

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和元年6月17日現在

機関番号：12601

研究種目：若手研究(A)

研究期間：2017～2018

課題番号：17H04958

研究課題名(和文) 鋼の3次元構造組織制御と残留オーステナイト制御による延性向上指針の構築

研究課題名(英文) Enhancement of ductility by controlling three dimensional structure and retained austenite in steels

研究代表者

南部 将一 (Nambu, Shoichi)

東京大学・大学院工学系研究科(工学部)・准教授

研究者番号：00529654

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 16,800,000円

研究成果の概要(和文)：複雑な3次元連続構造を有する新規複相鉄鋼材料の革新的な強度・延性バランスの実現を可能とするため、3次元構造の組織形態について評価を行い、その組織と力学特性との関連性について検討した。マルテンサイトの3次元組織を観察した結果、変態初期の組織に対して粒界面の影響が大きいことが示された。さらに残留オーステナイトについて加工誘起変態のその場観察および結晶塑性有限要素法を用いた応力場解析による検討を行い、加工誘起マルテンサイト変態挙動の開始位置などを予測できることを示した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

3次元の組織形態評価は近年の測定装置の精度向上によってようやく評価可能になった研究領域であり、この評価技術によって得られる組織と力学特性の関連性を明確にすることは、鉄鋼材料に限らず今後の新規材料開発においても重要な役割を果たすと考えられる。また、残留オーステナイトの制御は、材料の加工硬化率を制御するという点において産業的に非常に重要であることに加えて、複雑応力場でのマルテンサイト変態の理解や結晶塑性有限要素法によるマルテンサイト変態挙動の予測は科学的にも非常に有益であると考えられる。

研究成果の概要(英文)：In order to achieve more improved strength and ductility combinations of new multi-phase steels with 3-dimensional continuous complicated structure, the microstructural morphology in the 3-dimensional structures was evaluated, and the relationship between the microstructure and mechanical properties was examined. By observing the 3-dimensional structure of martensite, it was shown that the effect of boundary planes on the microstructure is large in the early stage of the transformation. In addition, an in-situ observation and a stress field analysis using crystal plasticity finite element model were conducted for the deformation-induced martensite transformation of retained austenite, and it was demonstrated that the position where the deformation-induced martensite transformation onsets can be estimated.

研究分野：材料組織制御工学

キーワード：鉄鋼材料 オーステナイト その場観察 結晶塑性有限要素法 加工誘起マルテンサイト変態 3次元組織観察

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19、CK - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

社会基盤を支える構造材料として、鉄鋼材料の高性能化が担ってきた役割は非常に大きく、その優れた強度・延性バランスによって移動体の軽量化、安全性の確保、環境負荷低減を実現してきた。更なる高強度化・高性能化を可能にする構造用金属材料の実現のためには、従来の成熟したモノリシックな材料設計から脱却し、ヘテロ構造を有する複雑な組織制御に基づいた材料設計への変化が必要である。このようなヘテロ構造を有する鉄鋼材料において、強度と延性を非常に高いレベルで両立させるために克服すべき課題は延性の向上であり、この延性向上を可能にするため、複相組織の形態制御およびオーステナイト制御に着目した。

複相組織の形態制御については、力学的な考察から第1相と第2相がそれぞれ3次元的に連続になるような構造を有することが不可欠となる。申請者はこれまでの3次元連続構造を有する複相鋼の開発において、様々な組織形態および力学特性を有する鋼を検討してきた。これらの知見を基に様々な形態を有した組織について3次元的に調査することで、3次元組織形態と力学特性の関係について検討することができる。

一方、オーステナイト制御については、加工中に残留オーステナイトがマルテンサイト変態することで加工硬化率が上昇し、延性が向上するため、これまでも多くの研究がなされており、残留オーステナイトの形状、サイズなどに起因する化学組成や周囲の拘束条件の違いがその加工誘起変態挙動へ影響を及ぼすことが報告されている。しかしながら、既往研究で検討されてきた残留オーステナイトは体積分率やサイズが小さく、またそれぞれが独立した状態で存在しており、本申請で扱うような体積分率が大きく、また形態も3次元的に連続かつ複雑な残留オーステナイトとは大きく異なる。一方、申請者はこれまでに、マルテンサイト変態に及ぼす固溶炭素量や応力・ひずみの影響について、変態の in-situ 観察や結晶学的解析を組み合わせることにより検討を進めており、マルテンサイト変態において変態しやすい組織の選択性は応力による力学的寄与が支配的であることを示した。このことは3次元的に連続で複雑な残留オーステナイトについても、その結晶方位と局所的な応力場を考慮することができれば、加工誘起変態挙動を予測できることを示唆している。この結晶方位と局所応力場を検討可能なツールとして、近年研究が進められている結晶塑性有限要素解析がある。結晶塑性有限要素法は形態だけでなく、すべり系などそれぞれの粒の持つ結晶塑性を考慮した応力場の計算が可能である。

2. 研究の目的

そこで本研究では、複雑な3次元連続構造を有する新規複相鉄鋼材料の革新的な強度・延性バランスの実現を可能とするため、3次元構造の組織形態について評価を行い、その組織の特徴値と力学特性との関連性について明らかにし、さら残留オーステナイトについて結晶塑性有限要素法を用いた応力場解析による検討を行い、その加工誘起変態挙動を解明することで、3次元連続構造の組織形態の制御指針および残留オーステナイトの制御指針を構築することを目的とする。

3. 研究の方法

(1) 複相組織の3次元的评价

高強度相の3次元組織形態を評価するため、0.15C鋼 (Fe-0.15C-18.4Ni-0.25Si, in mass%) を用意した。試料を1000℃で5min加熱後、異なる変態率になるように冷却を止め、一部のオーステナイトをマルテンサイト変態させ、ただちにMs点以上の温度まで昇温し、焼き戻し後、室温まで急冷した。これにより、初期に生成したマルテンサイトの組織のみ評価可能となる。得られた試料に対して、光学顕微鏡およびSEM/EBSDによる組織観察を行った。さらに3次元組織を得るため、0.6~1.5μmの一定の研磨ステップで研磨を繰り返し、1ステップごとにエッチング及び光学顕微鏡観察を行い、10~12ステップごとにEBSDによる結晶方位解析を行った。得られた光学顕微鏡像を積層してマルテンサイトの形態および旧オーステナイト粒界を3次元構築した。

また、3次元複相組織を再現するため、DREAM3Dを用いてせん断型変態で得られる高強度相の組織形態を模擬し、様々な体積分率を有する高強度相と高延性相からなる組織を作成した。得られた組織を変換し、FEMのソルバーであるABAQUSを用いて結晶塑性有限要素法(CP-FEM)解析を行い、力学特性との関係について評価した。

(2) 残留オーステナイトの加工誘起変態挙動の解明

残留オーステナイトを含む複相鋼を作製するため、0.8C鋼 (Fe-0.77C-1.6Si-1.79Mn-1.13Cr-0.27Mo, in mass%) を用意した。試料を1000℃で5min加熱後、300℃まで急冷し、12h等温保持することでベイナイト変態させた。さらにオーステナイト中の炭素濃度を均一化させるため400℃で1h保持し、その後急冷した。この試料に対して、光学顕微鏡、SEM、SEM/EBSDによる組織観察、XRDによる残留オーステナイトの体積分率測定および固溶炭素量測定を行った。得られた組織に対して引張負荷を与え、5%毎に組織観察などを行った。また、変形初期における残留オーステナイトの加工誘起変態をその場観察した。さらにCP-FEM解析を行い、結晶方位と局所応力からマルテンサイト変態の力学的駆動力を求めた。

4. 研究成果

(1) 複相組織の3次元的评价

3次元連続構造を有する組織の組織制御指針を構築するためにはマルテンサイト変態の組織形成過程を3次元的に明らかにする必要がある。そこで、3次元連続構造の組織形態制御に向け、高強度相であるマルテンサイトの3次元組織形態について検討した。図1に変態初期の2次元および3次元組織観察像の一例を示す。2次元的には粒界付近にブロックAが、粒内に向けてブロックBが形成しているように見える。しかしながら3次元観察結果から、まず板状のブロックAがエッジ付近において粒界面に沿うように形成し、その後、先に形成したブロックAからブロックBが2次形成したと考えられた。それぞれのブロックの長手方向はオーステナイトの最密方向と平行に近く、最初に形成したブロックAとオーステナイトの最密方向は粒界面と平行に近かった。また、ブロックAとブロックBは同じパケットグループに属する結晶方位差が最小のバリエーションペアであった。

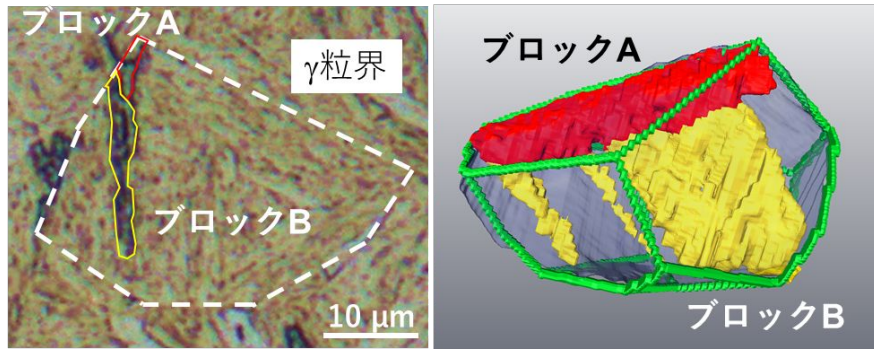


図1 変態初期におけるマルテンサイト組織の2次元および3次元形態

このようにマルテンサイト変態初期に形成した組織について3次元的に観察し、1次形成したブロックと粒界の関係や2次形成でのバリエーション選択について評価した。1次形成したと考えられるブロックは、粒界付近でも特にエッジ付近から形成したと考えられるものが多く、最密方向と粒界面の関係について調査した結果、図2に示すようにブロックとオーステナイトが共有する最密方向はエッジを形成する一方の粒界面と平行に近かった。また、1次形成したブロックと2次形成したブロックの関係は、主に同一パケットグループのバリエーションが選ばれており、特に結晶方位差が小角であるバリエーションが多く選択されていたが、それ以外のバリエーション関係を持つ2次形成のブロックは、1次形成したブロックと粒界が接する部分で多く見られた。

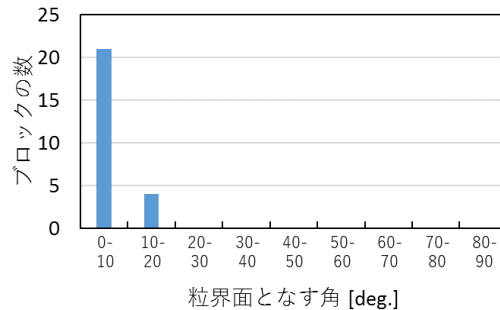


図2 ブロックの最密方向と粒界面の角度

次に複相組織の3次元形態と力学特性について評価するために、様々な体積率を有する複相組織をDREAM3Dで作成し、その組織形態と力学特性の関係について調査した。図3に高強度相の体積率が20%、38%、45%の3次元組織を示す。高強度相は3次元組織観察結果をもとに板状になるように3次元組織を作成した。これら組織に対して、引張負荷を与え、応力の応答について検討した。図4に高強度相38%の場合において、引張方向を変化させたときの引張負荷応答とひずみの関係を示す。組織形態が3次元的により連続なx方向に引張負荷を与えたときのほうが、不連続なz方向よりも応力が高いことが示された。さらに力学特性に及ぼすオーステナイト相の加工誘起マルテンサイト変態の影響についても評価を行った。加工誘起変態率が正規分布に従うと仮定し、その平均値および分散が力学特性に及ぼす影響についてCP-FEMを用いて評価した。その結果、残留オーステナイトが非常に安定な場合、一様伸びが小さくなることが示され、加工誘起変態をあるひずみ付近で多く発生させることが特性向上に大きく寄与することが示された。

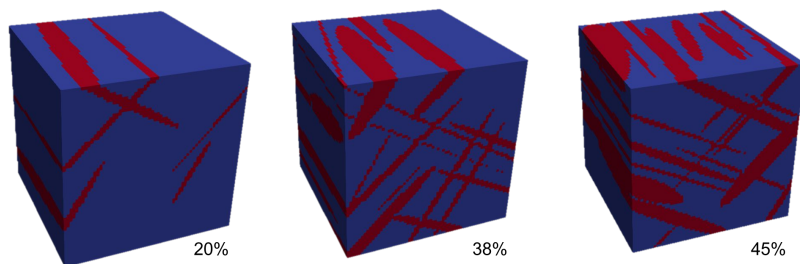


図3 複相組織の3次元形態

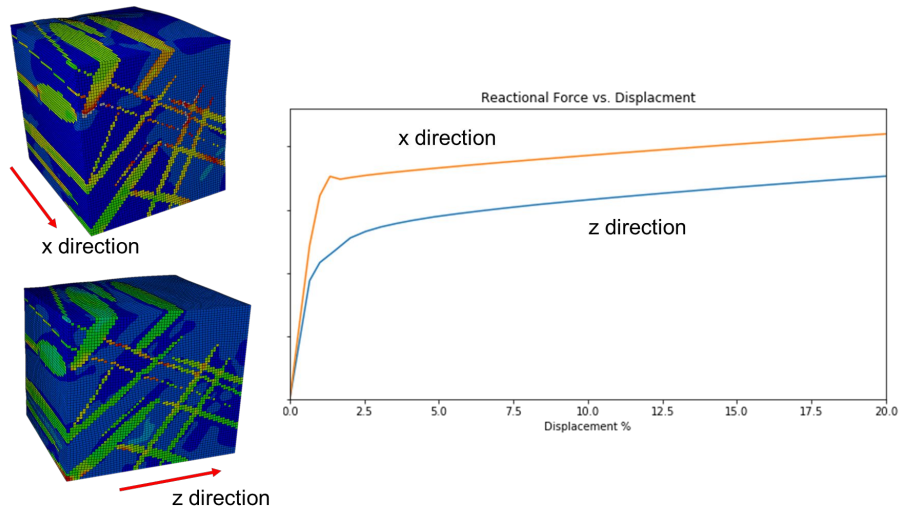


図4 3次元組織と力学特性の関係

(2) 残留オーステナイトの加工誘起変態挙動の解明

残留オーステナイトの加工誘起変態制御のため、残留オーステナイトの引張変形中のその場観察を行い、SEM/EBSDによる結晶方位解析や画像相関法によるひずみ分布解析を合わせることで、残留オーステナイト中の応力、ひずみ場と加工誘起変態箇所について検討した。様々な因子について検討した結果、図5に示すようにシュミット因子が大きく、サイズの大きい残留オーステナイトほど変態しやすいことが分かった。具体的には、シュミット因子が大きくサイズの大きな残留オーステナイトの加工誘起変態が先行し、次いでシュミット因子が大きくサイズの小さな残留オーステナイト、ならびにシュミット因子が小さくサイズの大きな残留オーステナイトの加工誘起変態が起こる。シュミット因子が小さくかつサイズの小さな残留オーステナイトはネッキング直前でも大部分が未変態で残存していることがわかった。またアスペクト比の影響についても調査したが、本研究では大きな影響は見られなかった。

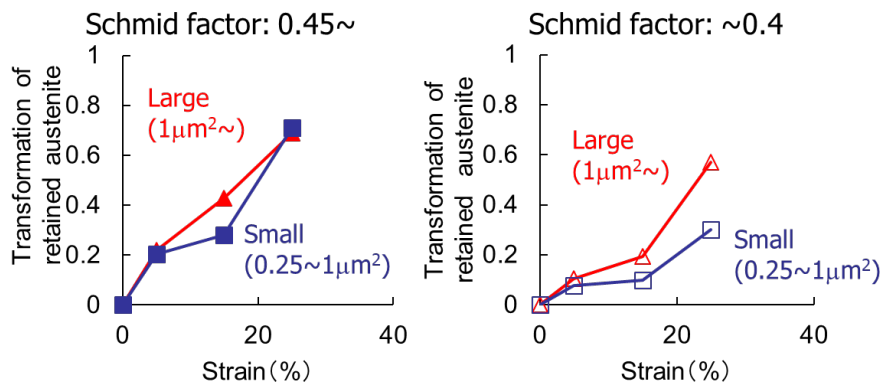


図5 加工誘起マルテンサイト変態率に及ぼすシュミット因子およびサイズの影響

各ひずみ領域の試料の観察ではサイズの大きな残留オーステナイト中に残留オーステナイトを分割するように多数の結晶方位のマルテンサイトが形成していた。図6に加工誘起変態のその場観察結果を示す。多くの場合、加工誘起変態の開始は、周囲のベイナイトによって作られる形状の隅の部分から、接しているベイナイトと同じ結晶方位のマルテンサイトが残留オーステナイト中央に向かって形成していた。マルテンサイト変態は外形変形を伴い周囲に塑性変形をもたらすため、その緩和が容易な残留オーステナイト中に向かって形成したと考えられる。一方で、小さなサイズの残留オーステナイトでは主に周囲のベイナイトと同じ結晶方位の加工誘起マルテンサイトのみが形成していた。

さらに測定した結晶方位を用いたCP-FEMを行い、加工誘起変態挙動とひずみの集中や力学的駆動力の比較を行った。図6に得られた力学的駆動力分布を示す。大きな力学的駆動力が生じている箇所とマルテンサイト変態した箇所はよい一致を見せており、こうした残留オーステナイトの隅には大きな力学的駆動力が作用するため、加工誘起変態の起点になると考えられた。以上のように、局所応力を考慮した力学的駆動力によって加工誘起変態挙動を予測できることが示された。

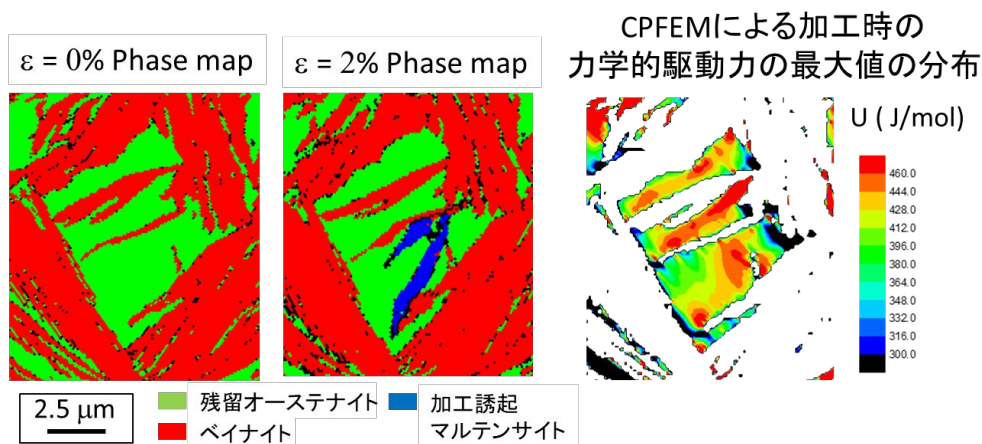


図6 加工誘起マルテンサイト変態のその場観察結果および CP-EFM による力学的駆動力

5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 0 件)

〔学会発表〕(計 11 件)

S. Nambu, T. Koseki, “Phase transformation and microstructure in steel welds”, 6th International Conference on Recent Advances in Materials, Minerals and Environment, Penang, Malaysia, November 2018. [Keynote]

Y. Aisu, S. Nambu, T. Koseki, “Crystallographic study of bainite transformation from various hetero-phase boundaries”, 6th International Conference on Recent Advances in Materials, Minerals and Environment, Penang, Malaysia, November 2018.

S. Higuchi, S. Nambu, T. Koseki, “Three-dimensional analysis of martensitic transformation in steel”, 6th International Conference on Recent Advances in Materials, Minerals and Environment, Penang, Malaysia, November 2018.

C. Corthier, S. Nambu, T. Koseki, “Numerical Analysis of microstructure influence on the performance of TRIP steels”, 6th International Conference on Recent Advances in Materials, Minerals and Environment, Penang, Malaysia, November 2018.

S. Jimbo, R. Hattori, S. Nambu, T. Koseki, “Bainite transformation from austenite grain boundary in medium carbon steels”, 6th International Conference on Recent Advances in Materials, Minerals and Environment, Penang, Malaysia, November 2018.

S. Nambu, R. Hattori, M. Ojima, T. Koseki, “Variant selection in primary and secondary nucleation of bainite in steels with various carbon contents”, Materials Science & Technology 2017 Conference & Exhibition, Pittsburgh, USA, October 2017.

南部将一、服部涼介、小島真由美、小関敏彦：中・高炭素鋼における粒界から生成したベイナイトの結晶学的解析、日本鉄鋼協会第 174 回秋季講演大会、北海道大学、2017 年 9 月 6 日

愛須優輝、南部将一、小関敏彦：鋼中の酸化物からのベイナイト変態の結晶学的検討、日本鉄鋼協会第 174 回秋季講演大会、北海道大学、2017 年 9 月 7 日

北川冬馬、南部将一、小関敏彦：高炭素鋼中の残留オーステナイトの加工誘起変態挙動、日本鉄鋼協会第 174 回秋季講演大会、北海道大学、2017 年 9 月 7 日

S. Nambu, T. Koseki, “Development of structural materials with improved properties”, International Symposium on Innovative Process Design for Structural Materials, Seoul, Korea, August 2017. [Invited]

S. Nambu, T. Moriguchi, T. Koseki, “In-situ observation of transformation behavior of lath martensite in steels with various strength of austenite” International Conference on Martensitic Transformations, Chicago, USA, July 2017.

6 . 研究組織

(2) 研究協力者

研究協力者氏名：小関 敏彦

ローマ字氏名：(KOSEKI, toshihiko)

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。