氏 名 Pham Hoang Anh

学位の種類 博士(工学) 学位記番号 総博甲第92号

学位授与年月日 平成26年3月25日 学位授与の要件 学位規則第4条第1項

文部科学省報告番号 甲第518号

専 攻 名 マテリアル創成工学専攻

学位論文題目 New development of EBSD data analysis for crystallographic study

on microstructure formation of martensitic steel

(新しい EBSD 解析手法を用いたマルテンサイト鋼の結晶学的組織

解析)

論文審查委員 主査 島根大学教授 大庭 卓也

島根大学教授 山田 容士 島根大学教授 水野 薫 島根大学准教授 森戸 茂一 島根大学准教授 北川 裕之

## 論文内容の要旨

The present study aims to expand current knowledge of microstructure formation of martensitic steel with an extended view point from prior austenite microstructure to fine morphology of lath martensite. It was focused on fundamental problems of microstructure formation such as the formation of prior-austenite microstructure, the austenite/martensite orientation relationship and the misorientation between martensite variants with varying of chemical composition or transformation condition, the effect of local stress on martensite nucleation. Using electron backscatter diffraction (EBSD) as main experimental tool, this study is also aimed to develop a new analytical method for effective analyses of EBSD data by involving an advanced computational approach. The following questions are investigated in each chapter:

Chapter 1 provides a review on crystallography and morphology of lath martensite. The status of EBSD application in the research topic is summarized and discussed. The view point is also focused on recent knowledge of microstructure formation in martensitic steel and the relationship between microstructure and properties.

Chapter 2 describes the materials and experimental techniques used in the present study.

Chapter 3 presents the development of a computational method for EBSD data analyses. An improvement of existing orientation fitting method was made in order to increase its efficiency and precision. The advantages of using the new method for fitting austenite orientation and OR, auto indexing of martensite variants and visual plotting martensite morphology are discussed.

Chapter 4 deals with reconstruction and characterization of prior-austenite microstructure in high carbon steels. In this chapter, the concept of "prior-austenite microstructure" is proposed. A new method for precise

reconstruction of austenite microstructure from EBSD data of martensite is developed. The method is applied successfully for reconstruction of austenite microstructure in several high carbon steels. A specific morphology of twin-related neighbor grains in prior-austenite microstructure of high carbon steels is firstly observed and characterized. The mechanism of prior-austenite microstructure formation is proposed and discussed.

In chapter 5, a statistical investigation of austenite/martensite orientation relationship (OR) with variation of steels' chemical composition is conducted. For given steel, the ORs measured for different prior-austenite grains are likely identical with the error of  $0.5^{\circ}$ . The obtained precision of present method is comparable with that of advanced TEM method. The effect of C as interstitial impurity or Ni and Mn as substitutional impurity on orientation relationship and misorientation between martensite variants is characterized and discussed. The result is important for deeper understanding the crystallography of martensite, since it reveals the relationship between martensite morphology, OR and chemical composition.

Chapter 6 presents a molecular dynamics calculation of boundary energy between martensite variants. The new models for calculation of boundary energy of twist and tilt boundaries are proposed. The boundary energies are calculated for all possible pairs of martensite variants. The role of boundary energy on microstructure formation of lath martensite is discussed.

In chapter 7, a new approach for study on the effect of local strain on nucleation and growth of fine martensite morphology is taken. The model steel with excessive amount of TiC inclusions is successfully used for this purpose. A new method for mapping local strain in austenite is proposed. The local strain map shows local raise of austenite rotation near TiC inclusions. Nucleation and growth of new morphology sub-units such as packet, block and sub-block are observed in the area surrounding micron-sized TiC particles. The effect of local strain around micron-sized TiC particles on formation of fine martensite morphology is characterized and discussed.

Finally, chapter 8 gives concluding remarks of the present study.

## 論文審査結果の要旨

マルテンサイト鋼の組織解析には SEM/EBSD (走査電子顕微鏡/電子線後方散乱) を用いて結晶方位の解析を行うことで有益な情報を得ることができる。測定により実験データ得ることはできるが、定量的な解析には結晶学的な知識が必要となり、また経験も必要とされ、多大な時間を要する。そのため誰でもができるわけではない。Pham 氏はこの問題点をオーステナイトとマルテンサイトの結晶方位関係をもとに結晶方位のフィッティング法を開発することによって解決し、迅速に解析を行う手法を確立した。以下、各章の内容を記す。

- 1章では研究背景としてラスマルテンサイトの形態学的、結晶学的なレビューを行い、EBSD の 適用の現状をまとめ、問題点などを議論している。
- 2 章では本論文で扱われている材料、日本刀を含めた炭素鋼、TiC 析出物を含んだ鋼、と主に用いる実験方法について記載している。
- 3章では効率と精度をあげた、新たに開発した EBSD 測定の解析法、結晶のフィッティング法について述べている。本解析法ではマルテンサイト鋼の重要な組織であるラスマルテンサイトの複雑な組織を構成しているマルテンサイトのバリアントの検出、パケットやブロックの検出、旧オーステナイト粒界、旧オーステナイトに含まれる双晶や亜粒界の検出について、有益な情報が得られることを述べ、結果をマッピングできるなどの利点についても述べている。
- 4 章では高炭素鋼の旧オーステナイトミクロ組織の特徴と再構築を扱っている。ここで再構築というのは高炭素鋼ではマルテンサイト変態してしまうと旧オーステナイトの情報が見えなくなってしまうが、Pham 氏の開発した解析法を利用することにより旧オーステナイトのミクロ組織を示すことができることを言っている。実際に日本刀をはじめ高炭素鋼への適用を行い、旧オーステナイトの微細方位分布などを容易に検出し表示することができ、特定の結晶方位関係を持ったものが比較的多いことを示している。
- 5 章ではオーステナイトとマルテンサイトの結晶方位関係について、炭素鋼、合金鋼を用いて炭素濃度の影響、添加元素の影響について、開発した解析法を利用して結晶方位関係を調べ述べている。新たな解析法を用いることによって炭素濃度により、また添加元素によって結晶方位に特徴的な傾向があることが明らかになったことを示している。
- 6 章では分子動力学を利用してマルテンサイトのバリアント界面のエネルギーの計算を行い、実際に観察されたバリアントの頻度との考察を行っている。
- 7章ではTiCの析出物を含んだ鋼に本解析法を利用し、結晶方位のずれを検出し、局所的な歪を 見出し、析出物の生成、成長について論じている。
- 8章では本論文のまとめを記している。

以上のように、この本解析法の開発により、これまで明らかにされなかった結晶方位の特徴的な関係を論ずることができるようになり、炭素濃度の異なる炭素鋼や合金鋼に応用し、マルテンサイトのバリアントやパケット、ブロックの分布を明らかにし、侵入型の炭素濃度や置換型の原子濃度によって結晶方位関係に特徴的な関係があることなどを見出した。これらは本解析法が開発、適用されないと明らかにならなかったことであり、今後の鉄鋼材料の開発の助けになると考えられる。