

平成 30 年 5 月 2 日現在

機関番号：24506

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2014～2017

課題番号：26289264

研究課題名(和文) TRIP効果の最大活用法の確立

研究課題名(英文) Establishment of procedures to obtain the maximum TRIP effect

研究代表者

土田 紀之(Tsuchida, Noriyuki)

兵庫県立大学・工学研究科・准教授

研究者番号：90382259

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,900,000円

研究成果の概要(和文)：TRIP型複合組織鋼を用いて、残留オーステナイトの有効利用による最大のTRIP効果について検討した。温度とひずみ速度を大きく変化させた引張試験、常温での引張試験中のその場中性子回折実験を行い、加工誘起変態挙動と各相の寄与について議論した。本実験では、これまでに定量的な議論が難しかった加工誘起マルテンサイト相の結果を初めて整理した。また、引張試験とは異なる様式での加工誘起変態挙動を調査するために、荷重一定クリープ試験を行い、引張試験よりも加工誘起変態しやすいことを示した。基礎データを元に、常温の引張試験結果と比べて1.5倍の均一伸びが得られる条件を示し、その時の加工誘起変態挙動を明らかにした。

研究成果の概要(英文)：The maximum TRIP effect due to the effective use of retained austenite was studied by using a TRIP steel. Tensile tests with a wide range of temperature and strain rate were conducted. In situ neutron diffraction experiments during tensile deformation were performed to discuss the deformation-induced transformation behavior and the contribution of each phase to flow stress. We can make clear the results of deformation-induced martensite which was difficult to show quantitatively for the first time. Room-temperature creep tests under constant load were also conducted using the TRIP steel. The volume fractions of deformation-induced martensite at a given true strain obtained from constant load creep tests were larger than those from tensile tests. Based on the experimental results from several viewpoints, the test condition and deformation-induced transformation behavior to obtain the uniform elongation 1.5 times as large as that at 296 K can be clarified.

研究分野：鉄鋼材料

キーワード：鉄鋼 TRIP効果 強度 延性

1. 研究開始当初の背景

TRIP (Transformation Induced Plasticity) 効果を利用した鉄鋼材料として、低合金鋼より作製した TRIP 型複合組織鋼が自動車用鋼板を中心に利用されている。この TRIP 型複合組織鋼は、残留オーステナイト体積率が約 10% と少なく、フェライト、ベイナイトなどからなる複合組織であるため、変形挙動についての定量的な整理が難しい。TRIP 効果の定量的評価としては、「応力-ひずみ関係におよぼす「加工誘起マルテンサイト変態挙動」と「応力分配」のふたつの影響の整理が最重要課題である。

TRIP 効果に関するこれまでの報告を見ると、例えば引張試験において優れた延性が得られる際、最高荷重点近傍でもオーステナイトが残存する場合が多い。これは、TRIP 効果による延性向上にはまだ可能性が残されていることを意味する。つまり、TRIP 効果の活用についてはまだ不十分な点もあり、TRIP 効果利用による機械的特性向上については進歩できる可能性が高い。そのための現実的な条件を明らかにすることができれば、TRIP 効果に関する新たな知見が得られ、今後の TRIP 鋼の開発や利用拡大に繋がることが期待できる。

2. 研究の目的

本申請課題では「TRIP 効果の最大の活用法」に着目する。TRIP 型複合組織鋼を対象に、以下について検討する。

1. 引張試験とその場合中性子回折実験を中心とする実験とモデル計算により、TRIP 効果による延性向上のメカニズムを明らかにする。
2. 最大の延性(均一伸び)が期待できる温度・ひずみ速度をはじめとする変形条件を調査する。ここでは、最大の均一伸びとして、常温での引張試験で得られた均一伸びの 1.5 倍以上の延性向上を目標とする。
3. 2. で得られた結果から、最大の延性が得られるときの条件について定量的議論を行う。

3. 研究の方法

本研究では、0.2C 鋼 (0.2C, 1.5Si, 1.2Mn (mass%)) より作製した TRIP 型複合組織鋼 (0.2C TRIP 鋼) を用いた。本 0.2C TRIP 鋼は真空溶解後、熱間圧延と冷間圧延により作製した厚さ 2.2 mm の板材を、オーステナイト単相域まで加熱し、オーステンパー処理を行った。その後、両面を 2 mm ずつ研削し最終厚さは 1.8 mm とした。この試料は、光学顕微鏡と SEM-EBSD を用いて、組織観察を行った。

0.2C TRIP 鋼を用いて、試験温度とひずみ速度を変えて引張試験を行った。温度依存性については、材料より平行部長さ 25 mm、平行部幅 5 mm の平板引張試験片を作製した。これらはギア駆動式引張試験機を用いて、試験温度を変えてひずみ速度 $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ にて引張試験を行った。この時、試験温度は液体窒素、恒温槽、加熱炉を用いて 77 K から 573 K の間で行った。また、ひずみ速度依存性については、既に実施したデータを利用したが、その方法について簡

単に説明しておく。まず温度依存性を調査した場合と同じ試験片を用いて、296 K にてひずみ速度を $3.3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ から $3.3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の間で変化させ引張試験を行った。それ以上のひずみ速度における引張試験においては、平行部長さ 6 mm、平行部幅 2 mm の平板試験片を作製し、検力ブロック試験機を用いて同じく 296 K にて、 10^0 s^{-1} から 10^3 s^{-1} での高速引張試験を行った。

荷重一定クリープ試験は、シングル型クリープ試験機を用いて、室温 ($295 \pm 3 \text{ K}$) にて行った。この時、平行部幅 5 mm、平行部長さ 25 mm の平板試験片を作製し、荷重条件は 402 から 731 MPa の範囲で行った。荷重一定クリープ試験は、試験後約 300 時間経過したところで中断した。中断した試験片を用いて、X 線回折実験により残留オーステナイトと加工誘起マルテンサイト体積率を測定した。

引張試験および荷重一定クリープ試験中のその場合中性子回折実験は、日本原子力研究開発機構、J-PARC のビームライン匠において行った。平行部幅 6 mm、平行部長さ 55 mm の平板試験片を作製し、匠に設置した引張試験機に取り付けた。引張試験は、常温、ひずみ速度 $1.8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ の条件で行い、荷重一定クリープ試験は荷重条件 719 MPa、試験時間は 10 時間とした。測定結果のプロファイル解析は、解析ソフト (Z-Rietveld) を用いて行い、加工誘起マルテンサイト体積率の変化に加えて、相ひずみと格子ひずみの変化を整理した。

4. 研究成果

(1) 引張試験による基礎データの構築

研究の方法でも述べたように、本研究では試験温度 77 から 573 K、ひずみ速度が $3.3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ から 10^3 s^{-1} の間で引張試験を実施した。一部報告済みのデータも含まれるが、上記の実験データから 0.2C TRIP 鋼の引張特性の温度、ひずみ速度依存性について整理を行った。その結果、強度については温度低下またはひずみ速度増加により増大した。一方で、延性、特に均一伸びについては、常温 (296 K) 付近でもっとも良い値が得られた。これらの機械的特性の変化については、残留オーステナイトからの加工誘起マルテンサイト変態が関係しており、数種類の温度、ひずみ速度条件での加工誘起変態挙動の調査も実施した。

(2) 常温引張試験中のその場合中性子回折実験

その場合中性子回折実験からは、引張試験中の各ピーク情報の変化を追いかけることで、各結晶粒に対する格子ひずみ、各相に対する相ひずみ、そして、引張試験中の加工誘起変態挙動 (残留オーステナイトと加工誘起マルテンサイト体積率の変化) を解析した。中でも、加工誘起マルテンサイトに関する情報は、その結晶構造が母相のフェライトと非常に似ているため、区別が難しく、これまでその区別が困難であった。本実験では、J-PARC の中性子ビームと「匠」を利用し、試験片の連続変形中に中性子回折できる手法を開発した。世界最高レベルの J-PARC の

高強度中性子源と高分解能の匠解析装置が使
 えたことで、これまで困難であった加工誘起マル
 テンサイトの結果の整理を可能とした。

その場中性子回折実験結果から、変形量が約
 20%での回折データから、フェライトとマルテン
 サイトを分離でき、各相の挙動を解析できた。さ
 らに、マルテンサイト相の平均格子ひずみを求め
 る、その値から加工誘起マルテンサイトの応力を
 初めて得た。その大きさはフェライトやオース
 テナイトの応力より3~4倍大きく、2~3 GPaの
 大きさであることがわかった。また、オーステ
 ナイトの体積率は変形とともに徐々に減少し、加
 工誘起マルテンサイトに变化した。TRIP鋼の炭素
 量の違いは加工誘起変態による強度変化に影
 響しないとこともわかった(図1)。

本実験で得られた各構成相の応力と体積率
 の結果から、各相の全体の強度への寄与を計
 算したところ、オーステナイトはフェライトより
 硬いので、変形初期では寄与が大きく、その後、
 加工誘起変態して体積率が小さくなることで、寄
 与が減少することがわかった。一方で、加工誘
 起マルテンサイトは相の応力が一番大きい
 が、変形の初期段階では体積率は非常に少ない
 ため、全体への寄与は小さいが、変形が進み、
 加工誘起マルテンサイトの応力が大きくなると
 ともに、体積率も増加し、TRIP鋼の強化への寄
 与が相乗的に増大したことがわかった。引張変
 形とともに小さくなった残留オーステナイトの
 寄与は、加工誘起変態したマルテンサイト体積
 率の増加で十分に補われたことがわかった。

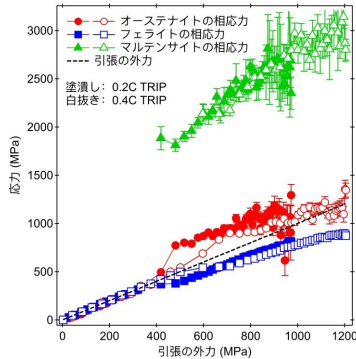


図1 中性子回折実験で得られた
 外力に対する各相の応力

(3) 荷重一定クリープ試験結果

本実験では、10以上の荷重条件で試験を行
 い、時間に対する公称ひずみ、ひずみ速度の
 変化や加工誘起変態挙動を調査した。荷重条
 件増加に従い、同じ時間における公称ひずみ
 は大きくなり、引張強さとほぼ同じ荷重条件
 731MPaでは負荷して1時間以内で破断した
 (図2)。公称ひずみの変化は、試験開始後約8
 時間でほぼ停滞した。これは固溶炭素による動
 的ひずみ時効の影響であると考えられる。同じ
 ひずみにおける加工誘起マルテンサイト体積率
 は、荷重一定クリープ試験の方が大きく、引張
 試験よりも加工誘起変態しやすいことがわか
 った。優れた延性を得るためには引張試験時
 よりも安定で、高ひずみ域で活発に加工誘起
 変態することが重要な条件であることがわか
 った。

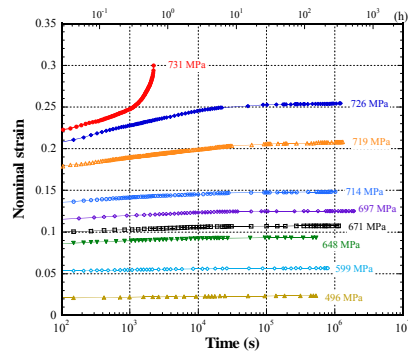


図2 0.2C TRIP鋼の荷重一定クリープ試験で
 得られた時間に対する公称ひずみの変化

荷重一定クリープ試験と引張試験での加工誘
 起マルテンサイト体積率の違いを議論するため、
 その場中性子回折実験で得られた各相にかか
 る相ひずみの大きさを比較した。図3に、この
 時の対数時間に対するオーステナイト相とフェ
 ライト相の相ひずみの変化を示す。ここで、オ
 ステナイト相はTRIP鋼における残留オーステ
 ナイト、フェライト相は母相組織であるフェラ
 イト-ベイナイト組織の結果をそれぞれ示して
 いる。試験を開始して約30秒間にいずれの相
 ひずみも増加していた。さらにこの30秒間の
 相ひずみの増加は、フェライトよりもオース
 テナイト相の方が大きいという結果が得られ
 た。図3には、引張試験で同じ応力まで負
 荷された時の相ひずみも示している。フェラ
 イト相についてはどちらもほぼ同じ値であ
 ったのに対して、オーステナイト相の相ひ
 ずみは引張試験よりも荷重一定クリープ試
 験の方が大きいという結果が得られた。相ひ
 ずみは、各相の格子定数の変化から計算した
 ひずみであり、この相ひずみから相に作用
 している応力を計算できる。相ひずみが大き
 いと、その相にかかっている応力も大きい。
 つまり、同じ荷重条件まで負荷した際にオ
 ステナイト相にあたる残留オーステナイト
 組織にかかる応力の大きさは、荷重一定ク
 リープ試験の方が大きいことがわかる。加
 工誘起変態挙動の考え方では、オーステナ
 イト相にかかる応力が変態率と関係してい
 るという式が報告されている。残留オース
 テナイトへの応力が大きいと加工誘起変態
 率は大きくなり、加工誘起マルテンサイト
 体積率も増加する。以上より、荷重一定ク
 リープ試験の方が加工誘起マルテンサイ
 ト体積率が大きかった理由として、引張試
 験よりも残留オーステナイトにかかる応
 力の大きさが大きかったことが挙げられ
 る。

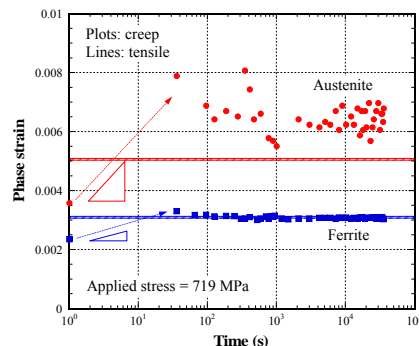


図3 荷重一定クリープ試験中の時間に対する
 各相の相ひずみ

(4) 温度変化試験による均一伸び向上

TRIP鋼の均一伸びの決定に重要な役割を担っている、残留オーステナイト組織の加工誘起変態を大きく変化させることを目的とし、引張試験中に試験温度を変える実験を行った。

まず、373K でひずみを約 15%加えた後、296K 以下の種々の温度で引っ張った場合、温度一定での引張試験結果と比較したところ、引張強さに違いはなかったが、均一伸びは温度を変化させると 5~10%程向上した。このような試験では、均一伸びは向上したものの、目標とする常温での均一伸びの 1.5 倍には到達できなかった。

次に、2 段階で温度を変えた際の引張試験結果から、1.5 倍の均一伸びが得られなかった理由を整理し、引張試験中に連続的に温度を低下させる実験を行った。その結果、図 4 に示すように常温の 1.5 倍以上の均一伸びが得られることを明らかにした。本実験結果の再現性も確認した上で、この時の加工誘起変態挙動を中性子回折実験により調査した。

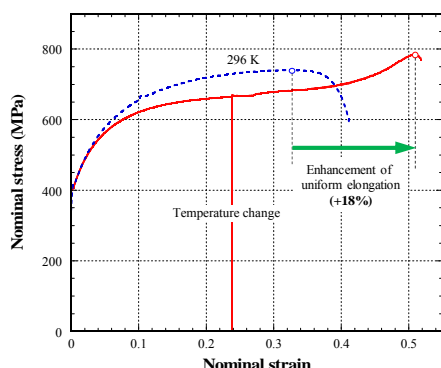


図 4 温度変化引張試験で得られた公称応力-ひずみ曲線

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 8 件)

N. Tsuchida, N. Nagahisa and S. Harjo, Room-temperature Creep Tests under Constant Load on a TRIP-aided Multi-microstructure Steel, *Materials Science and Engineering A*, 査読有, 700, 2017, pp. 631-636. DOI: 10.1016/j.msea.2017.06.049.

S. Harjo, N. Tsuchida, J. Abe and W. Gong, Martensite Phase Stress and the Strengthening Mechanism in TRIP steel by Neutron Diffraction, *Scientific Reports*, 7, 2017, 15149, DOI: 10.1038/s41598-017-15252-5

土田紀之, 大倉誠史, 田中孝明, 田路勇樹, 1GPa 級 TRIP 型複合組織鋼の高速引張変形挙動, *鉄と鋼*, 103, 2017, pp. 600-608.

DOI: <http://dx.doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2017-044>

土田紀之, 上野秀平, 井上忠信, 超微細粒

鋼の塑性加工限界までの真応力-ひずみ関係におよぼす試験片サイズの影響, *日本機械学会論文集*, Vol.83, No.847, 2017, DOI:10.1299/transjsme.16-00315

N. Tsuchida, T. Inoue, H. Nakano, T. Okamoto, Enhanced True Stress-True Strain Relationships due to grain Refinement of a Low-carbon Ferrite-Pearlite Steel, *Materials Letters*, 160, 2015, pp. 117-119.

N. Tsuchida, H. Nakano, T. Okamoto and T. Inoue, Effect of Strain Rate on True Stress-True Strain Relationship of Ultrafine-grained Ferrite-Cementite Steels up to the Plastic Deformation Limit, *Materials Science and Engineering A*, 626, 2015, pp. 441-448.

土田紀之, ステファヌス・ハルヨ, 大貫貴久, 友田陽, 鉄鋼材料の応力-ひずみ曲線, *鉄と鋼*, 100, 2014, pp. 1191-1206.

N. Tsuchida, T. Kawahata, E. Ishimaru and A. Takahashi, Effects of Temperature and Strain Rate on Tensile Properties in a Lean Duplex Stainless Steels, *ISIJ International*, 54, 2014, pp. 1971-1977.

(学会発表)(計 8 件)

N. Tsuchida, S. Okura, T. Tanaka, Y. Toji, Effect of Strain Rate on Mechanical Properties of a 1GPa-grade TRIP-aided multi-microstructure steel, *TMS2018*, 2018. N. Tsuchida and S. Harjo, TRIP Effect in a Constant Load Creep Test at Room Temperature, *International Conference on Martensitic Transformations (ICOMAT 2017)*, 2017.

土田紀之, ステファヌス・ハルヨ, TRIP 型複合組織鋼の常温での荷重一定クリープ試験中のその場中性子回折実験, *日本鉄鋼協会 第 173 回春季講演大会*, 2017.

土田紀之, 大倉誠史, 1GPa 級 TRIP 型複合組織鋼の高速引張変形挙動, *日本鉄鋼協会 第 173 回春季講演大会*, 2017.

N. Tsuchida, S. Ueno and T. Inoue, Effect of specimen size on stress-strain relationship in ultrafine-grained steels, *NANO2016*, 2016.

土田紀之, 永久直, TRIP 型複合組織鋼の常温における荷重一定クリープ試験, *日本鉄鋼協会 第 171 回春季講演大会*, 2016.

N. Tsuchida, R. Bajo, E. Ishimaru, M. Kawa, S. Tsuge, Tensile deformation behavior of a metastable austenitic 18Cr-6Ni-0.2N steel, *Processing and Fabrication of Advanced Materials XXIV (PFAM24)*, 2015.

土田紀之, SUS316L 鋼の TRIP/TWIP 効果, *日本鉄鋼協会 第 170 回秋季講演大会*, 2015.

(図書)(計 0 件)

(産業財産権)

出願状況(計 0 件)

[その他]
ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

土田紀之(TSUCHIDA, Noriyuki)
兵庫県立大学・大学院工学研究科・准教授
研究者番号: 90382259

(2) 研究分担者

ステファヌス・ハルヨ(STEFANUS, Harjo)
日本原子力研究開発機構・J-PARC センター・研究副主幹
研究者番号: 40391263

友田陽(TOMOTA, Yo)
物質・材料研究機構・NIMS 特別研究員
研究者番号: 90007782

(3) 連携研究者

なし

(4) 研究協力者

なし