

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 11 日現在

機関番号：12601

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2013～2014

課題番号：25630262

研究課題名(和文) 低炭素鋼ラスマルテンサイトの大変形挙動解析

研究課題名(英文) Large deformation mechanism of lath martensite of low carbon steel in multilayered composite

研究代表者

井上 純哉 (INOUE, Junya)

東京大学・工学(系)研究科(研究院)・准教授

研究者番号：70312973

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円

研究成果の概要(和文)：次世代の高強度鋼の開発が世界的に行われており、特に引張強度1.5GPa以上、破断伸び20%以上の性能を示す鋼の開発が強く望まれている。本研究はその様な鋼を実現するために不可欠となる、鋼のマルテンサイト相の大変形挙動の解析を、白色放射光を用いたマクロな応力分配解析とSEM-EBSPを用いたミクロな局所変形解析を実施することで、網羅的に明らかにしようとする試みである。本研究で得られた結果は、ラスマルテンサイトの持つ特異な変形機構を明らかにしており、今後新たなマルテンサイト組織の制御手法の確立に大きな影響を及ぼす結果となっている。

研究成果の概要(英文)：Development of new generation advanced high strength steel is widely conducted to achieve a tensile strength more than 1.5GPa and fracture elongation more than 20% at the same time. In this study, the deformation behavior of lath martensite of low carbon steel is investigated from both macroscopic and microscopic points of view. For the macro-level, stress partition measurement by synchrotron white X-ray was employed, while for the micro-level slip system analysis by SEM-EBSD measurement was applied. The results indicate that the local deformation of lath martensite is substantially influenced by the anisotropic activation of slip system.

研究分野：材料力学

キーワード：鋼ラスマルテンサイト

### 1. 研究開始当初の背景

鋼の強度-延性バランスの更なる向上は、社会基盤材料としての様々なニーズに応えるとともに、移動体とりわけ自動車の車体軽量化を通して資源・環境問題の改善にも寄与すると期待されている。そのような中、近年 DP や TRIP などの第一世代高強度鋼(AHSS)の強度-延性バランスを凌駕する性能を、TWIP などの第二世代 AHSS より遥かに少ない合金量で実現する、第三世代(AHSS)の開発が世界的な関心を集めている。この第三世代 AHSS の基本設計指針は、第 1 世代 AHSS と同様に強度を担保するマルテンサイト相と延性を担保するオーステナイト相の複相化であり、多くは Quenching and Partitioning などのプロセスを用いた「内部設計型」の手法によるミクロ組織の最適化に注力されている。これに対し研究代表者らは、マルテンサイト鋼とオーステナイト鋼を積層化した複層型鋼板(複層鋼板)を用い、各構成層の構成比や層厚を制御する「外部設計型」の手法を用いることで、マルテンサイト層に十分な塑性変形を与えることが可能になる幾何学条件を明らかにし、単体では 5% 程度で破断するマルテンサイト鋼に、50% 以上の引張変形を与えることに成功している(J.Inoue et al., Scripta Materialia 59(2008)1055 など)。このことはつまり、マルテンサイト相に十分な塑性変形を与えることが可能になる幾何学条件を満たすミクロ組織が形成できれば、マルテンサイト相の塑性変形能を最大限に利用した次世代の高強度鋼が実現することを意味している。

この様に、マルテンサイト相に十分な塑性変形を与えるミクロ組織の幾何学的設計指針が示されているものの、この設計指針はあくまでもマルテンサイト相に大変形を誘起するための「必要条件」に過ぎない。実際には、マルテンサイト相を大変形させるには、マルテンサイト相の大変形中の変形挙動が鍵を握っていると考えられ(P. Lhussier, J.Inoue et al., Scripta Materialia 64(2011)974 など)、単体では伸びが 5% 程度に限定されるマルテンサイト相が 50% を超える延性を示す基本的な塑性変形機構は必ずしも明らかになっていない。このようなマルテンサイト相の大変形機構の解明には、変形中のミクロな応力分配挙動と、それに対応するすべり変形挙動の関係を明らかにすることが不可欠であり、特に異相界面近傍での塑性変形挙動の解明が重要となると考えられる。

### 2. 研究の目的

以上の背景のもと、本研究では前述の複層鋼板を利用し、引張変形中のマルテンサイト相ならびにマルテンサイト/オーステナイト異相界面近傍における変形挙動をその場解析し、その詳細を明らかにすることを目的とする。本研究では特に、白色放射光を用い

た局所応力解析手法による応力分配挙動の測定と、SEM-EBSP による局所的ひずみ解析ならびに結晶塑性解析を並行して実施することで、マルテンサイト組織が有する幾何学的異方性と応力分配挙動の関係を明らかにする。

### 3. 研究の方法

本研究では、高輝度白色放射光を用いてマルテンサイト相中における応力分配挙動を表面または異相界面に垂直方向に Layer by Layer で測定すると同時に、SEM-EBSP による局所的ひずみ解析ならびに集合組織解析を実施することで、異相界面の影響を含めたマルテンサイト相の応力分配挙動と組織異方性の関係を明らかにする。光学系の最適化により、表面から所定の深さにおいて  $1\text{mm} \times 1\text{mm} \times 50\ \mu\text{m}$  という極めて扁平な領域からの回折を取得し、深さ方向に  $20\ \mu\text{m}$  程度の空間解像度で応力分布ならびに応力分配挙動の解明を行う。

以下にそれぞれの実験方法の詳細を記す。

#### (1) 白色放射光を用いた応力分布解析

放射光を用いた応力解析としては In-situ で行う手法と Ex-situ で行う手法があるが、本研究では in-situ で回折プロファイルを得る手法を採る。観察領域は放射光の透過能を考慮し、応力解析部位の寸法は  $10\text{mm} \times 10\text{mm} \times 2\text{mm}$  程度とする。ここで用いる複層鋼板は、中央に配置した 1 層のマルテンサイト層をオーステナイト 2 層でサンドイッチした構造とし、界面は熱間圧延により冶金学的に結合させる。異なる塑性ひずみを与えた複数の試料を予め準備し、塑性ひずみと残留応力分布との関係を明らかにする。比較材としてマルテンサイト層をフェライトで置換した試料も用意する。界面の影響を明らかにするため、マルテンサイトならびにフェライトの層厚は  $0.4 \sim 0.8\text{mm}$  の様々な試験片を用意する。

水平に設置した試料に白色ビームを照射する。このとき、入射スリットサイズを高さ  $0.05\text{mm} \times$  幅  $1\text{mm}$  もしくは  $2\text{mm}$  とし、受光スリットとしては高さ  $0.05\text{mm} \times$  幅  $3\text{mm}$  の 2 つを使用する。さらに面内方向に  $1\text{mm}$  程度、試験片を平行揺動することによって、表面から所定の深さにおいて  $1\text{mm} \times 1\text{mm} \times 50\ \mu\text{m}$  という極めて扁平な領域からの回折を得ることが可能になる。回折プロファイルに関しては軸線方向ならびに法線方向の 2 軸に対し、オーステナイト層も含め表面から  $20\ \mu\text{m}$  間隔で Ge 半導体検出器(SSD)を用いたエネルギー分散法によって測定する。白色光である特徴を生かし、一つの照射試験で同時に取得できる複数の回折プロファイルから得られるひずみを解析することで、方位が異なる結晶に導入されたひずみの検討が可能になる。予想される弾性ひずみ量は 0.1% 程度であるので、0.01% ( $100 \times 10^{-6}$ ) 程度のひずみ分解能が必要であるが、これは Spring8 のビームライン

BL14B1 ならびに BL28B2 であれば十分達成可能な精度である。なお、無ひずみ状態の格子定数は、別途単体のマルテンサイトならびにオーステナイトを用いて測定する。

#### (2)SEM-EBSP による局所変形解析

SEM-EBSP を用いて in-situ で引張試験を実施し、変形中の結晶方位回転から結晶塑性を考慮し、局所変形挙動の解析を実施する。ブロックごとの変形や活動すべり系の変化を明らかにする。EBSP 解析と同時に SEM 画像を取得することで、画像相関法 (DIC 法) を用いたひずみ解析も行う。

### 4. 研究成果

#### (1)白色放射光を用いた応力分布解析

熱処理後の残留応力解析から、マルテンサイト変態に起因すると考えられる圧縮応力がマルテンサイト層の面内方向に発生していることが確認された。この残留応力は板厚方向に均一ではなく、オーステナイト界面近傍で急激に変化していることが確認された。このような不均一性はマルテンサイト変態中のオーステナイト層からの拘束により生じたと考えられるが、マルテンサイト組織自体には顕著な変化は観察されず、EBSP 解析からも特異なバリエーションは発見できなかった。この初期の残留応力の不均一性発生メカニズムに関しては、今後高温ステージを用いた in-situ 観察等により、その詳細を議論する必要がある。しかし、この残留応力の不均一性は、塑性変形開始直後に消失することが判明しており、マルテンサイトの大変形挙動には影響がないことが確認されている。

一方で塑性変形中のマルテンサイト層内の応力は、測定誤差範囲内でほぼ均一であることが判明した。このことは、複層と言う幾何的な拘束により、マルテンサイト層内にひずみの局所化が抑制されていることが、マルテンサイト層の高延性化に有利に作用していると言う従来の予測を裏付ける有力な観察結果となっている。しかし一方で、マルテンサイト内の個々のすべり系の応力分配は、フェライトとは大きく異なり、すべり系によって大きく異なる塑性異方性が存在することが確認された。実際、高島らのマイクロピラーを用いた実験や、石元らのその場観察の結果から、ラスマルテンサイトでは、ラスに平行なすべり系とそれ以外のすべり系では、臨界分解せん断応力が大きく異なることが指摘されており、多結晶体としての変形でも、その影響を大きく受けていることが確認された。またこのことは、マルテンサイト層における集合組織の形成にも影響を及ぼしていると考えられ、実際にフェライトと異なる集合組織の形成が確認された。

#### (2)SEM-EBSP による局所変形解析

白色放射光による応力解析により、複層内の応力は、塑性変形中ではほぼ均一になる

ことが判明した為、ここでは特にマルテンサイトの塑性異方性と局所変形挙動の関係を明らかにすることに注力した。

その結果、まずマルテンサイトは、非常に低いひずみレベルからブロック内に新たな粒界と思われる結晶方位のギャップが発生することが明らかになり、炭素濃度の増加に伴いその傾向は顕著となることが明らかとなった。また、この結晶方位のギャップの発生メカニズムを明らかにするため、ギャップ近傍における活動すべり系を確認したところ、ブロック内で活性化すべり系は bcc の全てのすべり系ではなく、ラス方向にバーガースベクトルが平行となるすべり系に限定されること。さらに、活性化されるすべり系は場所毎に異なることが判明した。結果として、マルテンサイトでは新たに形成されたギャップで囲まれた領域内では、ほぼ均等な結晶回転をするものの、領域毎で結晶回転が異なるため、領域間に大きな結晶方位の差が生じ、EBSD 解析では粒界と判定されていることが判明した。透過電子顕微鏡を用いて新たに形成された領域間のギャップを観察したところ、10~15 度程度の傾角を持つ 2 つの領域間には明確な粒界が形成されていることが確認された。

以上の結果をまとめると以下のとおりである。

- 1) 複層鋼板中には熱処理中のマルテンサイト変態により、不均一な残留応力が発生するものの、塑性変形に伴いその不均一性は消失する。
- 2) 塑性変形中は、マルテンサイト層とオーステナイト層の層間には特異な応力分布は存在せず、各層でほぼ均一な応力場が形成されている。
- 3) 塑性変形中のマルテンサイト内には、フェライトには見られない、塑性異方性に起因した顕著な結晶粒毎の応力分配が存在する。
- 4) この塑性異方性は、マルテンサイトに特異な微細組織の形成を引き起こすことが判明した。

### 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 5 件)

- 1) “Crystallographic and Microstructural Studies of Lath Martensitic Steel During Tensile Deformation”, H-T Na, S. Nambu, M. Ojima, J. Inoue, and T. Koseki, Metallurgical and Materials Transactions A, 45A, 5029-5043 (2014)
- 2) “Development of Multilayer Steels for

Improved Combinations of High Strength and High Ductility”, T. Koseki, J. Inoue, and S. Nambu, Materials Transactions, 55, 227-237 (2014)

- 3) “Interphase Strain Gradients in Multilayered Steel Composite from Microdiffraction”, RI. Barabash, OM. Barabash, M. Ojima, et al., Metallurgical and Materials Transactions A, 45A, 98-108 (2014)
- 4) “Strain localization behavior in low-carbon martensitic steel during tensile deformation”, H. Na, M. Ojima, S. Nambu, J. Inoue, and T. Koseki, Scripta Materialia, 69, 793-796 (2013)
- 5) “Stress partitioning behavior of multilayered steels during tensile deformation measured by in situ neutron diffraction”, M. Ojima, J. Inoue, et al., Scripta Materialia, 66, 139-142 (2012)

〔学会発表〕(計 7件)

- 1) “Architected multilayer steels for high strength-ductility combinations”, T. Koseki, S. Nambu, J. Inoue, 13<sup>th</sup> International Symposium on Physics of Materials, 2014.8, Prague
- 2) “Fracture behavior of architecture multilayer Mg/Steel composite”, J. Inoue, T. Ohmori, T. Koseki, 13<sup>th</sup> International Symposium on Physics of Materials, 2014.8, Prague
- 3) “Analysis of local deformation behavior of Steel/Mg alloy composites”, T. Ohmori, S. Nambu, J. Inoue, T. Koseki, 2014 MRS Fall meeting, 2014.11, Boston
- 4) 「Ni 濃度勾配下における鋼マルテンサイトのバリエーション選択」, 川本雄三・井上純哉, 日本鉄鋼協会第 169 回春季講演大会, 2015.3, 東京大学
- 5) 「ラスマルテンサイトの転位密度の変化に及ぼす固溶炭素の影響」, 天野宏紀・新野拓・南部将一・朝倉健太郎・井上純哉・小関敏彦, 日本鉄鋼協会第 167 回春季講演大会, 2014.3, 東京工業大学
- 6) 「ラスマルテンサイトの加工硬化挙動に影響を及ぼす因子の検討」, 天野宏

紀・井上純哉, 日本鉄鋼協会第 166 回秋季講演大会, 2013.9, 金沢大学

- 7) “Multilayered structure as a tool to achieve extreme strength-ductility combination”, J. Inoue, T. Koseki, Thermec2013, 2013, Las Vegas

〔図書〕(計 0件)

〔産業財産権〕  
出願状況(計 0件)

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：  
出願年月日：  
国内外の別：

取得状況(計 0件)

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：  
出願年月日：  
取得年月日：  
国内外の別：

〔その他〕  
ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者  
井上 純哉 (INOUE, Junya)  
東京大学・大学院工学系研究科・准教授  
研究者番号：70312973

(2) 研究分担者  
小島 真由美 (OJIMA, Mayumi)  
東京大学・大学院工学系研究科・助教  
研究者番号：80569799

(3) 連携研究者 ( )

研究者番号：