

鉄鋼材料の高温加工熱処理プロセスの直接解析に成功

—その場合中性子回折が拓く新たな加工熱処理プロセス—

概要

京都大学大学院工学研究科材料工学専攻 柴田 暁伸 准教授(兼:京都大学構造材料元素戦略研究拠点(ESISM) 学内兼任教員)と辻伸泰 同教授(兼:ESISM 主任研究者)は、韓国・嶺南大学、 米国・コロラド鉱山大学、 日本原子力研究開発機構の共同研究者らとともに、「その場合中性子回折」によって鉄鋼材料の高温加工熱処理プロセスの直接解析に成功しました。

500°C~1000°Cのような高温での加工と熱処理を組み合わせた「加工熱処理」は、1000 年以上前の刀鍛冶から現在の自動車用鋼板や建築材などの鉄鋼材料製造にも引続き適用されている製造プロセスです。しかし、高温領域での加工熱処理中にどのようにミクロ組織が形成されるかを直接観察することは困難であるため、現行の加工熱処理は依然として経験的な側面に大きく依存しているのが現状です。本研究は加工熱処理において近年注目されている「動的フェライト変態」という現象を研究対象にしました。そして、実際の鉄鋼材料製造プロセスを模擬した加工熱処理におけるミクロ組織の形成過程を、大強度陽子加速器施設・物質生命科学実験施設(J-PARC・MLF)にてその場合中性子回折実験によって調べ、動的フェライト変態機構や動的フェライト変態による超微細粒ミクロ組織の形成過程を明らかにしました。本成果は、今後の鉄鋼材料製造における加工熱処理プロセスを理論的な観点から大きく飛躍させる可能性を有しており、鉄鋼産業などの産業界に大きな波及効果をおよぼすものです。

本研究成果は、2019 年 2 月 16 日に、国際学術誌「Scripta Materialia」にオンライン掲載されました。

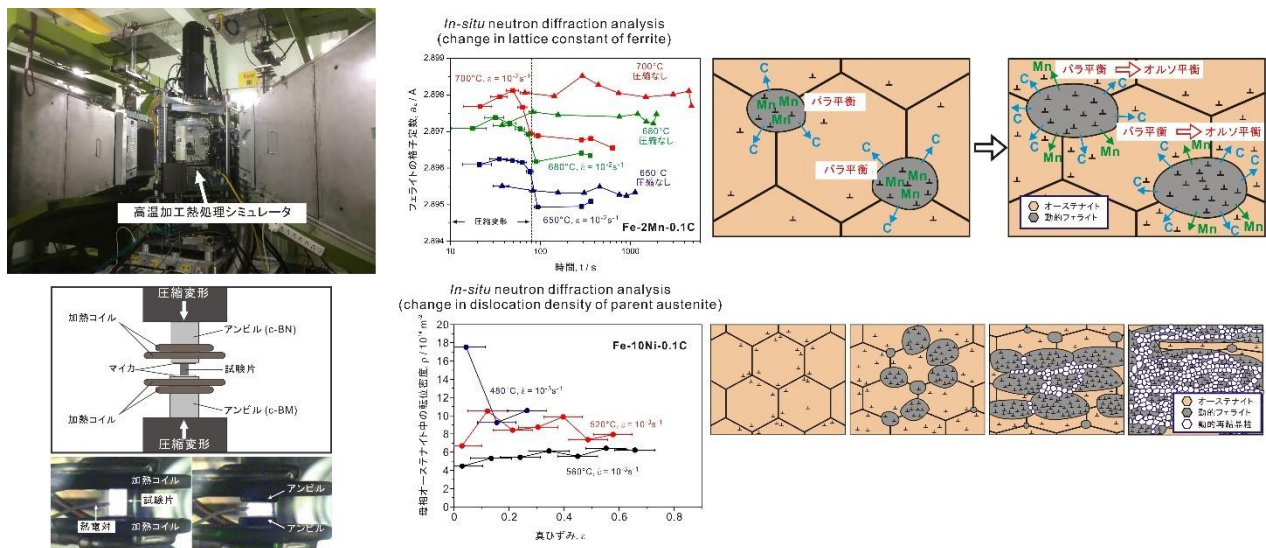


図 1 本研究で使用したその場合中性子回折実験用高温加工熱処理シミュレータ (J-PARC MLF) と鉄鋼材料の加工熱処理中に得られた中性子回折データ

1. 背景

構造材料は、社会を支え、我々の生活の安全を保障する重要な材料です。一般に材料は、その強度を上げると伸びやねばさが失われるというトレードオフの関係を示し、強度と延性を両立させることは容易ではありません。しかし、巨大地震などの災害時や事故時の安全性の確保、化石燃料の使用抑制と地球温暖化の阻止といった要求の下、構造材料の強度と延性に対する要求はますます厳しくなっています。京都大学構造材料元素戦略研究拠点（Elements Strategy Initiative for Structural Materials：ESISM、拠点長：田中功・京都大学教授）では、様々な構造材料の変形と破壊の基礎を徹底的に探求し、明らかにすることを通じて、強度と延性を両立させた究極の構造材料実現を目標とした研究を行なっています（<http://esism.kyoto-u.ac.jp>）。

1000 年以上前から、我々人類は 500°C～1000°C のような高温で材料を加工することによって材料の強度と延性が向上することを経験的に知っています。その代表例が刀です。刀鍛冶たちは、顕微鏡などの実験装置がまったくない時代から、高温での加工と熱処理によって強靱な鋼を製造してきました。この高温での加工と熱処理を組み合わせた「加工熱処理（Thermomechanical Processing）」は、現代の自動車用鋼板や建築材などの鉄鋼材料製造にも引続き適用されてきています。強度や延性といった材料の力学特性は化学成分だけでなく材料中のミクロ組織に大きく依存し、加工熱処理は強度や延性などの力学特性を向上させるようなミクロ組織を形成することができます [1]。しかし、高温度域での加工熱処理中にどのようにミクロ組織が形成されるかを直接観察することは困難であるため、現行の加工熱処理は依然として経験的な側面に大きく依存しています。

鉄鋼材料に代表される構造材料の更なる高強度化・高性能化を実現していくためには、加工熱処理中のミクロ組織の形成過程を明らかにし、理論的な背景に基づいた加工熱処理によってミクロ組織を制御していくことが必要になります。そこで我々は加工熱処理中のミクロ組織の形成過程を研究するために中性子回折に注目し、大強度陽子加速器施設・物質生命科学実験施設（J-PARC・MLF）のビームライン 19（匠）に、実際の鉄鋼材料製造プロセスを模擬した加工熱処理中のその場中性子回折実験が可能な、高温加工熱処理シミュレータを導入しました（図 1）。中性子は X 線のように ブラッグ回折現象 を起こし、かつプラスやマイナスの電荷を持たないために、X 線にくらべて透過能が大きいという特徴があります。そのため、数センチメートル以上の比較的大きな試験片（バルク試験片）の内部情報を精度よく検知することが可能です [2]。本研究では、この装置を用いて、鉄鋼材料の高温加工熱処理中のその場中性子回折実験に初めて成功しました。

2. 研究手法・成果

本研究では、「動的フェライト変態」と呼ばれる、今後の鉄鋼材料における加工熱処理の基礎となる新しいメタラジー（metallurgy：冶金）として注目されている相変態を研究対象にしました。動的フェライト変態は母相オーステナイトの加工中に生じる相変態であり、動的フェライト変態を含む加工熱処理によって結晶粒径が 1 マイクロメートル（マイクロは 100 万分の 1）以下の超微細粒ミクロ組織が得られることがわかっています [3]。しかし、その変態メカニズムや超微細粒ミクロ組織形成メカニズムは不明のままであり、そもそも変形中に相変態が生じているかどうか議論の対象となっていました。この動的フェライト変態における変態メカニズムの解明は、更なる超微細粒ミクロ組織実現のための新規な加工熱処理プロセスの開発に繋がるだけでなく、新しい相変態分野の開拓に繋がる可能性もあり、日本だけでなく世界中で盛んに研究が行われています。

図 2（a）に加工熱処理中に得られたその場中性子回折プロファイルを示します。圧縮加工を負荷し始めてからフェライトに対応する回折ピークが現れていることがわかります。このデータは動的フェライト変態が母相オーステナイト中の加工中に生じていることを実証した非常に重要な結果です。また得られた中性子回折ピークを解析したところ、変態に伴って生成した動的フェライト相の格子定数が減少していくことがわかりまし

た（図 2 (b)）。これまで動的フェライト変態の変態機構については、「せん断型変態」、「マッシュ変態」、「拡散型変態」など種々の変態機構が提案されてきましたが [3]、図 2 (b) の結果は拡散型変態を仮定しないと説明できないため、本研究によって動的フェライト変態は拡散型変態であることが明確になりました。

さらに加工熱処理中の母相オーステナイトの格子欠陥密度（転位密度）変化の定量評価に成功しました（図 2 (c)）。通常、母相オーステナイトは室温への冷却中にフェライトもしくはマルテンサイトに変態して消失してしまうため、バルク材において高温域でのオーステナイトの加工状態を直接評価することはほぼ不可能でした。しかし、本研究で用いたその場中性子回折実験用加工熱処理シミュレータは、高温状態での加工状態を直接評価することができます。図 2 (c) に示したデータは、本研究で用いた手法によって世界で初めて得られた結果であり、この結果から、動的フェライト変態を含む加工熱処理によって得られる超微細粒ミクロ組織は、動的再結晶という現象によって生じていることが明らかとなりました。

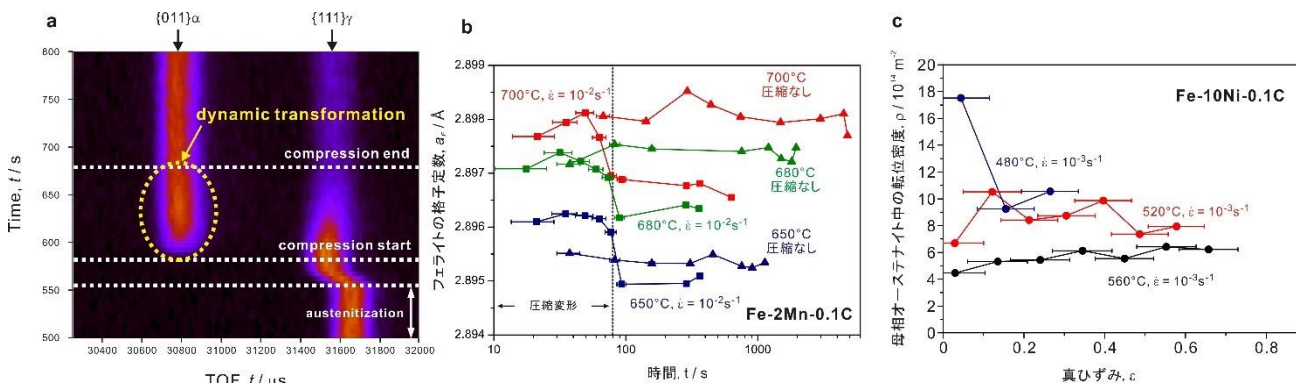


図 2 (a) 加工熱処理中の中性子回折プロファイル、(b) 加工熱処理に伴う動的 / 静的フェライトの格子定数変化、(c) 加工熱処理に伴う母相オーステナイト中の格子欠陥密度（転位密度）変化。

3. 波及効果、今後の予定

鉄鋼材料は社会で使用される金属材料の 90%以上を占める我々の生活にとって極めて重要な材料です。ほとんどの実用鉄鋼材料は加工熱処理とよばれるプロセスにより製造されていますが、この加工熱処理プロセスは多くの部分で依然として経験則に基づいて行われているのが現状です。本研究は「動的フェライト変態」という現象を対象にし、実際の鉄鋼材料製造プロセスを模擬した加工熱処理中のミクロ組織形成機構をその場中性子回折実験により明らかにしました。

本研究の結果は、材料科学分野において非常に重要な学術的結果です。また、本研究で実施に成功した高温加工熱処理中のその場中性子回折実験は、現行の加工熱処理を理論的な観点から大きく飛躍させられる可能性を有したものです。したがって本研究成果は、鉄鋼産業などの産業界に大きな波及効果をおよぼすものであると言えます。

4. 研究プロジェクトについて

文部科学省元素戦略プロジェクト・研究拠点形成型「京都大学構造材料元素戦略研究拠点（Elements Strategy Initiative for Structural Materials: ESISM）」

<用語解説>

その場中性子回折： 材料に例えば加工などを施し、その加工中に刻々と変化する物性を中性子回折で調べる

方法。

動的フェライト変態：鉄鋼材料は温度や化学組成によって安定相が異なります。一般的に高温で安定に存在する相は「オーステナイト」、低温で安定に存在する相は「フェライト」と呼ばれており、鉄鋼材料をオーステナイト状態からゆっくり冷却すると、オーステナイトからフェライトへと相が変化するフェライト変態（静的フェライト変態）が生じます。一方、オーステナイトの変形中に生じるフェライト変態のことを、静的フェライト変態と区別して「動的フェライト変態」と呼びます。また、オーステナイト状態から急冷して得られる相はマルテンサイトと呼ばれています。

ブラッグ回折現象：結晶のように周期的な構造を持つ物質に X 線のような電磁波を照射すると、ある条件（ブラッグの回折条件）では散乱波の回折が生じ、その散乱波の強度が非常に高くなります。ブラッグ回折現象は、結晶構造など物性によって変化するため、材料の構造解析によく利用されています。

動的再結晶：加工を受けると金属材料は転位などの格子欠陥を多く含むようになります。加工後の金属材料を高温に加熱すると格子欠陥をほとんど含まない新しい結晶粒が発生します。この現象を「再結晶」と呼びます。「動的再結晶」とは、高温での加工中にこの再結晶が生じる現象のことです。

<参考文献>

- [1] 牧正志, 古原忠, 辻伸泰, 森戸茂一, 宮本吾郎, 柴田暁伸: **鉄と鋼**, 100 (2014), pp.1062-1075.
- [2] Y.D. Wang, H. Tian, A.D. Stoica, X.L. Wang, P.K. Liaw, J.W. Richardson, **Nature Mater.**, 2 (2003) 101-106.
- [3] L. Zhao, N. Park, Y. Tian, A. Shibata, N. Tsuji: **Adv. Eng. Mater.**, 20 (2018) 1701016.

<研究者のコメント>

鉄鋼材料は古くから研究されている材料であるため、新規性の少ない研究分野であるとよく誤解されます。しかし、鉄鋼材料は我々の社会や生活にとって極めて重要な材料です。さらに、巨大地震などの災害時の安全性確保や地球温暖化阻止のため、我々が解明すべきである鉄鋼材料に関するテーマは山のように残っています。安全安心な社会基盤の構築を目指して、今後も鉄鋼材料に関する研究活動を続けていきたいと思っています。

<論文タイトルと著者>

タイトル：Nature of dynamic ferrite transformation revealed by in-situ neutron diffraction analysis during thermomechanical processing. (加工熱処理中のその場中性子回折による動的フェライト変態メカニズムの解明)

著者：Akinobu Shibata (柴田暁伸：京都大学・准教授), Yasunari Takeda (竹田泰成：京都大学・修士課程), Nokeun Park (韓国・嶺南大学・助教), Lijia Zhao (米国・コロラド鉱山大学・研究員), Stefanus Harjo (日本原子力研究開発機構・研究員), Takuro Kawasaki (日本原子力研究開発機構・研究員), Wu Gong (京都大学構造材料元素戦略研究拠点・特定研究員), and Nobuhiro Tsuji (辻伸泰：京都大学・教授)

掲載誌：Scripta Materialia