

機関番号：14301

研究種目：若手研究 (B)

研究期間：2009～2010

課題番号：21760550

研究課題名 (和文) マイクロサイズ機械試験による鉄合金マルテンサイトの粒界強化機構の  
解明研究課題名 (英文) Evaluation of the boundary strength of ferrous martensite through  
a micromechanical test

研究代表者

柴田 暁伸 (Akinobu Shibata)

京都大学・工学研究科・助教

研究者番号：60451994

研究成果の概要 (和文) : 本研究ではマイクロサイズ機械試験によりマルテンサイトのブロック粒界およびサブブロック粒界の強度を評価した。マイクロサイズ機械試験の結果、サブブロック粒界はマルテンサイト全体の強度に対してあまり影響をおよぼさないことが明らかとなった。一方、ブロック粒界の存在は強度を大きく上昇させる。さらに試験片がブロック粒界を含んでいる場合にのみ荷重-変位曲線に荷重降下とセレーションが観察された。これは転位がブロック粒界に堆積し、その後、ブロック粒界を伝播したことに起因していると考えられる。マイクロサイズ機械試験後の試料を組織観察した結果もサブブロック粒界よりもブロック粒界の方がはるかに大きな強化能を有していることを示していた。以上の結果から、マルテンサイトの強度に対する有効結晶粒界はブロック粒界であると結論付けることができた。

研究成果の概要 (英文) : We investigated the block boundary and sub-block boundary strengths of martensite evaluated through a micromechanical test. The sub-block boundaries contribute very little to the macroscopic strength of martensite. In contrast, the existence of a block boundary in the specimen greatly increased the strength. In addition, the block boundary induced a serrated flow and load drop in the load-displacement curve. The load drop and serrated flow were attributed to dislocation pile-up and subsequent propagation of dislocations across the block boundary. In a microstructural observation of specimens after deformation, we found that a block boundary significantly restricts the motion of dislocations, while sub-block boundary does not. We concluded that the block boundary is the most effective grain boundary for strength in martensite.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009 年度	2,400,000	720,000	3,120,000
2010 年度	700,000	210,000	910,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,100,000	930,000	4,030,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学，構造・機能材料

キーワード：マルテンサイト，鉄合金，粒界強度，マイクロサイズ機械試験，機械的特性

## 1. 研究開始当初の背景

鉄合金マルテンサイト組織はほとんどの高強度鋼に現れるため、実用上非常に重要な組織である。マルテンサイトが高強度を示すのは、マルテンサイトが固溶強化、転位強化、粒界強化、析出強化といったすべての強化機構を含んでいるからである。これまではこれらの強化因子のうち炭素による固溶強化および析出強化の寄与率がマルテンサイト全体の強度に対して最も大きいと考えられてきた。しかし近年のナノインデンテーションを用いた一連の研究により、マルテンサイト全体の強度に対する粒界強化の寄与率が非常に大きいということが明らかとなってきた。マルテンサイト組織は非常に特徴的な微視組織を有しており、母相オーステナイト粒はパケット、ブロック、サブブロック、ラスといった異なる大きさの微視組織に分割される。そのため、マルテンサイト組織内にはラス粒界、サブブロック粒界、パケット粒界、旧オーステナイト粒界といった結晶学的に異なる種々の粒界が存在する。粒界方位差の観点から、ブロック粒界がマルテンサイトの強度に対する有効結晶粒界であるという報告があるのに対し、マルテンサイト内に存在する粒界はすべり面に対する方位差が小さいため、旧オーステナイト粒界のみが強化に寄与するという報告もある。そのため、現時点では、これらの粒界のうちマルテンサイトの強度に対する有効結晶粒界に関して不明な点が多く、「マルテンサイトの強度を上昇させるためにはどの組織単位を細かくすべきか？」という問いに対して明確な答えがない状況であった。

粒界による強化機構を調べる場合、加工熱処理によって種々の粒径を有するバルクサイズの試験片を作製し、その強度変化について議論するのが常套手段である。しかしバルクサイズ試験片は試験片内に種々の粒界が含まれているため、個々の特徴的な粒界が試料全体の機械的特性におよぼす影響を抽出することは困難である。さらに目的の組織単位のみを制御することは容易ではなく、加工熱処理によって粒径以外の因子が一定であるという保証はない。一方、マイクロサイズ試験片は通常、粒径よりも小さなスケールであるため、マイクロサイズ試験片を用いたマイクロサイズ機械試験によって個々の粒界の強化機構を正確に評価できると考えられる。そこで本研究ではマイクロサイズ試験片を用いたマイクロサイズ機械試験に注目した。

## 2. 研究の目的

マルテンサイト内のサブブロック粒界およびブロック粒界のみを含むマイクロサイ

ズ試験片を用いたマイクロサイズ機械試験によりマルテンサイトの粒界強化機構を詳細に調べる。

## 3. 研究の方法

試料は Fe-23Ni 合金を用いた。試料内のサブブロック粒界およびブロック粒界は走査型電子顕微鏡 (SEM) により得られる電子線後方散乱回折図形 (EBSD) を解析することによって同定した。EBSD 解析した領域からサブブロック粒界のみおよび一つのブロック粒界を含む片持ち梁試験片 (形状:  $10 \times 10 \times 50 \mu\text{m}$ ) を収束イオンビームにより作製した。作製したマイクロサイズ試験片の一例を図 1 に示す (SEM 像)。作製した試験片の機械的特性をマイクロサイズ機械試験により評価し、マイクロサイズ機械試験後の試料は走査型イオン顕微鏡 (SIM) および SEM により組織観察した。

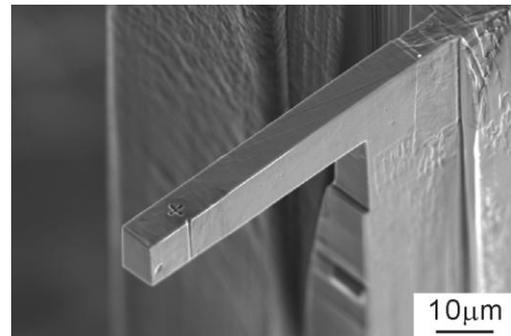


図 1 マイクロサイズ試験片の SEM 像

## 4. 研究成果

図 2 に Fe-23Ni 合金におけるマルテンサイト組織の光学顕微鏡写真を示す。図 2 からラスマルテンサイトが旧オーステナイト粒、パケット、ブロック、サブブロック、ラスといった階層的な微視組織を有していることがわかる。



図 2 Fe-23Ni 合金におけるマルテンサイト組織の光学顕微鏡写真

図 3(a), (b) に EBSD により得られたマルテンサイトの粒界マップを示す。黒色の線が大角粒界（方位差 15 度以上）であるブロック粒界，灰色の線が小角粒界（方位差 15 度未満）であるサブブロック粒界を表している。図 3(a), (b) より，一つのブロック内に多数のサブブロックが存在していることがわかる。図 3(a) に示した領域からサブブロック粒界のみを含むマイクロサイズ片持ち梁試験片を収束イオンビーム（FIB）により作製した。作製した試験片の SIM 像を図 3(c) に示す。SIM 像から固定端付近にブロック粒界が存在せず，作製したマイクロサイズ試験片がサブブロック粒界のみを含んでいることがわかる。さらに図 3(b) に示した領域からブロック粒界を一つだけ含むマイクロサイズ試験片を FIB 加工により作製した（図 3(d)）。ブロック粒界はマイクロサイズ試験片の上部表面から  $2.6 \mu\text{m}$  のところに位置している。また参照試料としてフェライト粒内から単結晶フェライト組織マイクロサイズ試験片も同様に作製した。

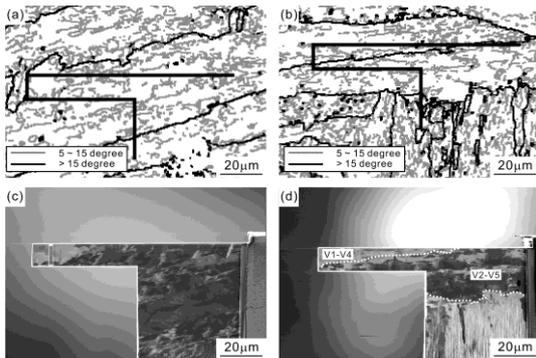


図 3(a), (b): マルテンサイト組織の粒界マップ，(c), (d): 作製したマイクロサイズ試験片の SIM 像（作製した領域は(a), (b)に示してある）

図 4 に作製した 3 種類のマイクロサイズ試験片のマイクロサイズ機械試験（マイクロサイズ曲げ試験）によって得られた荷重-変位曲線を示す。サブブロック粒界のみを含むマルテンサイトマイクロサイズ試験片と一つのブロック粒界を含むマルテンサイトマイクロサイズ試験片ともに単結晶フェライトマイクロサイズ試験片よりも強度が大きくなっていることがわかる。ブロック粒界の存在は強度をさらに大きく上昇させている。単結晶フェライトマイクロサイズ試験片とサブブロック粒界のみを含むマルテンサイトマイクロサイズ試験片の強度差は非常に大きい。しかしマルテンサイトは内部に高密度の転位を有しており，詳細な強度解析の結果，この強度上昇量はマルテンサイト組織

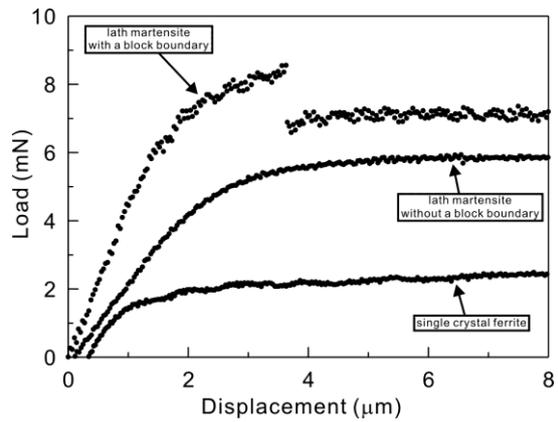


図 4 作製したマイクロサイズ試験片のマイクロサイズ曲げ試験における荷重-変位曲線

内に存在する転位による強化量とほぼ等しいことがわかった。つまりサブブロック粒界による強化能は非常に小さいと言える。一方，サブブロック粒界のみを含むマルテンサイトマイクロサイズ試験片から一つのブロック粒界を含むマルテンサイトマイクロサイズ試験片への強度上昇量はそのままブロック粒界による強度上昇量と言える。

マイクロサイズ試験片の上部表面からブロック粒界までの距離を粒径とみなして半定量的な Hall-Petch 解析を行ったところ，ブロック粒界の強化能はフェライト組織の大角粒界とほぼ同等であることが明らかとなった。この結果は，本研究のマイクロサイズ機械試験が粒界強度を正確に評価できる手法であることを実証している。

さらに図 4 に示すように，一つのブロック粒界を含んでいるマイクロサイズ試験片の場合にのみ，荷重降下とセレーションが確認された。これは試験片上部表面で生成した転位がブロック粒界に堆積し，その後転位がブロック粒界を伝播したことに起因していると考えられる。そのためこの荷重-変位曲線における荷重降下とセレーションもブロック粒界の強化能が非常に高いことを意味している。

図 5 にマイクロサイズ機械試験後のマイクロサイズ試験片の SEM 像を示す。図 5(a) に示すようにサブブロック粒界のみを含む試験片では明瞭なすべりバンドが観察され，すべりが局所化している。すべりが局所化しているということは試料内に転位の運動に対して強い障害がほとんど存在していないことを意味している。一方，一つのブロック粒界を含む試験片（図 5(b)）では図 5(a) に比べてすべりバンドが非常に不明瞭であり，ほとんど観察することができない。このようにすべりが局所化しないのは試験片表面で発生し

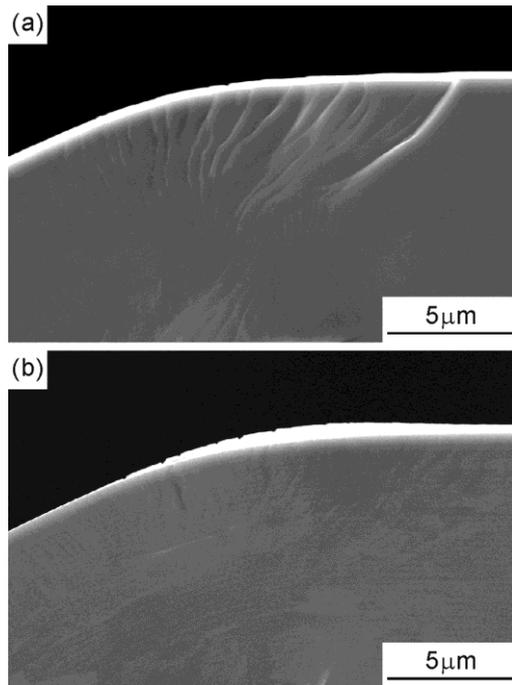


図 5 マイクロサイズ機械試験後のマイクロサイズ試験片の SEM 像 ; (a) サブブロック粒界のみを含むマイクロサイズ試験片, (b) ブロック粒界を含むマイクロサイズ試験片

たすべり転位がブロック粒界によってその運動が抑制されるためであると考えられる。また変形後にブロック粒界の位置に対応した起伏が生成している。つまり、変形後の組織観察結果からもブロック粒界がすべり運動に対して強い障害として働いていることがわかった。以上の結果から、サブブロック粒界の強化能に比べてブロック粒界の強化能の方がはるかに大きく、マルテンサイトの全体の強度に対する有効結晶粒界はブロック粒界であると結論付けることができた。

図 5(b)で示したマイクロサイズ機械試験後のマイクロサイズ試験片を用いてブロック粒界を挟んで活動したすべり系を同定した結果、活動したすべり系はブロック粒界面とは無関係であり、またこれらのすべり系はブロック粒界を挟んでお互いに平行に近く、方位差はほとんどなかった。つまり活動したすべり系の方位差が小さいにもかかわらず、ブロック粒界はすべり運動に対して強い障害として働いていると言える。

また EBSD によりマイクロサイズ機械試験後のマイクロサイズ試験片の結晶方位解析を行った結果、すべりがブロック粒界を伝播することによって局所的に結晶方位が変化することが明らかとなった。この局所的な結晶方位変化は試験片内のブロック粒界より

も下側の領域（変形がブロック粒界から伝播していく領域）において顕著であった。これはブロック粒界でのひずみの適合性を満足するために結晶方位回転が生じたためであると考えられる。

#### 5. 主な発表論文等

（研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線）

〔雑誌論文〕（計 3 件）

- ① A. Shibata, T. Nagoshi, M. Sone, S. Morito, Y. Higo, Micromechanical characterization of boundary strength in martensitic steel, Proceedings of the Materials Science and Technology, 2010, 1894-1902 (査読有)
- ② A. Shibata, T. Nagoshi, M. Sone, S. Morito, Y. Higo, Characterization of local deformation behavior of martensitic steel using a micro-sized cantilever-beam specimen, Proceedings of 31st Risø International Symposium on Materials Science, Vol. 31, 2010, 429-436 (査読有)
- ③ A. Shibata, T. Nagoshi, M. Sone, S. Morito, Y. Higo, Evaluation of the block boundary and sub-block boundary strengths of ferrous lath martensite using a micro-bending test, Materials Science and Engineering, Vol. 527, 2010, 7538-7544 (査読有)

〔学会発表〕（計 7 件）

- ① A. Shibata, T. Nagoshi, M. Sone, S. Morito, Y. Higo, Micromechanical characterization of boundary strength in martensitic steel, Materials Science and Technology (MS & T), 2010/10/17-21
- ② 柴田曉伸, 名越貴志, 曾根正人, 森戸茂一, 肥後矢吉, マイクロ曲げ試験による鉄合金ラスマルテンサイトの粒界強化機構, 日本金属学会第 147 回秋期講演大会, 2010/9/25-27
- ③ A. Shibata, T. Nagoshi, M. Sone, S. Morito, Y. Higo, Characterization of local deformation behavior of martensitic steel using a micro-sized cantilever-beam specimen, 31st Risø International Symposium on Materials Science, 2010/9/6-10
- ④ 柴田曉伸, 名越貴志, 曾根正人, 森戸茂一, 肥後矢吉, マイクロ曲げ試験による鉄合金ラスマルテンサイトの粒界強度評価, 日本鉄鋼協会第 159 回春季講演大会, 2010/3/28-30

- ⑤ 柴田曉伸, 鉄系マルテンサイトの結晶方位関係, 日本鉄鋼協会・日本金属学会 中国四国支部 第 36 回材質制御研究会, 2009/12/2
- ⑥ A. Shibata, Y. Ogawa, M. Sone, Y. Higo, Characterization of microstructural evolution during deformation in lath martensite by using micro-sized specimen, 2nd International Symposium on Steel Science, 2009/10/21-24
- ⑦ 柴田曉伸, 小川雄一郎, 曾根正人, 肥後矢吉, マイクロサイズ試験片による鉄合金ラスマルテンサイトの変形微細組織発達過程の直接観察, 日本鉄鋼協会第 158 回秋季講演大会, 2009/9/15-17

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

柴田 曉伸 (SHIBATA AKINOBU)  
京都大学・工学研究科・助教  
研究者番号: 60451994

### (2) 研究分担者

( )  
なし  
研究者番号:

### (3) 連携研究者

( )  
なし  
研究者番号: