

令和元年5月29日現在

機関番号：17401

研究種目：基盤研究(A) (一般)

研究期間：2015～2018

課題番号：15H02302

研究課題名(和文) マイクロ材料試験による鋼のマルテンサイト強度発現機構の解明と強靱化設計への展開

研究課題名(英文) Elucidation of Strengthening Mechanism in Martensite of Steels by  
Micromechanical Testing and Its Application to Toughening Design

研究代表者

高島 和希 (TAKASHIMA, Kazuki)

熊本大学・大学院先端科学研究部(工)・教授

研究者番号：60163193

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 35,400,000円

研究成果の概要(和文)：本研究ではマイクロ材料試験と結晶塑性有限要素シミュレーションを活用して、マルテンサイトの強度発現機構を明らかにするとともに、その結果をマルチスケール的な強靱化設計へ繋げることを目的とした。その結果、ラスの集合体であるブロックがラスマルテンサイトの力学特性を支配する最小の単位であること、また、ブロック内の晶癖面内、面外すべりの活動により、変形挙動に異方性が生じることを明らかにした。さらに、上記の力学的異方性を取り入れて結晶塑性有限要素シミュレーションを行った結果、上記の変形挙動を完全に再現でき、マルテンサイトの強靱化機構を明らかにした。この成果は、鋼の強靱化設計に大きく寄与するものである。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究によりこれまで未解明であった鋼のマルテンサイトの強度発現機構を定量的に明らかにすることが可能となり、マルテンサイトの強靱化設計理論の構築に大きく寄与できる。さらに、結晶塑性有限要素シミュレーションと連携させることで、微視スケールでの機械的性質からバルク材料の機械的性質を予測することが可能になり、マルテンサイトあるいはマルテンサイトとの複合組織を有する先端鉄鋼材料の強靱化設計に大きく寄与できる。このように、本研究成果の工学的価値はきわめて高く、その応用範囲もきわめて広く、我が国の材料開発技術の国際的なプライオリティ確保ならびに世界市場の拡大にも貢献でき、その波及効果はきわめて大きい。

研究成果の概要(英文)：In this study, we aimed to clarify the strengthening mechanism of martensite in steels using micromechanical testing and crystal plasticity finite element simulation. The single block in lath martensite structure is found to be the smallest element that controls the mechanical properties of lath martensite, and the in-plane and out-of-plane slip behavior in the blocks causes anisotropy in deformation behavior. Furthermore, as a result of conducting crystal plasticity finite element simulation incorporating the above mechanical anisotropy, the deformation behavior of multi blocked specimen and packet structural specimen can be completely reproduced, and the strengthening mechanism of the steel by martensite can be clarified. This result can contribute to the toughening design of high strength steels.

研究分野：材料評価学

キーワード：構造・機能材料 機械的性質 鉄鋼材料 マルテンサイト 材料試験

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

### 1. 研究開始当初の背景

鋼のマルテンサイト組織は、焼入時に形成される組織であり、鋼の強化機構の中で最も基盤となるものである。そのため、その組織形態、結晶学に関しては、これまでも多くの知見が得られており、それらは高強度鋼の強化に活かされている。また、鋼のマルテンサイトに関しては、過飽和に固溶した炭素や変態時に導入された高密度の転位によって強度が上昇すると言われているが、その根本的な強度発現機構に関しては、依然として不明な点が数多く残されている。これは鋼のマルテンサイトが階層的な微視組織で構成されており、どの構成組織要素が強度の発現に寄与しているかが知られていないためである。たとえば、低炭素鋼で形成されるラスマルテンサイトは、一つの旧オーステナイト結晶から、いくつかのパケットに分割され、各パケットはさらにブロックに分割されている。さらに一つのブロックの中には、最小構成要素となるラスが形成されている。このような階層的構造を有する材料の強度発現機構を調べるためには、各構成組織要素に加え、各構成組織要素間の変形挙動・機構の解明が求められる。しかしながら、各構成組織要素のサイズはきわめて微小なため、通常の方法では、機械的性質や変形挙動を直接計測することができない。

ところで、研究代表者らは、MEMS デバイスやマイクロマシン用材料の機械的性質を評価するために、ミクロンサイズの超微小試験片に対して、引張、圧縮、曲げ試験が行える材料試験機ならびに試験法を世界に先駆けて開発するとともに、薄膜材料に対する引張試験、疲労試験等の国際規格を策定してきた。これまでに開発した試験装置や試験規格は、MEMS デバイス用微小寸法材料の破壊靱性、疲労き裂伝播挙動の解明に大きな威力を発揮している。さらに、研究代表者らは白色干渉計と微小材料試験機を組み合わせることにより、人工的なマーカを付加することなく微小領域の変形及び歪が計測できる手法の開発に成功している。そこで、マルテンサイトの階層的組織から微小試験片を切り出し、上記のマイクロ材料試験を行うと、これまで明らかにされなかったマルテンサイトの階層組織構成要素の変形挙動及び機械的性質を明らかにすることが可能となる。

### 2. 研究の目的

本研究では、複雑な階層構造を有する鋼のマルテンサイト組織の強度発現機構を解明するため、申請者らが開発したマイクロ材料試験機を用いて、(1) マルテンサイトを構成する階層的な各微視組織及び各構成組織間の変形挙動及び機械的性質を明らかにするとともに、(2) 得られたマイクロスケールでの機械的性質を結晶塑性有限要素シミュレーションと連携させることで、マルチスケール的な強化設計へと展開し、強度・靱性に優れた鉄鋼材料設計の指導原理の提案へつなげる。

### 3. 研究の方法

本研究では、前述の目的を達成するため、以下の手順で研究を進めた。

(1) 低炭素鋼を全面ラスマルテンサイト組織に調整した後、各階層組織から微小引張試験片を採取する手法と、そのマイクロ引張試験技術を確立させる。(2) ラスマルテンサイトの最小組織要素である一つのブロックから構成される微小試験片を切り出し、その試験結果に基づいて、単一ブロックの intrinsic な強度を明らかにする。(3) 結晶塑性有限要素法を用いて、単一ブロックの引張挙動が再現できるよう各種パラメータの最適化を行う。(4) 一つのパケット(複数のブロックから構成される)から切り出したマイクロ試験片を準備し、変形挙動、機械的性質に及ぼす要素間の方位、境界の影響明らかにするとともに、(5) 結晶塑性有限要素シミュレーションにおいて、その変形挙動が再現できるシミュレーション手法を確立させる。最後に上記の結果を総合的に勘案し、マルチスケールシミュレーションへの展開の可能性について検討する。

### 4. 研究成果

(1) ラスマルテンサイトの各階層組織に対するマイクロ引張試験技術の確立

試料には全面ラスマルテンサイト組織とした低炭素鋼を用いた。この試料より、厚さ 20  $\mu\text{m}$  の薄片を機械研磨及びコロイダルシリカを用いた研磨により作製し、電子線後方散乱回折(EBSD)を用いて構成組織を同定した後、集束イオンビーム加工機(FIB)により、1つのパケットから図1に示すような微小試験片切り出した。このように作製したマイクロ試験片に対して、本研究室で開発したマイクロ材料試験機を用いて引張試験を行った。その結果、ラスマルテンサイトを構成する階層的な組織の引張試験に成功した。このことは、本マイクロ試験機を用いることで、ラスマルテンサイトの階層的組織要素の機械的性質を明らかにできることを示している。

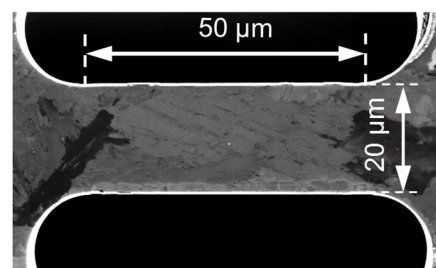


図1 ラスマルテンサイトから切り出したマイクロ引張試験片

(2) 単一ブロック試験片のマイクロ引張試験

ラスマルテンサイトの最小組織要素はラスであるが、ほぼ同一方位のラスを含むブロックが機械的性質を支配する最小単位と考えられる。そこで、単一のブロックから微小試験片を切り出

し、引張試験を行った。なお、試験片の作製にあたっては、すべり面と晶癖面を考慮して、引張方位を変えた3種類の試験片を準備した。

引張試験片の方位と各試験片における応力-ひずみ曲線を図2に示す。引張方位と晶癖面の方向によって、変形挙動が大きく変化し、晶癖面が引張方位と45度をなす試験片(図2中のSB1)で降伏応力、引張強度が低くなり、引張方向が晶癖面と平行になると降伏応力、引張強度とも高くなったが、伸びは大きく減少した。このように、降伏挙動、変形挙動は晶癖面方位に強く依存していた。また、すべりトレースからすべり面を特定し、臨界分解せん断応力(CRSS)を算出すると、晶癖面内すべりのCRSSは363MPaとなり、面外すべりのCRSSである533MPaより低いことが明らかとなった。このようにラスマルテンサイトのブロックでは、変形挙動に大きな異方性が存在した。また、マルテンサイトも一つのブロック内では大きく塑性変形することも判明した。このように、マルテンサイトラスから構成されるブロックのintrinsicな強度ならびに変形挙動を世界で初めて明らかにすることができた。

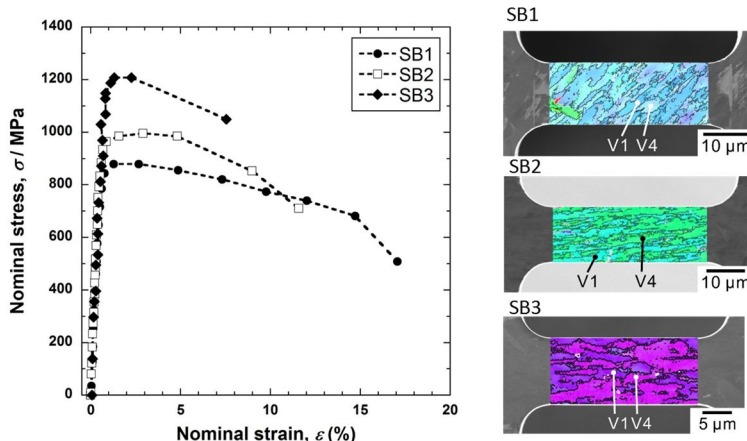


図2 単一ブロック組織から切り出したマイクロ試験片の組織と応力-ひずみ曲線

### (3) 単一ブロック試験片の結晶塑性有限要素シミュレーション

上記のように一つのブロックがラスマルテンサイトの力学物性を支配する因子であることが推定できたが、この結果をもとに、マルチスケール的な展開を図るためには、シミュレーションを活用する必要がある。本研究では、すべりによる塑性変形を精度良く再現できるシミュレーション法として、結晶有限要素法の適用を試みた。

まず、図3に示すようなメッシュ要素を作製し、マイクロ引張試験で得られた応力-ひずみ曲線を再現できるように、構成式で使用する各種パラメータの最適化を行った。最適化したパラメータを用いて、方位の異なるモデル結晶について引張試験を行った結果を図4に示す。いずれの方位においても、実験結果を精度良く再現できており、単一ブロック試験片については、変形挙動をシミュレーションのみによって再現可能であることが確認できた。

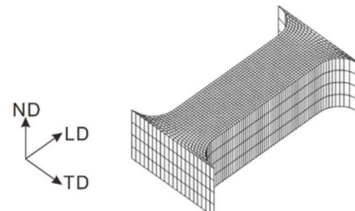


図3 結晶塑性有限要素法で用いたメッシュ

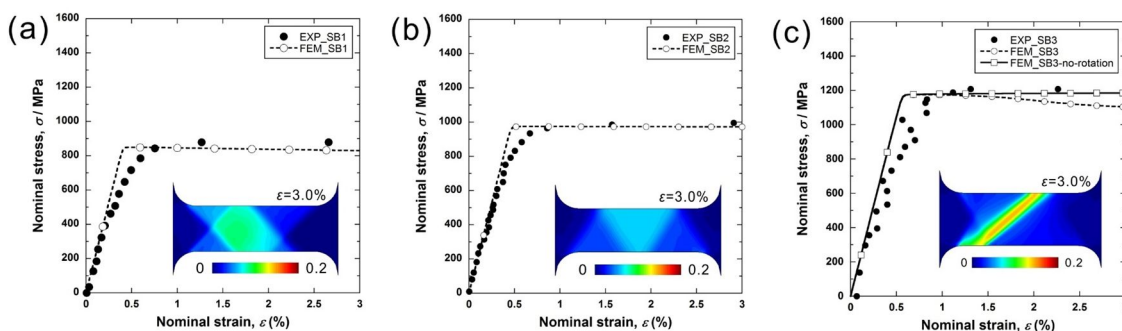


図4 結晶塑性有限要素シミュレーションで得られた単一ブロック試験片の応力-ひずみ曲線 (a) SB1、(b) SB2、(c) SB3

### (4) 単一パッケージ(複数ブロック)試験片に対するマイクロ引張試験

上記のように、単一のブロックについて、力学特性の評価及びそのシミュレーションを行うことが可能になった。ラスマルテンサイトは、その階層構造として、パッケージ、旧オーステナイト粒界があり、マルチスケール的な展開を図るため、その第一段階として、複数ブロックから構成される試験片(単一パッケージ試験片)について、変形挙動を調査した。

最初に、上記の(2)と同様に全面マルテンサイトとした試験片の一つのパッケージの中から複数のブロックを含むマイクロ引張試験片をEBSD、FIBを用いて切り出した。また、試験片の方位として、単一ブロック試験片と同様に、ブロック境界面(晶癖面)が引張方向に対して45度のものと、引張方向が平行になるものの2種類を準備した。この試験片に対してマイクロ引張試験

を行った。その結果を図5に示す。単一ブロック試験片と同様に、試験片の方位によって変機挙動に違いがあり、引張方位をブロック境界面と45度にした試験片の方が、ブロック境界を引張方位と平行にした試験片に比べて降伏強度、引張強度とも低下していた。すべり線のトレース解析より、引張方位をブロック境界に対して45度にした試験片では、ブロック境界に平行、すなわち晶癖面に平行な面内すべりが活動していた。一方、ブロック境界が引張方向と平行な試験片では、ブロック境界を横切る面外すべりが活動していた。面外すべりが活動する場合、すべりはブロック境界を横切って進む必要があり、このために変形が阻害され、引張強度が上昇したものである。

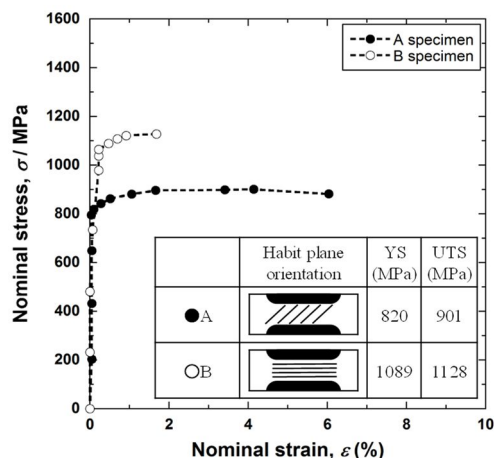


図5 単一パケット試験片における応力-ひずみ曲線

(5) 単一パケット(複数ブロック)試験片の結晶塑性有限要素シミュレーション

次に、上記のような変形挙動及びその異方性が、ブロックの力学特性に基づいた有限要素シミュレーションで再現できるかどうかを検討した。シミュレーションの手法は、上記の(3)と同様で、用いたパラメータは単一ブロック試験片の場合と同じとした。シミュレーションの結果を図6に示す。方位を変えた試験片の変形挙動を再現できていることが確認できた。また、ブロック境界を45度とした試験片に対して、試験片表面のすべり帯の発達とシミュレーションの結果を比較したところ、実験結果を精度良く再現できていることが確認できた。

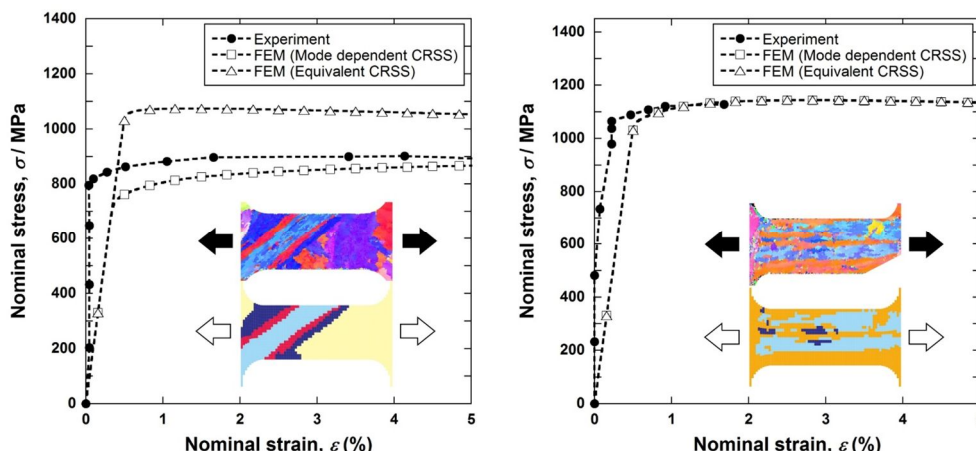


図6 単一パケット試験片に対する結晶塑性有限要素シミュレーションの結果

(6) 成果のまとめと今後の展望

上記のように、本研究で開発した結晶塑性有限要素シミュレーションを用いることで、階層的微視構造を有するラスマルテナイトの基本組織要素であるブロックの機械的性質を求めることができた。また、ブロックの力学特性がわかれば、それらを組み合わせた構造であるパケットの機械的性質及びその複合体の機械的性質を再現できることがわかった。今後は、この手法を拡張することにより、複数パケットから構成される旧オーステナイト粒及びその複合体であるバルクのマルテナイト組織材の機械的性質を解明することが可能となる。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文](計11件)

Y. Mine, S. Katashima, R. Ding, P. Bowen, K. Takashima: Fatigue crack growth behaviour in single-colony lamellar structure of Ti-6Al-4V, Scripta Materialia, Vol. 165, 2019, pp. 107-111.  
DOI: 10.1016/j.scriptamat.2019.02.029

Y. Htwe, K. Kwak, D. Kishi, Y. Mine, R. Ding, P. Bowen, K. Takashima: Anisotropy of < a > slip behaviour in single-colony lamellar structures of Ti-6Al-4V, 2 Materials Science and Engineering A, Vol. 715, 2018, 315-319.  
DOI: 10.1016/j.msea.2018.01.013

D. Kishi, T. Mayama, Y. Mine, K. Takashima: Crystallographic study of plasticity and grain boundary separation in FeCo alloy using small single- and bi-crystalline specimens, Scripta Materialia, Vol. 142, 2018, pp. 1-5.

DOI: 10.1016/j.scriptamat.2017.08.012

S. Ueki, Y. Mine, K. Takashima: Crystallographic study of hydrogen-induced twin boundary separation in type 304 stainless steel under cyclic loading, Corrosion Science, Vol. 129, 2017, pp. 205-213.

DOI: 10.1016/j.corsci.2017.10.013

Y. Mine, N. Horita, Z. Horita, K. Takashima: Effect of ultrafine grain refinement on hydrogen embrittlement of metastable austenitic stainless steel, International Journal of Hydrogen Energy, Vol. 42, pp. 15415-15425.

DOI: 10.1016/j.ijhydene.2017.04.249

Y. Mine, R. Maezono, T. Mayama, J. Wu Jing, Y. L. Chiu, P. Bowen, K. Takashima: Plasticity and crack extension in single-crystalline long-period stacking ordered structures of Mg<sub>85</sub>Zn<sub>6</sub>Y<sub>9</sub> alloy under micro-bending, Journal of Alloys and Compounds, Vol. 718, 2017, pp.433-442.

DOI: 10.1016/j.jallcom.2017.05.192

Y. Mine, S. Nakamichi, K. Koga, K. Takashima, O. Kraft: Deformation Behaviour of Nano-Twinned Single Crystals of an Fe-19Cr-16Ni Austenite Alloy, Materials Science and Engineering A, Vol. 675, 2016, pp. 181-191

DOI: 10.1016/j.msea.2016.08.059

K. Kwak, T. Mayama, Y. Mine, K. Takashima: Anisotropy of Strength and Plasticity in Lath Martensite Steel, Materials Science and Engineering A, Vol. 674, 2016, pp. 104-116.

DOI: 10.1016/j.msea.2016.07.047

K. Kwak, T. Mayama, Y. Mine, K. Takashima: Micro-Tensile Behaviour of Low-Alloy Steel with Bainite/Martensite Microstructures, ISIJ International, Vol. 56, 2016, pp. 2313-2319.

DOI: 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2016-393

T. Ito, Y. Mine, M. Otsu, K. Takashima: Strain Measurement of Micrometre-Sized Structures under Tensile Loading by using Scanning White-Light Interferometry, Materials Transactions, Vol. 57, 2016, pp. 1252-1256.

DOI: 10.2320/matertrans.MG201616

高島和希、峯 洋二、大津雅亮：マイクロスケールにおける材料特性評価、塑性と加工：56巻、2015、pp. 840-844.

DOI: 10.9773/sosei.56.840

[学会発表](計 15 件)

K. Takagi, T. Mayama, Y. Mine, K. Takashima: Micromechanical characterization of long-period stacking ordered phase-based Mg alloy single crystals, 2018 Materials Research Society Fall Meeting, 2018.11.25-30, (Boston, U. S. A.)

池部由樹子、峯 洋二、高島和希：Ti-6Al-4V ラメラ合金単一コロニーにおける疲労き裂伝播の結晶方位依存性、日本金属学会 2018 年秋期講演大会、2018.9.19-21、東北大学(仙台市、宮城県)

K. Takagi, K. Kyuma, Y. Mine, J. Wu, Y. L. Chiu, K. Takashima: Micro-shear deformation behaviour of long-period stacking ordered phase single crystals in Mg<sub>85</sub>Zn<sub>6</sub>Y<sub>9</sub> alloy, The 6th International Indentation Workshop, 2018.7.1-6, (Sapporo, Hokkaido)

峯 洋二、松村卓哉、森戸茂一、高島和希：極低炭素鋼ラスマルテンサイトにおける疲労き裂進展機構の結晶学的考察、日本金属学会 2018 年春期講演大会、2018.3.19-21、千葉工業大学(習志野市、千葉県)

郭 光植、峯 洋二、高島和希、Rengen Ding, P. Bowen: Ti-6Al-4V の<a>すべりの結晶方位依存性、日本金属学会 2017 年秋期講演大会、2017.9.6-8、北海道大学(札幌市、北海道)

松崎悠弥、郭 光植、眞山 剛、峯 洋二、高島和希：Ti-6Al 4V 単一コロニーにおけるマイクロ引張挙動、日本金属学会 2017 年秋期講演大会、2017.9.6-8、北海道大学（札幌市、北海道）

松村卓哉、峯 洋二、高島和希：Fe-0.24mass%C 焼入れ鋼における疲労き裂進展挙動、日本金属学会 2017 年秋期講演大会、2017.9.6-8、北海道大学（札幌市、北海道）

Y. Mine, T. Matsumura, K. Takashima: Crystallographic orientation dependence of fatigue crack growth in lath martensite of carbon steel, FiMPART2017, 2017.7.10, (Bordeaux, France)

Y. Mine, K. Kwak, T. Mayama, K. Takashima: Microtensile behaviour of lath martensite structures in medium carbon steels, FiMPART2017, 2017.7.10, (Bordeaux, France)

S. Ogata, T. Mayama, Y. Mine, K. Takashima: Crystal Plasticity Finite Element Analysis of Micro-Tensile Behaviour of Dual-Phase Steel Subjected to Pre-Straining, THERMEC' 2016, 2016.5.29, (Graz, Austria)

Y. Mine, T. Matsumura, S. Ueki, K. Takashima: Anisotropic Plasticity and Crystallographic Fatigue Crack Growth in Lath Martensite structures of Carbon Steel, THERMEC' 2016, 2016.5.29, (Graz, Austria)

K. Kwak, T. Mayama, Y. Mine, K. Takashima: Microtensile Testing of Single Block Structures of Lath Martensite Steel, THERMEC' 2016, 2016.5.29, (Graz, Austria)

T. Matsumura, Y. Mine, K. Takashima: 2016: Crystallographic Fatigue Crack Growth Behaviour in Lath Martensite Structures of Carbon Steel, Materials Science and Engineering Congress 2016 (MSE2016), 2016.9.27, (Darmstadt, Germany)

K. Kawashima, Y. Mine, K. Takashima: Characterization of martensitic stainless steel containing retained austenitic phase by microtension testing, 2015 MRS Fall Meeting, 2015.11.30-12.4, (Boston, U. S. A.)

郭 光植、峯 洋二、高島和希：ベイナイト/MA 組織鋼におけるマイクロ引張挙動の結晶塑性解析、日本鉄鋼協会 170 回秋季講演大会シンポジウム、2015.9.16-18、九州大学伊都キャンパス（福岡県・福岡市）

K. Kwangsik, Y. Mine, K. Takashima: Micromechanical characterisation of lath martensite microstructure in steel, 17th International Conference on the Strength of Materials (ICSMA17), 2015.8.9-14, (Bruno, Czech Republic)

〔その他〕

ホームページ等

<http://www.msre.kumamoto-u.ac.jp/~sentan/>

## 6 . 研究組織

### (1)研究分担者

研究分担者氏名：峯 洋二

ローマ字氏名：MINE, Yoji

所属研究機関名：熊本大学

部局名：大学院先端科学研究部

職名：教授

研究者番号（8桁）：90372755

研究分担者氏名：眞山 剛

ローマ字氏名：MAYAMA, Tsuyoshi

所属研究機関名：熊本大学

部局名：大学院先端科学研究部

職名：准教授

研究者番号（8桁）：40333629

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。