの粒界面（界面1～4）の界面方位を解析した。界面1と2の解析結果を Fig. 4.4(a)(b)に、界面3と4の解析結果を Fig. 4.5(a)(b)にそれぞれ示す。旧オーステナイトの $\{001\}_\gamma$ 、 $\{011\}_\gamma$ 、 $\{111\}_\gamma$ の法線方向の極をそれぞれ、赤、緑、青の×プロットで示した。また隣接するフェライト粒の $\{001\}_\alpha$ 、 $\{011\}_\alpha$ 、 $\{111\}_\alpha$ の法線方向の極を同様に3色の○プロットで示した。

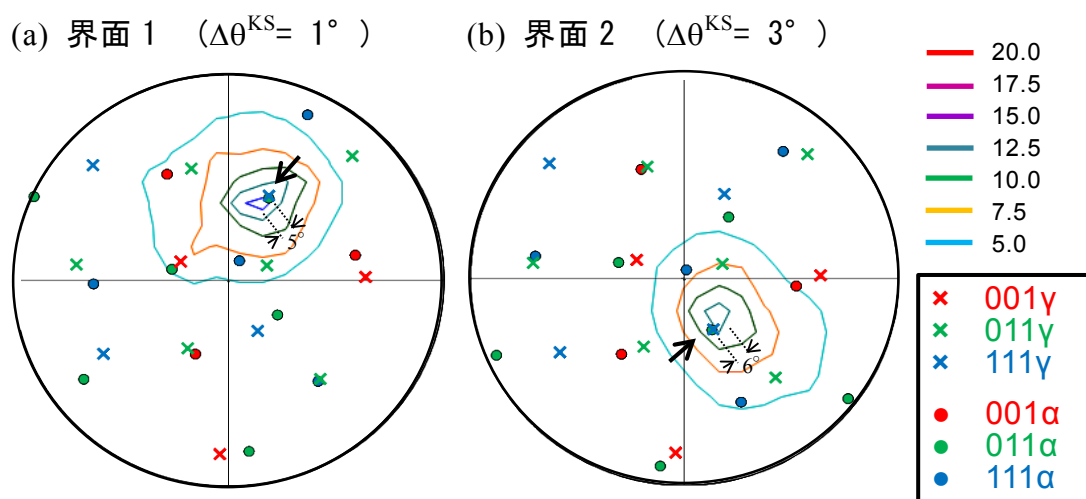


Fig. 4.4 オーステナイト粒の界面における粒界面の法線方向の分布とフェライト、およびオーステナイトの結晶方位を示す極点図  
(a)界面1、(b)界面2の解析結果

Fig. 4.4(a)の界面1において、フェライトとオーステナイトの結晶方位関係は、K-S関係からの方位差が $\Delta\theta^{KS}=1^\circ$ であり、ほぼ正確にK-S関係を満たしている。等高線で示した粒界面の法線方向の分布において、密度が最も高くなっている方向の密度は半球の界面の法線密度に対する倍率で15倍であった。この値が高いことは粒界面が平面に近いことを示しており、界面1は平坦に近い。平行関係にある最密面 $\{111\}_\gamma$ と $\{011\}_\alpha$ の法線方向をFig. 4.4(a)の矢印で示した。粒界面の法線方向を表す等高線の中心は、矢印で示した平行関係にある最密面と非常に近いことが分かる。これら2つの方向の間の方位差を計測した結果、同図中に示すように $5^\circ$ である。これは、界面1の結晶学的特徴としてオーステナイトから見れば $\{111\}_\gamma$ に近く、フェライト側から見れば $\{011\}_\alpha$ に非常に近い結晶面で接していることを示している。

Fig. 4.4(b)の界面2における隣接する結晶粒の方位関係はK-S関係からの方位差 $\Delta\theta^{KS}$ が $3^\circ$ であり、ほぼK-S関係を満たしている。Fig. 4.4(a)の界面1と同様な解析において、粒界面法線の密度の最大値は13倍であり平坦に近く、粒界面の法線方向は矢印で示した平行関係にある最密面に近い。これらの最密面法線と粒界面法線の方位差は $6^\circ$ である。界面2においても矢印の位置でわかるように平行関係にある最密面 $\{111\}_\gamma//\{011\}_\alpha$ に非常に近い方位の粒界面が形成されている。

このように、界面1と界面2は平坦に近い形状であり、フェライトとオーステナイトの互いに平行な最密面 $\{111\}_\gamma//\{011\}_\alpha$ の方向と粒界面法線の中心が非常に近く位置し、オーステナイト側は $\{111\}_\gamma$ 、フェライト側は $\{011\}_\alpha$ に $5\sim 6^\circ$ 以内で近い界面を形成していることが判った。

同様にして解析したオーステナイト粒の界面3および4の界面方位の解析結果をFig. 4.5(a)(b)に示している。これらの粒界面においては、結晶方位関係はそれぞれK-S関係から $8^\circ$ および $22^\circ$ と大きな方位差を有している。

Fig. 4.5(a)に示す界面3の方位解析において、粒界面の法線方向の密度の最大値は、ランダムな場合の密度からの比率で7.5倍程度であり、界面1や界面2の場合よりも小さい。このことは、粒界面が平坦よりもやや曲面に近いことを示している。平行関係に最も近い最密面 $\{111\}_\gamma$ と $\{011\}_\alpha$ を矢印で示した。これらの最密面同士の方位差( $\Delta\theta_{cpp}$ )は $7.7^\circ$ であり、界面3の粒界面の法線方向は平行関係に最も近い最密面からやや離れている。フェライトあるいはオーステナイトの平行関係にない他の $\{111\}_\gamma$ や $\{011\}_\alpha$ を見ても、それらの近傍に粒界面法線が集まっているようには見えない。



Fig. 4.5(b)に示す界面4の方位解析の結果においては、粒界面の法線方向の密度の最大値は15倍程度であるが、2重矢印で示す2つの位置に極大値が分かれている。その結晶方位関係はK-S関係から大きく離れているため、フェライトとオーステナイトの最密面同士が平行の関係は見出すことができない。また粒界面の法線方向は、フェライトあるいはオーステナイトの最密面に集まる傾向は見られない。このように界面3と界面4では、フェライト粒とオーステナイト粒は最密面から大きく離れた結晶面で接している。

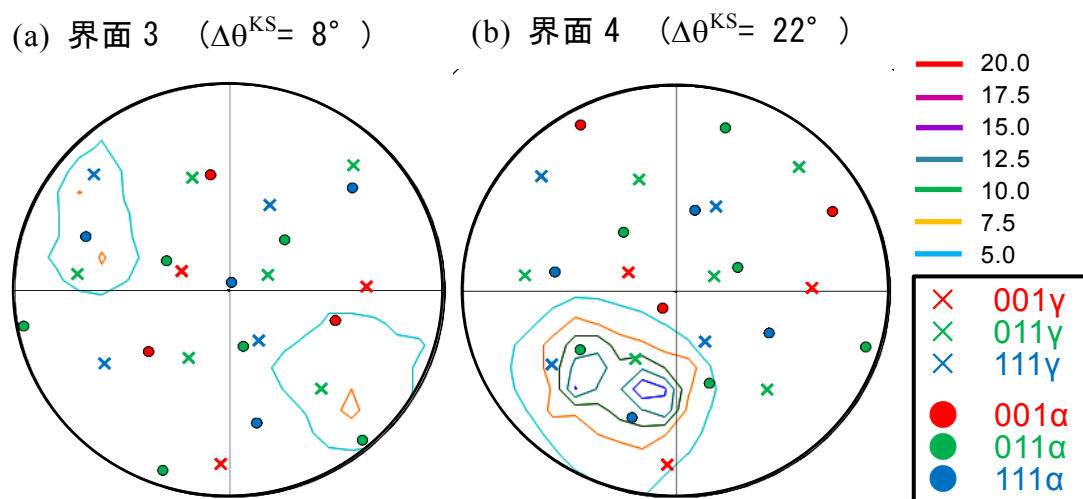


Fig. 4.5 オーステナイト粒の界面における粒界面の法線方向の分布とフェライト、およびオーステナイトの結晶方位を示す極点図  
(a)界面3、(b)界面4の解析結果

他の解析例として、別の2つのオーステナイト粒について同様の解析を行った結果をFig. 4.6とFig. 4.7に示す。Fig. 4.6には、異なる3つの方向から観察したオーステナイト粒の3次元結晶方位可視化像を(a)から(c)に示す。これらの図には、隣接フェライト粒との4つの粒界面(界面1~4)を白色の破線で示している。また界面1から界面4について粒界面方位の解析を行った極点図をFig. 4.6(d)~(g)に示す。界面1と界面2において、フェライトとオーステナイトの結晶方位関係はK-S関係に近く、それぞれ $\Delta\theta^{KS} = 6^\circ$  および $11^\circ$  である。粒界面の法線方向の密度の最大値は、それぞれ30倍と17倍であり、粒界面は平面に近い形状である。これらの粒界面の法線分布の最

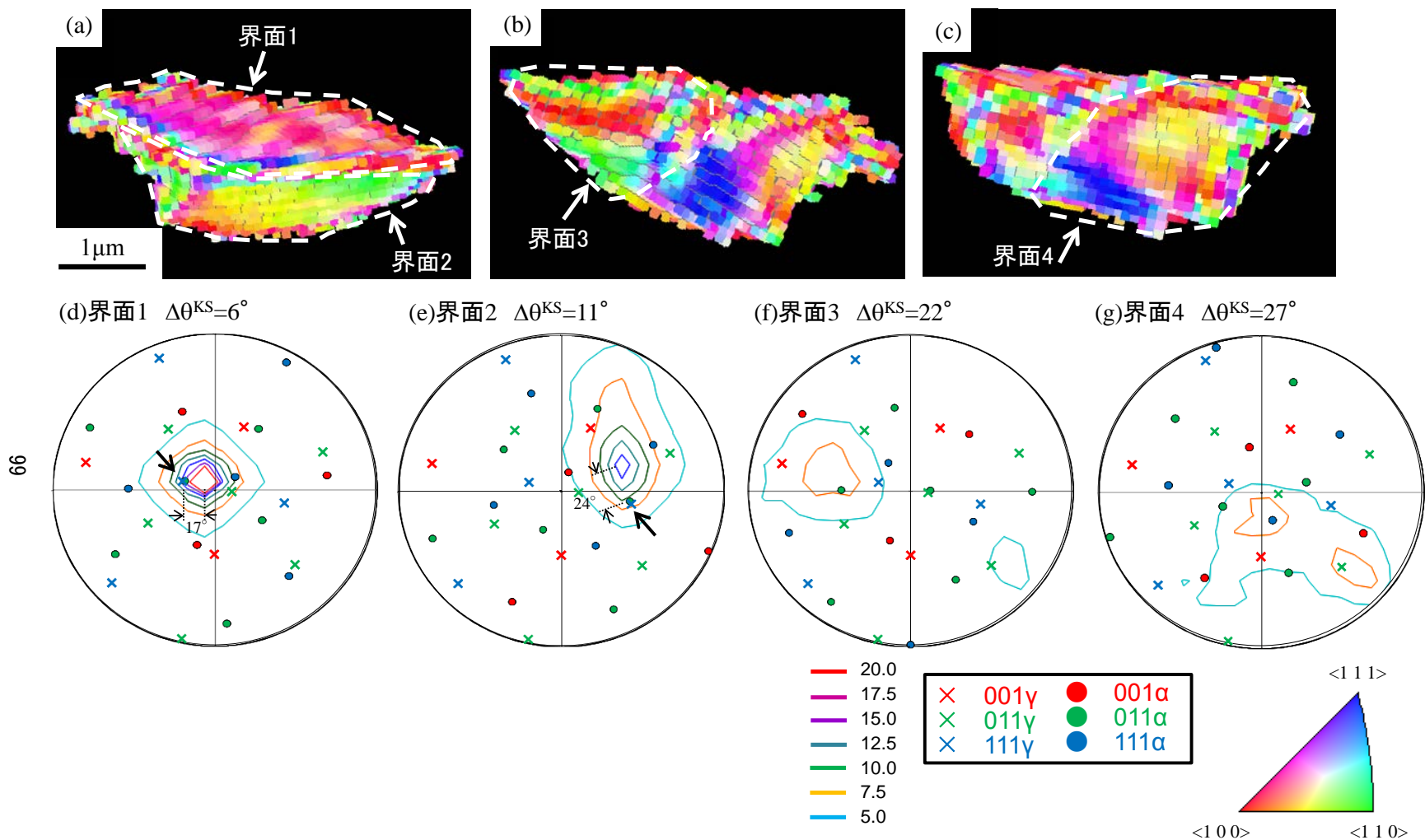


Fig. 4.6 オーステナイト粒の3次元形状と界面の面法線方向の解析結果

(a)-(c) 再構築されたオーステナイト粒を異なる方向から表示

(d)-(f) 各界面における粒界面法線の分布とフェライト、オーステナイトの結晶方位を示す極点図

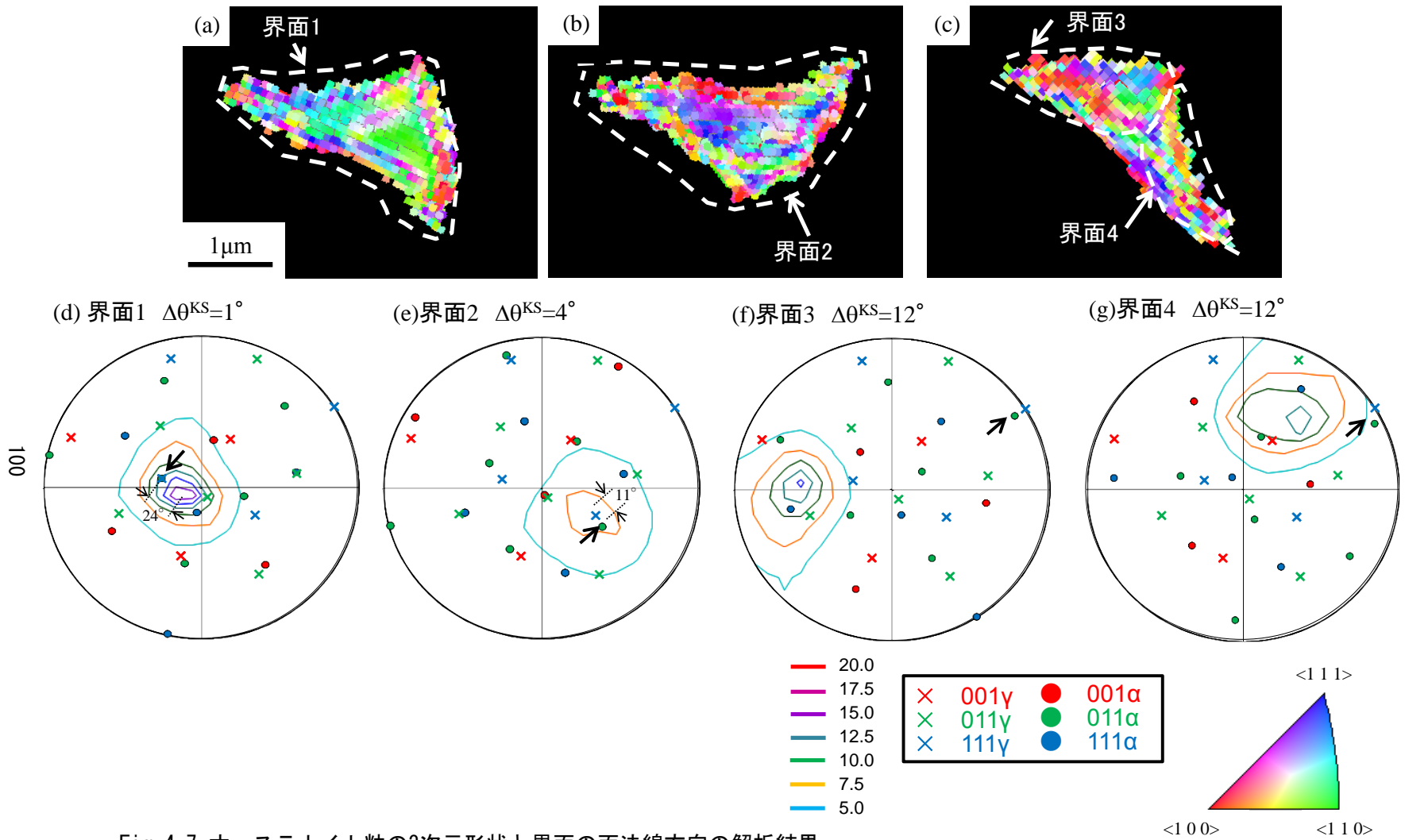


Fig. 4.7 オーステナイト粒の3次元形状と界面の面法線方向の解析結果

(a)–(c) 再構築されたオーステナイト粒を異なる方向から表示

(d)–(f) 各界面における粒界面法線の分布とフェライト、オーステナイトの結晶方位を示す極点図

大値の位置は、Fig. 4. 6(d)と(e)に矢印で示した方向に存在する平行な最密面に近い。それぞれの粒界面の法線方向の最大値と最密面の方向の方位差は、Fig. 4. 6(d)と(e)に図示したように  $17^\circ$  と  $24^\circ$  であった。一方、Fig. 4. 6(f)と(g)の粒界面は、K-S 関係から大きく離れた結晶方位関係になっている。これらの結晶方位関係においては、フェライトとオーステナイトの最密面に平行に近いものが存在していない。また粒界面の法線方向の密度は、いずれも 8 倍程度であり曲率が比較的大きい。粒界面の法線方向の分布とフェライトとオーステナイトの最密面の位置関係をみると、それらの間に特に一致は見られない。

Fig. 4. 7(a)-(c)に示すオーステナイト粒においても同様の結果が得られた。Fig. 4. 7(d)と(e)の界面1と2の結晶方位関係はK-S関係に近く、それぞれ  $\Delta\theta^{KS}=0.4^\circ$  および  $4^\circ$  である。粒界面の法線方向の密度は高く、平坦に近い粒界面である。これらの粒界面の法線方向は、図中の矢印で示す平行関係にある最密面に近く、その方位差は  $24^\circ$  と  $11^\circ$  である。一方、Fig. 4. 7(f)と(g)の界面3と4の結晶方位関係はK-S関係からやや離れていて、それぞれ  $\Delta\theta^{KS}=12^\circ$  および  $12^\circ$  である。法線方向の密度は18倍と10倍であり、前者の界面3は平面に近い形状である。これらの粒界面では、それぞれFig. 4. 7(f)と(g)に矢印で示したように、最密面同士の間方位差が比較的小さい ( $\Delta\theta_{cpp}=5\sim7^\circ$ ) のものが見つかった。これらの粒界面の法線方向と、平行に近い最密面は  $30^\circ$  以上の方位差を持っている。なおFig. 4. 7(f)の界面3に関しては、粒界面の法線方向は最密面の近傍ではないが、 $\{011\}_\gamma$  または  $\{111\}_\alpha$  の近傍に位置しているようにも見える。

以上のFig. 4. 4、4. 5およびFig. 4. 6、4. 7に示したオーステナイト粒の複数の界面において行った粒界面方位の解析結果と、その粒界面で接するフェライトとオーステナイトの結晶方位関係をTable 4. 1にまとめる。なお同表中の  $\Delta\theta^{KS}$  は、フェライトとオーステナイトの結晶方位関係をK-S関係からの方位差で表したものである。 $\Delta\theta_{cpp}$  と  $\Delta\theta_{cpd}$  は、フェライトとオーステナイトの方位差のうち、最も近い最密面(close-packed plane)の方位差と、最密方向(close-packed direction)の方位差を表す。これらの方位差の計算式は第2章に示した。

上述の極点図上の粒界面解析においても議論したように、フェライトとオーステナイトが、K-S関係や  $\Delta\theta^{KS}$  がおよそ  $10^\circ$  以下のK-S関係に近い方位関係にあるとき、それらの相の粒界面は、最密面  $\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$  の近傍の結晶面で接する傾向がある。ま

た、Table 4.1に示すように、オーステナイト粒2の界面2ではK-S関係から12° 程度の方位差があるが、最密面同士方位差 $\Delta\theta_{\text{cpp}}$ は2.6° と小さい。このような粒界面は、 $\{111\}_{\gamma}$ と $\{011\}_{\alpha}$ に近い面方位の界面が形成されている。

Table 4.1 各界面の結晶方位関係、および、粒界面と最密面の法線方向の方位差

$\gamma$ grain	Interface to adjacent ferrite grains	$\Delta\theta^{\text{KS}}$ / deg.	$\Delta\theta_{\text{cpp}}$ / deg.	$\Delta\theta_{\text{cpd}}$ / deg.	Deviation of boundary normal from the close-packed planes	
					Deviation / deg.	Location to the c.p.p.
1	Interface 1	0.8	0.4	0.8	~5°	In the vicinity
1	Interface 2	2.7	0.5	2.6	~6°	In the vicinity
1	Interface 3	8.0	7.7	7.0	Large	Not related
1	Interface 4	21.7	19.8	11.6	Large	Not related
2	Interface 1	6.3	0.8	6.2	~17°	In the vicinity
2	Interface 2	11.8	2.6	11.6	~24°	In the vicinity
2	Interface 3	22.1	16.7	18.4	Large	Not related
2	Interface 4	26.8	23.1	12.1	Large	Not related
3	Interface 1	0.4	0.4	0.2	~24°	In the vicinity
3	Interface 2	4.2	2.4	3.4	~11°	In the vicinity
3	Interface 3	12.0	5.0	12.0	Large	Not related
3	Interface 4	11.8	6.6	11.8	Large	Not related

本研究の3次元結晶方位可視化像において観察した78個のオーステナイト粒について隣接フェライト粒との粒界面を、Fig. 4.4、4.5および4.6、4.7で行ったのと同様の方法で面方位解析を行った。その結果から、K-S関係またはK-S関係に近い結晶方位関係を満たしている粒界面について、 $\{111\}_{\gamma} // \{011\}_{\alpha}$ の近傍の粒界面方位を持つものの割合をTable 4.2にまとめた。オーステナイト粒の粒界面のうち、K-S関係と

N 関係の間にある結晶方位関係、すなわち $\Delta\theta^{KS} \leq 5.3^\circ$  かつ最密面同士の方角差が小さい( $\Delta\theta_{cpp} \leq 3^\circ$ ) ことを満たす粒界面は 41 個観察された。またそれ以外に、 $\Delta\theta^{KS} \leq 5.3^\circ$  を満たすが最密面同士の方角差が大きい粒界面( $\Delta\theta_{cpp} > 3^\circ$ )、および  $5.3^\circ < \Delta\theta^{KS} \leq 12^\circ$  を満たす、K-S 関係からやや離れた結晶方位関係の粒界面は合計で 56 個観察された。

結晶方位関係がK-S関係とN関係のときの粒界面(41個)については、そのうちの83%(34個)の粒界面の法線方向が、フェライトとオーステナイトの平行関係にある最密面 $\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$ の方向の近傍にあった。またK-S関係からの方位差が $5.3 \sim 12^\circ$ のK-S関係からやや離れた結晶方位関係の粒界面(56個)については、60%(33個)の粒界面の法線方向が、平行関係に最も近い最密面、つまり最も近接した $\{111\}_\gamma$ と $\{011\}_\alpha$ に近い結晶方位にあった。

Table 4.2 K-S 関係または K-S に近い方位関係にある粒界面が平行関係にある最密面  $\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$  の近傍の面方位をもつ割合

Orientation relationship at $\alpha/\gamma$ interface	Number of interfaces with boundary plane in the vicinity of $\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$	Ratio (%)
Between K-S and N relationship ( $\Delta\theta^{KS} \leq 5.3^\circ$ and $\Delta\theta_{cpp} \leq 3^\circ$ )	34 / 41	83%
Near K-S relationship ( $\Delta\theta^{KS} = 5.3 \sim 12^\circ$ or $\Delta\theta_{cpp} > 3^\circ$ )	33 / 56	60%

#### 4.3.2 TEMによるフェライト-マルテンサイト粒界面の微細構造観察

FIBシリアルセクション法に用いた730°Cから急冷したのと同じ試料を用いて、フェライト組織に分散して存在するマルテンサイト組織を透過電子顕微鏡(TEM)で観察した。TEM観察において、マルテンサイトは主にフェライトの3重点に存在し、そのマルテンサイト内部またはマルテンサイトの境界に接するセメンタイトは観察されなかった。セメンタイト粒子のほとんどは、フェライトの粒内、またはマルテンサイトの存在位置とは関係なくフェライト粒界上に析出していた。この観察結果は、第3章のFig. 3.3(b)のSEM顕微鏡での観察結果と同じである。もちろん、急冷で

マルテンサイトになっている領域は、高温では初期に生成したオーステナイト領域であり、オーステナイトが生成する前にはセメンタイトがあり、オーステナイトが生成するときそのセメンタイトは溶解したのではないか、という疑問点を払拭できる実験データにはなっていない。しかし第2章のFig. 2.5に示したように、冷間圧延後の組織のセメンタイト分布をレプリカ法で観察したときに、セメンタイトはフェライト粒界3重点に特に集中して存在していなかったことから、本実験に用いた試料においては、初期のオーステナイトの生成はセメンタイトに隣接することなく起こったと考えている。

低炭素鋼のマルテンサイト組織の下部組織は、多くの転位を伴ったラス構造で構成されることが知られている。マルテンサイトとそれを囲む母相フェライトの組織の典型的なTEM観察結果をFig. 4.8に示す。このマルテンサイトの断面サイズは $1\mu\text{m}$ 程度であるので、Fig. 4.1に示した3次元結晶方位解析を行ったマルテンサイトに比べると小さい。またマルテンサイトは多量の転位の存在により電子が散乱されて黒いコントラストとなり、ラスと思われる線状コントラストが僅かにその中に見える

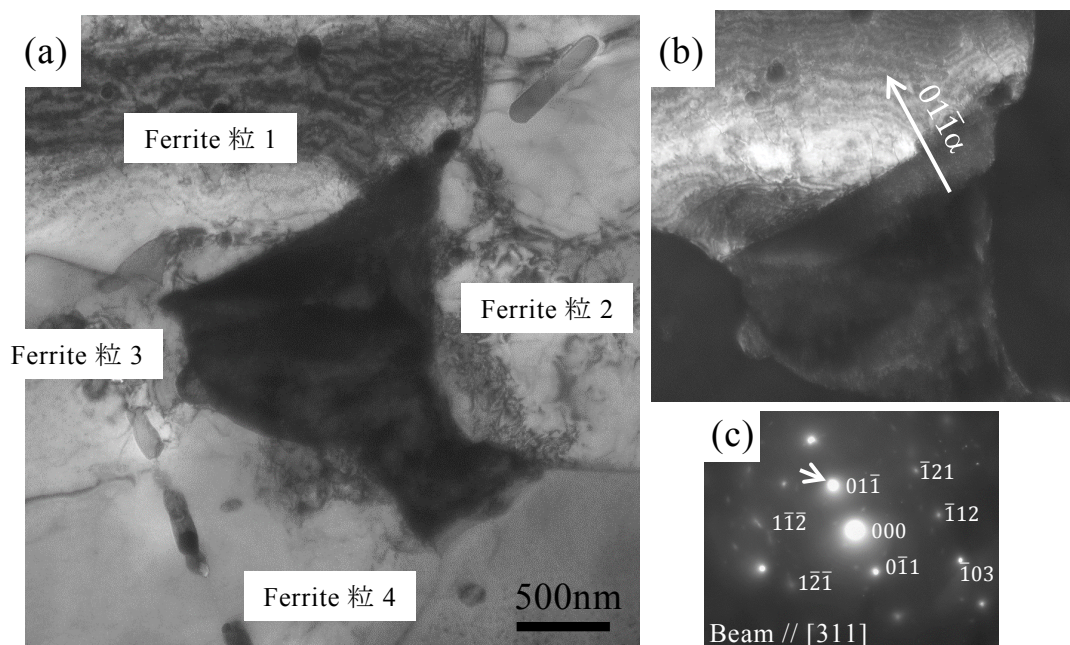


Fig. 4.8 フェライト-マルテンサイトのTEM観察写真、および界面の方位解析  
 (a)明視野像 (b) Ferrite 粒1の $01\bar{1}$ 斑点から得られた暗視野像  
 (c) Ferrite 粒1の $[311]$ 入射の電子回折像

程度である。注目すべき点は、マルテンサイトとFerrite粒1との粒界面は平坦な形状をしている点である。これは、Fig. 4.8(b) の暗視野像でより明確に判る。同暗視野像は、Ferrite粒1 の電子線入射条件をFig. 4.8(c)に示すように、 $[311]$ 方向から入射し、その $01\bar{1}$ 回折斑点から得たものである。粒界面のトレースはFerrite粒1の $(01\bar{1})$ 面平行になっている。そのほかの隣接フェライト粒との粒界面を観察すると、Ferrite粒2との粒界面は比較的平坦な形状をしていて、Ferrite粒3および4では大きな曲率を持っている部分と部分的に平坦な部分の双方が存在している。TEM観察ではある断面形状での観察に過ぎないので、N数を増やして観察しなければ断定することはできないが、次の考察で記載するように3次元結晶方位再構築像の解析結果を支持する結果になっている。

別の視野で観察したマルテンサイトとそれを囲む母相フェライトの組織をFig. 4.9に示す。マルテンサイトとFerrite粒1の粒界面は平坦な形状をしており、Ferrite粒1から撮った電子回折像をFig. 4.9(c)に示すが、 $[111]$ 平行に近い入射電子線の条件下で $[11\bar{2}]$ 方向がその粒界面に垂直になっていることが判る。なおこの視野では十分な暗視野像解析ができていないが、電子回折図形上の $01\bar{1}$ 回折斑点の近くに

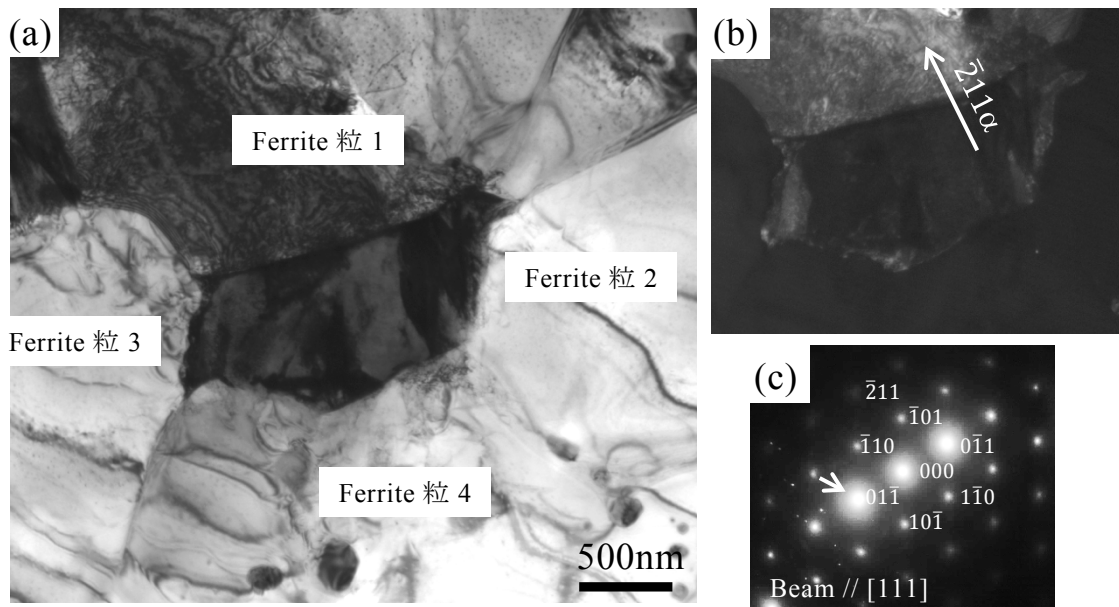


Fig. 4.9 フェライト-マルテンサイトの TEM 観察写真、および界面の方位解析  
 (a) 明視野像 (b) Ferrite 粒 1 の  $01\bar{1}$  斑点から得られた暗視野像  
 (c) Ferrite 粒 1 の  $[111]$  入射の電子回折像



他の回折斑点が見える。Fig. 4.9(b)はFerrite粒1の011 $\bar{1}$ 回折反射から撮った暗視野像であるが、マルテンサイト領域もやや明るいコントラストが現れていて、この試料をTEM内で1~2° 僅かに傾斜したときにはマルテンサイト相の方が明るくなる傾向にある。試料が湾曲してしまうため、この領域からは十分な暗視野像が得られなかったが、両者の(011)面が近いことを示唆している。その他の粒界面を考慮に入れると、Ferrite粒2および3との粒界面は非常に平坦な形状をしており、Ferrite粒4は大きな曲率を持った複雑な形状をしている。

以上のTEM観察において、マルテンサイトと隣接するフェライトとの粒界面の中で、フェライトからみて(011)面が平行な面で平坦な粒界面が形成されている部分があることを検証できた。またフェライトとマルテンサイトのそれぞれの(011)面が平行な領域もあり、微視的にも熱処理中に $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態で生成したオーステナイトが、フェライトとK-S関係やそれに近い方位関係を満たすときに、平坦な粒界面が存在することを示している。

## 4.4 考察

### 4.4.1 オーステナイトとフェライトの粒界面の面方位に関する考察

本章においては、フェライトとオーステナイトの3次元結晶方位再構築像において、オーステナイト粒の粒界面の法線方向と結晶方位を解析した。その結果、フェライトとオーステナイトがK-S関係、またはK-S関係からの方位差が10°程度までの結晶方位関係を満たすとき、それらの粒界面の面方位は、平行関係にある最密面 $\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$ の極の近傍の面方位になることを示した。また、オーステナイト粒とそれに隣接する4~5個のフェライト粒との粒界面のうち、2つ、あるいは3つまでの粒界面において同時に上述の結晶学的な特徴を持った粒界面が形成されることを示した。母相フェライトとの間に、最密面近傍の結晶面からなる粒界面が複数形成されることは、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態において粒界コーナーで生成するオーステナイト粒の特徴的な性質と考えられる。

界面における結晶学的関係は、その界面の構造と密接に関連している。界面の結晶学的な状態を決定する自由度は結晶方位関係(自由度3)と界面の法線方向(自由度2)による5つである。これらの自由度が決定されることで、粒界面においてフェラ

イトとオーステナイトが接触する結晶面が特定され、粒界面における格子の幾何学的な位置関係が決まる。過去の文献では、FCC 構造と BCC 構造の結晶が接する界面における格子の位置関係に基づいた Near-Coincidence Site Lattice (NCS) モデルが提案され、K-S 関係や N 関係を満たすときの界面整合性が議論されている。

Aaronson[2]らは、コンピュータシミュレーションで結晶格子上に位置する原子の幾何学的な配置をモデリングすることによって、K-S 関係や N 関係にある FCC 構造と BCC 構造の結晶界面を解析した。この解析では格子定数の異なる 2 つの結晶構造 (FCC と BCC) の格子の対応関係を見積もるために、NCS 解析の概念が導入された。すなわち、一方の結晶の格子点の位置から一定距離内 (格子定数の 3~10%程度) に他方の結晶の格子点が見つかるとき、それを NCS 原子対 (near-coincidence-site atom pair) と定義した。モデル解析からは両相の間の界面が平行関係にある最密面  $\{111\}_{\text{FCC}}//\{011\}_{\text{BCC}}$  と一致するときは、NCS 原子対の数が非常に少数しか見つからないことが示された。しかしながら、界面の結晶面が平行関係にある最密面  $\{111\}_{\text{FCC}}//\{011\}_{\text{BCC}}$  から僅かにずれて、さらに数原子高さのステップ状の界面構造とミスフィット転位を導入することによって、界面内に周期的に NCS 原子対の集団が現れ、NCS 原子対の密度が増加することを示した。それに続く電子顕微鏡観察によって、フェライトとオーステナイトの粒界面に観察されるステップ状の界面構造を示す観察結果が得られたとする報告がある[3]。その後 Enomoto[5, 6]らは、このような BCC 相と FCC 相の間にステップ構造の界面が形成された時の易動度について、Fe 原子の拡散モデルを適用して界面付近の拡散場を評価し、界面移動の初期において易動度が著しく低下することを予測した。

このように、フェライトとオーステナイトが K-S 関係などの結晶方位関係を満たすとき、最密面から僅かにずれた粒界面が形成されることで、部分的に整合な界面が現れる可能性が示唆されている。本研究で測定したオーステナイトとフェライトの粒界面においては最密面近傍の粒界面が形成されていることを明らかにしたが、このようなマクロな視点からの粒界面の特徴は、上述の NCS 解析モデルによって予測された部分整合界面の特徴と矛盾しない。しかしながら、本研究で行った粒界面の結晶学的解析は、EBSD 測定の  $0.1 \mu\text{m}$  オーダーの空間分解能に基づくものであり、原子レベルの分解能で議論されるべき界面の原子構造を描像するには至っていない。TEM 観察においても、フェライトの (011) に平行な面で平坦な粒界面を形成する例を

示したが、TEM 内での傾斜実験は、強磁性の試料に起因して連続的な傾斜条件を得ることが難しいので、観察数を稼ぐような実験が難しい。近年では、微小な試験片を作製することで、強磁性材料に対しても十分な TEM 内での傾斜実験ができるようになりつつあるので、相変態のメカニズムを真に解明するうえでは、EBSD 法を用いた 3 次元結晶方位解析と TEM 観察を組み合わせ、このような粒界面の原子構造を明らかにする研究が行われることが期待される。

#### 4.4.2 オーステナイトの粒界面方位と粒成長挙動の関係の考察

3 次元結晶方位測定の結果から、フェライトとオーステナイトが K-S 関係やそれに近い方位関係を満たすとき、粒界面は最密面の近傍の結晶面を取ることが示した。前節の議論からは、フェライトとオーステナイトが最密面からずれた結晶面で接することで、整合性が良く部分的に整合な粒界面が形成されると予測したが、このような特徴を持った粒界面は、オーステナイトの粒成長に影響を及ぼす可能性がある。第 2 章の Fe-0.2% C 合金の高温 *in situ* EBSD 測定の観察においては、オーステナイトが粒成長するとき、K-S 関係を満たす粒界面が殆ど移動せず、K-S 関係から大きく離れた方位関係の粒界面が大きく移動することを示した。この選択的な粒界面移動には、粒界面方位が影響を及ぼしている可能性がある。本節では、第 2 章の高温 *in situ* EBSD 測定で測定されたオーステナイトの粒成長挙動に関して、その結晶方位関係の特徴をより明確にするための解析を行い、粒界面方位が粒成長挙動に及ぼす影響を考察する。

第 2 章の 2.3.3 節の高温 *in situ* EBSD 測定で界面移動を解析したオーステナイトとフェライトに関して、その最密面(close-packed plane)の方位差 $\Delta\theta_{cpp}$ と、最密方向(close-packed direction)の方位差 $\Delta\theta_{cpd}$ を解析する。具体的には、2.3.3 節の Fig. 2.15 のフェライトとオーステナイトの結晶方位関係を解析するときに用いた結晶方位を用いて、第 2 章の式(2.7)と(2.8)から $\Delta\theta_{cpp}$ と $\Delta\theta_{cpd}$ を解析した。その結果を Fig. 4.10 に示す。また同図のデータは、Fig. 2.13 の 730°C から 790°C の昇温時の界面移動距離  $d$  に基づいて、 $d \leq 1.0 \mu\text{m}$  の界面を易動度の小さい界面として赤色のプロットで示し、 $d > 1.0 \mu\text{m}$  の界面を易動度の大きい界面として白のプロットで示した。

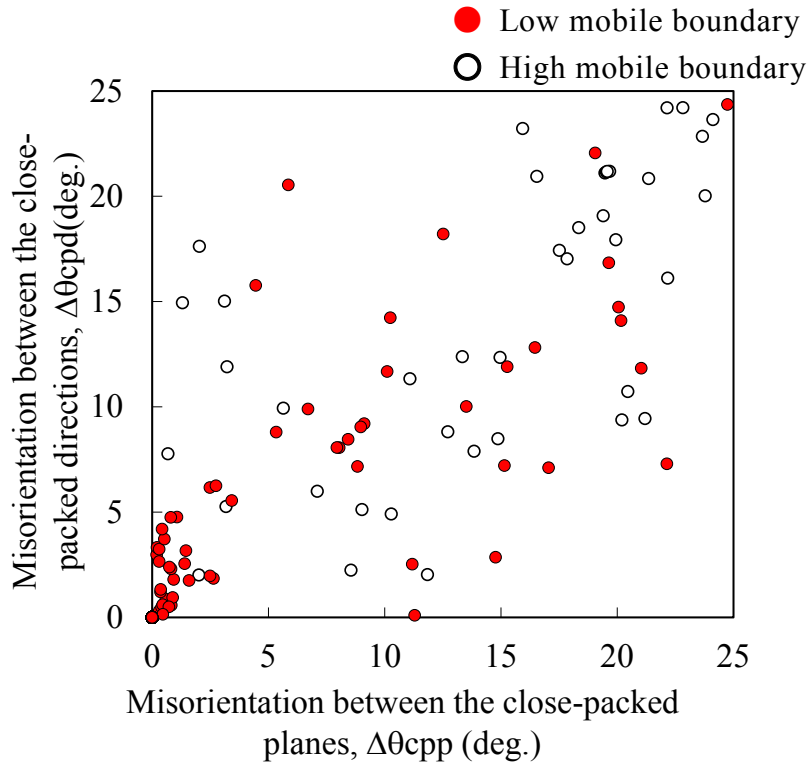


Fig. 4.10 各  $\alpha/\gamma$  界面における最密面と最密方向の方位差  
730°Cから790°Cの昇温時の界面移動距離が  $1\mu\text{m}$  未満の  
界面を赤色、 $1\mu\text{m}$  以上の界面を白色のプロットで示す。

Fig. 4.10 の原点は、最密面と最密方向の方位差がともにゼロの方位関係であり、K-S 関係に相当する。原点に近い領域(K-S 関係の近傍)に着目すると、最密面の方位差  $\Delta\theta_{\text{cpp}}$  が  $0\sim 2^\circ$ 、かつ最密方向の方位差  $\Delta\theta_{\text{cpd}}$  が  $0\sim 5^\circ$  の関係を満たすものが多い。すなわち K-S 関係に近い方位関係では、最密面同士がほぼ平行な関係を維持しつつ、最密方向に  $0\sim 5^\circ$  の方位差を生じる傾向がある。これらの方位関係は、K-S 関係 ( $\Delta\theta_{\text{cpp}}=0^\circ$ 、 $\Delta\theta_{\text{cpd}}=0^\circ$ ) と N 関係 ( $\Delta\theta_{\text{cpp}}=0^\circ$ 、 $\Delta\theta_{\text{cpd}}=5.3^\circ$ ) の間の方位関係に相当する。この実験結果は、第 2 章の 2.4.2 節の Fig. 2.20 の結果と一致している。さらに Fig. 4.10 において界面移動の大きさに着目すると、K-S 関係と N 関係の間の方位関係を満たす界面の移動距離は殆どが界面移動距離  $d \leq 1.0\mu\text{m}$  であり、易動度の小さい粒界面であることが分かる。

本章の 4.3.1 節の 3 次元結晶方位像における粒界面方位解析の結果からは、フェライトとオーステナイトが K-S 関係と N 関係の間の方位関係を満たしているとき、つまり最密面の方位差  $\Delta\theta_{\text{cpp}}$  が小さい場合、その粒界面方位は最密面  $\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$

の近傍の結晶面であることを示した。このことは、高温 *in situ* EBSD 測定における K-S 関係から N 関係の間の方角関係にある粒界面が、最密面の近傍の結晶面で接していた可能性が高いことを示している。すなわち、K-S 関係に近い方角関係を満たし易動度が著しく低い粒界面では、最密面の近傍の結晶面を面方位とする粒界面が形成していたと考えられる。このことは、K-S 関係を満たし特定の結晶面、すなわち最密面の近傍の結晶面をもつ粒界面が、構造的に安定な界面であることの傍証となる実験結果である。

#### 4.5 まとめ

加熱過程における  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の初期のオーステナイトとフェライトの3次元結晶方位像の中で、オーステナイト粒の粒界面の形状を観察するとともに、Voxelモデルに基づく粒界面方位の解析を行った。また、3次元結晶方位測定と同じ試料を用いて、フェライトとオーステナイトの界面に対して、電子顕微鏡による微細組織観察を行った。

- (1) 3次元結晶方位再構築像において観察されたオーステナイト粒と、それに隣接する4~5つのフェライト粒の粒界面のうち、K-S関係、またはK-S関係に近い方角関係を満たす粒界面は、平面に近い形状を持つ。
- (2) フェライトとオーステナイトがK-S関係とN関係の間にある方角関係を満たす粒界面は、平行関係にある最密面  $\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$  の近傍の面方位を有する。また、K-S関係から  $5.3 \sim 12^\circ$  の方位差がある方角関係を満たす粒界面においても、粒界面方位は  $\{111\}_\gamma$  または  $\{011\}_\alpha$  の近傍の面方位を形成する傾向にある。TEM観察による粒界面の微細構造の観察からも、K-S関係が成立する粒界面は平坦な形状であることが支持された。
- (3) 第2章のオーステナイト成長の *in situ* EBSD測定において観察された易動度の低い粒界面において、その結晶方位関係は最密面同士が平行関係になるような方角関係を選択する傾向にあった。このことは、その粒界面においてフェライトとオーステナイトが平行な最密面  $\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$  近傍の結晶面同士で接する界面構造を形成していると推定され、そのような安定な界面構造によって粒界面の易動度が低下したものと考えられる。

#### 〔第4章の参考文献〕

- [1] M. G. Hall, H. I. Aaronson and K. R. Kinsma: Surface Science, **31** (1972), 257–274
- [2] J. M. Rigsbee and H. I. Aaronson: Acta Metall., **27** (1979), 351–363
- [3] J. M. Rigsbee and H. I. Aaronson: Acta Metall., **27** (1979), 365–376
- [4] M. G. Hall, J. M. Rigsbee and H. I. Aaronson: Acta metall., **34** (1986), 1419–1431
- [5] M. Enomoto: Acta metall., **35** (1987), 935–945
- [6] M. Enomoto and H. I. Aaronson: Scripta Metall., **23** (1989), 1983–1988



## 第5章 総括

本研究は、近年、自動車やエネルギー用鋼管などに応用される低炭素系の鉄鋼材料の高強度化への要望が急速に高まり、ベイナイトやマルテンサイトなどの高強度組織を活用した材料設計開発が求められる中で、熱処理過程でマルテンサイトの母相組織となるオーステナイト組織の重要性に着眼して、フェライトとオーステナイトの間の結晶学的解析を行った。マルテンサイトの分散状態や形態を制御するためには、その母相となるオーステナイトの組織形成を基礎的に理解することが重要であることから、低炭素鋼の昇温過程で起こるフェライトからオーステナイトへの相変態挙動の組織と結晶学を体系的に解明し、統計的に考察した。

この低炭素鋼の加熱過程における $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態の生成と成長に関わる結晶学的情報を測定する新たな手法として、高温 *in situ* EBSD 結晶方位測定法、およびバルク内部で生成するオーステナイト粒を測定するための3次元結晶方位像の再構築法を開発した。これらの手法を用いて、Fe-0.1%C-1.0%Mn(mass%)合金とFe-0.2mass%C合金におけるフェライトとオーステナイトの間の結晶粒の方位関係と、粒界面の結晶学的状態を3次元的に解析するとともに、それらの結晶学的関係がオーステナイトの生成と成長に及ぼす影響を議論した。特に結晶方位関係に関する情報を定量的に整理するために、統計的に種々の結晶方位関係が成立する頻度を解析した。以下、それらの研究成果をまとめ、本論文を総括する。

第1章では、日本の鉄鋼業における今後の高強度鋼の開発にとって、従来以上に相変態を利用した組織制御が不可欠であることを述べた。鋼の冷却過程における $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態、および昇温過程における $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態のそれぞれについて、これまで報告されている基礎的なFCCとBCCの間の結晶学的知見を整理した。特に炭素鋼においては、拡散変態においても無拡散変態とで論じられるような特徴的な方位関係が観察されていることを述べた。このような背景にたち、拡散変態である $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態に対しても、その結晶学的視点から変態挙動を解析することが新しい制御因子の発見へとつながることを論じた。

第2章では、低炭素鋼の昇温過程における $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態を高温 *in situ* EBSD 測定により直接的に観察し、その組織変化の特徴と結晶方位関係の関連性を検討した。 $\alpha$



→ $\gamma$  変態初期の組織を試料表面で 2 次元的に観察した結果から、オーステナイト粒はフェライト粒の 3 重点において生成し、隣接する 1 つの母相フェライト粒と K-S 関係を満たすだけでなく、その他の 1 つ以上のフェライト粒とも K-S 関係からの方位差が  $10^\circ$  以内の方位関係を満たすことを示した。また  $700^\circ\text{C}$  以上の高温での昇温に伴うオーステナイト粒の成長と結晶方位を直接的に観察することに成功し、その粒界移動の振る舞いはフェライトとオーステナイトの結晶方位関係に強く依存することを明らかにした。すなわち、オーステナイト粒の成長界面において、隣接するフェライト粒と K-S 関係からの方位差が  $9^\circ$  以内の方位関係を満たすとき、その粒界面の易動度は低く、K-S 関係からの方位差の大きい粒界面が優先的に成長することを明らかにした。また、鋼の相変態を真空中の高温で *in situ* EBSD 観察するにあたって、相変態に及ぼす鋼中の脱 Mn と脱炭の影響、ならびに表面効果の影響を検討し、それらの影響を受けないような実験条件を見出して高温観察を行った。

第 3 章では、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の初期段階におけるオーステナイトの生成サイト、ならびに母相フェライトとの結晶方位関係を明確にする目的において、3 次元的な結晶方位情報に基づく解析が欠かせないことから、FIB シリアルセクションング法に応用した 3 次元結晶方位の測定技術と、急冷してできたマルテンサイトのバリエーション逆解析による旧オーステナイト方位の決定法を組み合わせた新たな解析手法を確立した。この 3 次元的な結晶方位情報をもとに、フェライトとオーステナイトの結晶方位関係を解析した結果、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態においてオーステナイトはフェライトの粒界コーナーで生成することを明確に示した。さらにオーステナイトの結晶方位は 1 つの隣接フェライト粒との間で K-S 関係を満たすだけでなく、その他の 1 つ、または 2 つの隣接フェライト粒とも方位差  $10^\circ$  以内の K-S 関係に近い方位関係を満たすことを明らかにした。この結晶方位関係の成立頻度を、ランダムに方位関係が選択されると仮定したときの成立頻度と比較することで統計的に評価し、オーステナイトと複数の母相フェライトとの間に見出された結晶方位関係は優先的に選択されたものであることを明確にした。これらの結果から、オーステナイトの変態初期粒はフェライトの粒界コーナーにおいて 3 つ以上のフェライト粒と界面を形成し、多面体の形状で生成することを推定した。

第 4 章では、3 次元結晶方位再構築像ならびに TEM 観察に基づいて、 $\alpha \rightarrow \gamma$  変態の初期段階におけるオーステナイトとフェライトの粒界面の面方位を解析した。オー

ステナイトとフェライトが K-S 関係、および K-S 関係に近い方位関係を満たすとき、これらの相が接する粒界面は平面に近い形態であることを明確にした。それらの 3 次元結晶方位情報を用いて、オーステナイト粒と隣接フェライト粒との粒界面の面方位を解析し、K-S 関係および K-S 関係に近い方位関係を満たす粒界面は、 $\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$  の近傍の面方位を形成することを明らかにした。このように  $\alpha/\gamma$  界面が  $\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$  の平坦な粒界面を形成することは、TEM 観察によるフェライト-マルテンサイト粒界面の微視的観察の結果からも支持された。さらに、第 2 章で観察したオーステナイトの成長界面に関して、K-S 関係を満たす粒界面の易動度の著しい低下は、 $\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$  近傍の面方位を満足する粒界面の形成に起因すると考察した。すなわち、オーステナイト粒の成長に伴う粒界面移動には、K-S 関係に関連した特徴的な粒界面の形成が大きく影響することを明らかにした。

本研究においては、以上の研究の結果から、鋼の  $\alpha \rightarrow \gamma$  変態におけるオーステナイトと母相フェライトとの間に K-S 関係に基づく特徴的な結晶方位関係と粒界面状態が形成されることを明らかにし、それら結晶学的関係がオーステナイトの生成と成長の挙動に影響を及ぼす基礎的知見を明確に示した。オーステナイトの生成サイトがフェライト粒界コーナーであること、ならびにその結晶方位関係と粒界面方位に特徴があることに基づくと、オーステナイトの組織形成の制御には、母相フェライト組織の制御や加熱過程での昇温速度、高温での保持温度など、種々の制御因子を活用できる可能性がある。この点で、本研究の結果は実際の材料応用設計につながる新しい基礎科学的知見と考え方を提示している。



## 本研究に関する研究発表

### 投稿論文

- (1) Kengo Hata, Kazuki Fujiwara, Kaori Kawano, Masaaki Sugiyama, Takashi Fukuda, Tomoyuki Kakeshita  
“Three-dimensional EBSD Analysis and TEM Observation for Interface Microstructure during Reverse Phase Transformation in Low Carbon Steels”  
ISIJ international, **58** (2018), in press
- (2) Kengo Hata, Kazuki Fujiwara, Kaori Kawano, Masaaki Sugiyama, Takashi Fukuda, Tomoyuki Kakeshita  
“Reconstruction of the Three-dimensional Ferrite–austenite Microstructure and Crystallographic Analysis in the Early Stage of Reverse Phase Transformation in an Fe–Mn–C Alloy”  
ISIJ international, **58** (2018), 323–332
- (3) Kengo Hata, Masayuki Wakita, Kazuki Fujiwara, Kaori Kawano, Toshiro Tomida, Masaaki Sugiyama, Takashi Fukuda, Tomoyuki Kakeshita  
“*In Situ* EBSD Analysis on the Crystal Orientation Relationship between Ferrite and Austenite during Reverse Transformation of an Fe–Mn–C Alloy”  
Materials Transactions, **57** (2016), 1514–1519

### 投稿論文（その他の論文）

- (1) Hiroaki Kushida, Kengo Hata, Takashi Fukuda, Tomoyuki Terai, Tomoyuki Kakeshita  
“Equilibrium phase diagram of Ni<sub>2</sub>MnGa under [001] compressive stress”  
Scripta Mater., **60** (2009), 96–99

学会発表（国際会議）

- (1) Kengo Hata, Masayuki Wakita, Kazuki Fujiwara, Kaori Kawano, Toshiro Tomida, Masaaki Sugiyama, Tomoyuki Kakeshita  
“*In Situ* EBSD Heating Analysis on Reverse Phase Transformaiton from Ferrite to Austenite in Fe-Mn-C Alloys”  
9th Pacific Rim International Conference on Advanced Maerials and Processing  
Kyoto, Japan, August, 2016

学会発表（国内会議）

- (1) 畑頭吾、藤原知哉、河野佳織、杉山昌章、福田隆、掛下知行  
「低炭素鋼の  $\gamma$  粒成長における  $\alpha$ - $\gamma$  界面移動に及ぼす結晶方位の影響」  
日本鉄鋼協会春季講演大会(第 174 回)北海道大学 2017 年 9 月
- (2) 畑頭吾、藤原知哉、河野佳織、杉山昌章、福田隆、掛下知行  
「Fe-C-Mn 合金のフェライト-マルテンサイト組織の三次元 EBSD 測定と結晶学的解析」  
日本鉄鋼協会春季講演大会(第 173 回)首都大学東京 2017 年 3 月
- (3) 畑頭吾、脇田昌幸、藤原知哉、河野佳織、富田俊郎、杉山昌章、掛下知行  
「Fe-Mn-C 合金のオーステナイト逆変態における高温その場 EBSD 解析」  
日本金属学会春季講演大会（第 158 回）東京理科大学 2016 年 3 月
- (4) 畑頭吾、脇田昌幸、藤原知哉、河野佳織、富田俊郎  
「高温 in-situ EBSD 解析による C-Mn 鋼の逆変態における結晶方位関係の調査」  
日本鉄鋼協会春季講演大会(第 167 回)東京工業大学 2014 年 3 月

## 謝辞

本社会人博士課程での日々の研究の遂行と、本博士研究論文の作成にあたり、常に暖かく、かつ適切な御指導をいただき、また企業人と大学での研究の両輪がうまく進むように、様々な観点でご配慮と励ましをいただきました大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻教授 掛下知行先生に、心より感謝の意を表します。

本論文の作成にあたり、ご多忙中にもかかわらず有益なご教示と懇篤な御校閲を賜りました大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻教授 荒木秀樹先生、同教授 安田弘行先生に深く感謝し、厚く御礼申し上げます。

また日々の論文執筆や本博士学位論文を作成するにあたり、大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻准教授 福田隆先生には終始熱心な御指導、並びに有益な御助言を賜り、厚く御礼申し上げます。

本研究の日々の遂行とその論文化、および本博士学位論文の執筆にあたり、終始懇切な御指導と、幾多の貴重なご教示を賜りました大阪大学大学院工学研究科、新日鐵住金(マルテンサイト基礎科学)共同研究講座特任教授 杉山昌章先生に、心より感謝の意を表します。

また電子顕微鏡観察において御協力を賜りました大阪大学超高压電子顕微鏡センター教授 保田英洋先生、同技術専門職員 田口英次様に心から感謝いたします。

本研究を開始するきっかけを与えてくださり、その遂行において貴重な御助言を与えていただきました茨城県企画部技監 富田俊郎氏に深く感謝いたします。さらに、企業人として社会人博士課程に進学し、そこでの研究生活と企業での業務を平行して推進させるにあたり、学業にも専念できるよう時間を配慮をしていただいた新日鐵住金株式会社の上司と、多大なご協力をいただいた同僚の皆様に、深く感謝いたします。