

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 24 年 5 月 25 日現在

機関番号：15201

研究種目：研究活動スタート支援

研究期間：2010～2011

課題番号：22860039

研究課題名（和文）X線回折と電子顕微鏡によるマルチスケール解析を用いた高強度構造材料の変形機構解明

研究課題名（英文）Microstructures and deformation mechanisms of advanced structural materials characterized by a multi-scale electron microscopy combined with X-ray diffraction.

研究代表者

林 泰輔 (HAYASHI TAISUKE)

島根大学・総合科学研究支援センター・教務職員

研究者番号：50580495

研究成果の概要（和文）：

高強度構造材料の複雑な組織とその変形機構を明らかにするため、X線回折と電子顕微鏡によるマルチスケール解析を軸に組織解析を行った。特異な引張伸びを示す高強度マルテンサイト鋼と高延性鋼の複層鋼では、マルテンサイト鋼中のラス構造をはじめとする各スケールにおける構造が全体の变形挙動に影響を及ぼす。また、高強度マルテンサイトに隣接する延性層が、高延性発現において果たす役割の一つが明らかになった。

研究成果の概要（英文）：

Complex microstructures of advanced structural materials are investigated by a multi-scale analysis by transmission/scanning electron microscopy combined with X-ray diffraction to reveal their deformation mechanisms. A laminated steel with hard/ductile steel layers have been investigated particularly focusing on the lath, block, and packet structures of the hard martensite steel layers. The contributions of the lath and coarser scale structures to the tensile deformation behaviors are discussed on the basis of the observed microstructures. Furthermore, it is indicated that the ductile steel layers act as a buffer for strain accumulation in the hard steel layers.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	1,260,000	378,000	1,638,000
2011年度	1,160,000	348,000	1,508,000
年度			
年度			
年度			
総計	2,420,000	726,000	3,146,000

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：構造材料，複相材料，材料組織

1. 研究開始当初の背景

CO₂ 排出量削減などを目的として車などの移動体筐体の軽量化を達成するため、より高比強度かつ十分な延性を有する材料が求められている。近年研究がおこなわれている次

世代の高強度材料候補としては、Mg や Al 基の軽金属系材料と、コストや変形特性の面で優れる複合鉄鋼材料が挙げられる。こうした高強度構造材料の微細組織は複相からなり、かつ微細粒化や転位の大量導入により複雑

な組織を呈する。一つの例として、主にマルテンサイトを高強度層とし、フェライトもしくはオーステナイトを高延性層とする人工層状組織を有する複層鋼板においては、単味では 5%程度の引張伸びしか示さないマルテンサイト層が、条件によっては 50%を超える均一伸びを示すなど、特異な変形挙動を示す。マルテンサイトの延性発現の要因を探るためには組織および変形挙動の解析が重要となり、ひいては高強度のラスマルテンサイトの延性改善のために重要な知見となる。また Mg 基合金においても、近年注目されている合金系では、強化相である高周期構造相と比較的延性に優れた六方最密充填構造のいわゆる α -Mg 相の 2 相が主要な構成相であり、強度を受け持つ相と延性を担う相の境界近傍における変形伝達挙動が全体としての力学特性や変形挙動の鍵となる。上記 2 つの例においては、高強度を示す材料としては特異な延性を発揮する点が重要であり、その延性発現機構を理解できれば高強度材料の性能向上に大きな貢献ができる。しかし、延性発現機構を含めて変形挙動を理解することは容易でないため、各構成相の組織と変形挙動を知るだけでなく、複合状態における異相境界近傍での変形伝達挙動や各構成相内での変形組織発達過程を十分に理解する必要がある。さらに、全体としての変形挙動を予測し材料設計を行うために、転位や変形双晶のような変形の素過程からマクロなひずみ発現までをつなぐ、様々なスケールにおける組織の理解を深める必要がある。

2. 研究の目的

複雑な組織を有する高強度構造材料の組織解析を X 線回折および電子顕微鏡観察を用いて様々なスケールで行い、変形前後の比較を行うことで各構成相内での変形前組織と変形組織発達過程を十分に理解し、その結果をもとに複合組織の変形挙動を明らかにする。また、異相境界近傍の組織解析を行うことで、異なる力学特性を有する 2 つの相の境界部でどのような変形伝達挙動が起きているのかを考察する。

3. 研究の方法

図 1(a)に模式図を示すような高強度層と高延性層を交互に張り合わせた構造を有する複層鋼板や、図 1(b)に模式図を示すような比較的乱雑な構造を有する複相鋼および高強度 Mg 合金など、強度と延性を高い次元でバランスよく発現する高強度材料を供試材とし、その特異な変形挙動の解明を狙う。そのために比較的マクロな組織解析には X 線回折を用いたテクスチャー測定や広範囲の平均的転位密度測定を用いる。マイクロメータースケールの組織形態と結晶方位解析には

走査型電子顕微鏡・電子後方散乱回折法を用い、各構成相内および異相境界近傍における

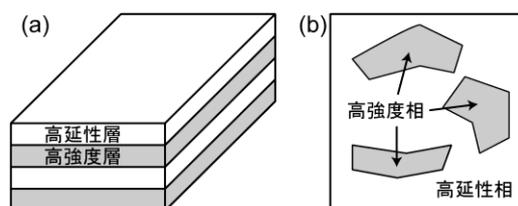


図 1. (a) 人工層状組織を有する複層鋼板、(b) 複相鋼や高強度 Mg 合金などの複相材料の模式図。

ひずみ伝達挙動に注目しながら組織の解析を行う。サブマイクロメーター以下の組織解析には透過型電子顕微鏡を用い、転位組織の詳細、マルテンサイトで特徴的に観察されるラス構造を中心に詳細な解析を行う。これらの結果を元に各構成相中の変形機構や変形組織発達過程を明らかにし、さらに異相境界での塑性変形伝達挙動に注目しながら解析を進める。

4. 研究成果

特異な引張伸びを示すマルテンサイト層の解析にはマルテンサイト層として Fe-0.13C-0.25Si-0.92Mn-0.18Cu-0.02Ni-0.83Cr-0.32Mo-0.02V (mass%) を脱炭防止のための Ni 層を介して SUS304 で挟み込んだものを用いた。圧延接合後、1200°C で 2 分間保持し、水焼入れを行っている。水焼入れまま材では図 2 に示すように直線状のマルテンサイトラスからなる微細組織が観察され、内部には大量の転位が存在する。また、わずかなフィルム状残留オーステナイトを除くと、ほぼすべてがラスマルテンサイトである。マルテンサイトラス中には変態時に生成された変形双晶が観察されるが、この変形双晶は次に述べる変形組織において顕著に増加することはなく、変形を担っているのは転位である。一部のラスでは電子回折の解析結果から炭化物の形成が確認され、焼き入れ過程でオートテンパーが起きていることが示唆される。

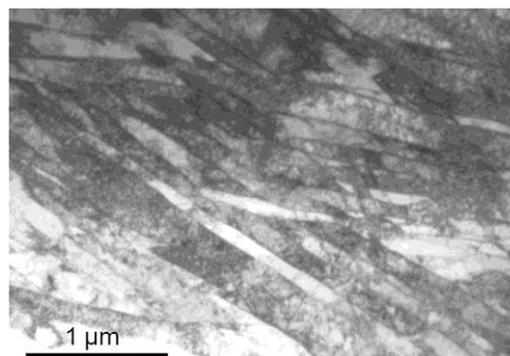


図 2. 変形前のマルテンサイトラス構造。直線状のラス結晶が観察される。

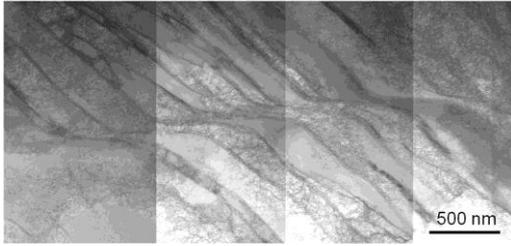


図 3. 引張変形後のマルテンサイトラス構造に見られる微小せん断帯. ラス界面はせん断帯の部分でも保たれる.

この焼入れまま材を引張変形させたものを観察すると、図3に示すような微細なせん断帯が観察され、変形量の増加とともにせん断帯が増加する。同時にラスの境界があいまいになり、ラス結晶同士が一体化したような部位も観察されるようになる。道内らによれば (Michiuchi et al., Acta Mater., 57 (2009), 5283) 変形初期ではラス界面に平行なすべり系が優先的に活動するが、その後ラス界面に対して平行でないすべり系も活動するようになることが報告されており、微小せん断帯の存在はその事実を裏付けるものであるとともに、マクロには均一変形の領域でもミクロには不均一な変形が起きていることが明らかになった。

微小せん断帯が形成される理由を探るためラス境界に注目してさらに解析を行った。フィルム状残留オーステナイトなどの例外的な介在物が存在する場合を除き、ラス境界は転位壁で構成される小傾角粒界とみなすことが出来る。そして、微小せん断帯が形成されてもラス境界が安定に存在する理由は自明でない。また、ラス内部には大量の乱雑に配置する転位が存在するため、それらの転位と比較してラス境界上の転位がラス境界を横切るような転位運動をより強く阻害する理由も自明でない。一つの可能性としては固溶炭素による転位壁の固着が乱雑に配置する転位に対する固着よりも顕著である可能性が考えられるが、ラス境界安定化の原因を明確にするためには今後単純化したモデル材を用いて実験を行う必要がある。

より大きなスケールの組織としてほぼ同じ結晶方位と晶癖面 (ラス境界) を有するラスの集合であるブロックや、ほぼ同じ晶癖面を有するブロックの集合であるパッケージが存在する。これらの組織がどのように変形に影響しているのかを調べるため微小部の結晶方位回転に注目しながら観察を行った。図4に示すようにブロックやパッケージ構造を方位差マップ (KAM) で観察すると、焼入れまま材では観察されなかった 10-100 マイクロメートルオーダーのせん断帯が観察され (図4(d)の矢印)、微小せん断帯と同様にラス境界を横切る形で形成されている。つまり、比

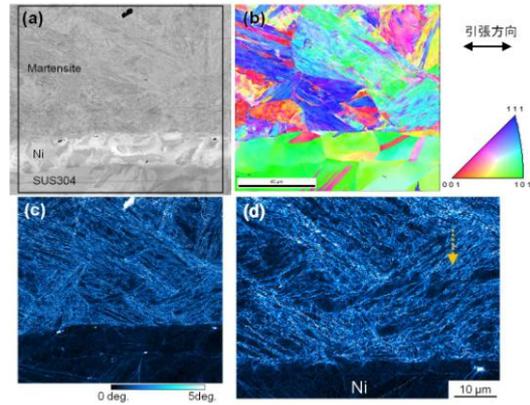


図 4. マルテンサイト鋼/Ni/SUS304 界面付近の (a) 反射電子像, (b) 結晶方位マップ, (c) kernel average misorientation (KAM) マップ, (d) KAM マップの拡大図. Kernel average misorientation とは、方位マップ中の各測定点ごとの結晶方位データを元に、近接する測定点間の方位差を平均して得られる。

較的マクロなせん断帯は微小せん断帯により形成されていると考えられる。マクロ・ミクロのせん断帯が形成される理由としては、ラス境界面の向きが大きく変化するブロックやパッケージ境界で、ラス界面に変形が拘束されることに起因する不均一なひずみが蓄積され、このひずみを解消するために導入されると考えられる。さて、延性層である Ni および SUS304 層の近傍では、図4(a)-(d)下部に見られるようにマクロ、ミクロのせん断帯による不均一な塑性ひずみが高強度層側から連続して受け継がれ、高延性層内でひずみの集中が緩和されている様子が観察された。このことから、マルテンサイト単味では表面にひずみ集中が起これば一気にクラック進展へと発展するのに対し、複合化によってクラック進展が抑制されることが分かる。実際には表面に高強度層を配置しても一定の延性改善が報告されていることから、このような機構による破壊の抑制は延性改善機構のすべてではないが、特異な延性の発現に重要な役割を果たしていることが示された。

複合鉄鋼材料のほかに、優れた力学特性と特異な微細組織を有する Mg 基合金についても、微細組織とその組織形成過程を知るために観察を行った。図5には透過型電子顕微鏡による組織観察の一例を示す。観察の結果、高強度を担う高周期相とその周りには α -Mg が微細化するなど、加工熱処理による複雑な組織が形成されており、高温での相変態を含む過程を経て、強度と延性をバランスよく発揮するために都合の良い組織が形成されていることが明らかになった。また、Mg 合金の高周期相は特異な変形機構であるキック変形によって変形することが知られているが、キック変形の鍵を担うと予測される周辺組

年 9 月 22 日, 大阪大学吹田キャンパス
(大阪府吹田市)

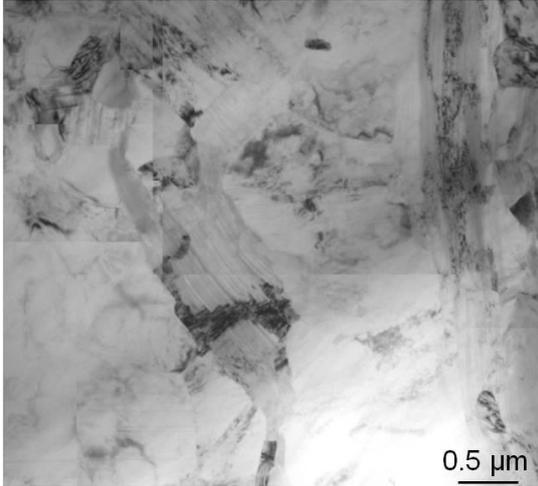


図 5. 高周期相を含む Mg 合金に見られる特徴的な組織. 図中暗灰色の細長い形状の領域は高周期相.

織の転位分布などについても有用な知見を得ることができた.

このように本研究では複合構造材料を X 線回折ならびに走査型・透過型電子顕微鏡を用いたマルチスケール観察を行うことで, 組織と変形組織発達過程に関する知見を得ることが出来た. 今後さらにこの知見を活かし, より現実に即した巨視的変形挙動の予測と材料設計の指針作りを行うために, 異相境界近傍での変形伝達挙動解明を軸とした研究を進めており, 本研究とともに今後の高強度構造材料の性能向上に貢献することが出来ると期待している.

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 1 件)

- ① T. Hayashi, T. Hara, and E. Abe, "Complex Oxide Layer at a Nickel/Steel Interface Bonded under a Moderate Vacuum Condition", *ISIJ International*, 査読有, Vol. 51, No. 11, 2011, PP. 1859-1863.
DOI: isijinternational.51.1859

[学会発表] (計 2 件)

- ① 林泰輔, 森戸茂一, 大庭卓也, 阿部英司, ラスマルテンサイト加工組織におけるすべり系の活動と微細組織, 第 163 回日本鉄鋼協会春季講演大会, 2012 年 3 月 29 日, 横浜国立大学 (神奈川県横浜市)
- ② 林泰輔, 森戸茂一, 大庭卓也, 阿部英司, 複層鋼板における引張変形を受けたマルテンサイト組織の電子顕微鏡観察, 第 162 回日本鉄鋼協会秋季講演大会, 2011

6. 研究組織

(1) 研究代表者

林 泰輔 (HAYASHI TAISUKE)

島根大学・総合科学研究支援センター・教務職員

研究者番号 : 50580495