

平成 30 年 6 月 7 日現在

機関番号：12601

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15H04151

研究課題名(和文) 高強度-高延性を両立する高配向性マルテンサイト組織の創成

研究課題名(英文) Development of highly oriented martensite microstructure for enhanced high strength and high ductility combination

研究代表者

井上 純哉 (Inoue, Junya)

東京大学・先端科学技術研究センター・准教授

研究者番号：70312973

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,600,000円

研究成果の概要(和文)：次世代の超高強度鋼の高延性化を実現する上では、マルテンサイトの最大の弱点であるひずみの局所化現象を抑制する新たな指導原理の構築が必要である。本研究では、まず組織制御の観点から、高配向性マルテンサイト組織という新たな組織を実現する、Ms勾配を利用した組織制御が可能であることを明らかにした。次いで力学的観点から、マルテンサイト組織で顕著に現れるひずみの局所化現象を引き起こすメカニズムの詳細を明らかにした。

研究成果の概要(英文)：For the development of next generation advanced high strength steels, a new technology to suppress strain localization phenomena usually observed in martensite at an early stage of deformation is indispensable. In the present study, highly oriented martensite microstructure is proposed as one of the solutions, and clarified that new method using Ms gradient is one of the effective measures to realize such microstructures. In addition, the mechanism of early strain localization was also clarified from the combination of in-situ and cross-sectional observations of slip bands.

研究分野：金属材料強度学

キーワード：ラスマルテンサイト バリエーション選択 局所変形挙動 フェーズフィールド

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 などの第一世代の高強度鋼(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 より遥かに少ない希少合金元素の添加で実現する、第三世代 AHSS の開発が世界的な関心を集めている。一般に第三世代 AHSS の基本設計指針は、第一世代 AHSS と同様に、強度向上を担うマルテンサイト相と、延性向上を担うオーステナイト相の複相化にある。第一世代との大きな違いは、**Quenching and Partitioning** などの新たなプロセスを用いることで、従来の組織では各相がブロック状に点在していたのに対し、複数の相が微細にかつ連続的に層状に配列したマイクロ組織を形成させることに注力しているところにある。しかし、この様な新たなコンセプトに基づくマイクロ組織を用いても、力学特性の飛躍的な向上は実現できておらず、特に延性に関しては僅かな改善しか実現できていないのが現状である。

この延性の改善が不十分となる原因の一つにマルテンサイト相の強い塑性異方性が考えられる。そのため、研究代表者らはマルテンサイトの塑性変形能を最大限に利用することを目指し、マルテンサイト相の局所的な塑性変形挙動の詳細を、SEM-EBSP を用いたその場観察により明らかにしてきた。その結果、マルテンサイト相自体は 50%を超える大きな塑性変形を担うことが出来るものの、そのすべり系の活動は、同様の結晶構造を持つフェライト相とは大きく異なり、組織の幾何学的な異方性と相関を持った、極めて強い異方性を持つことを示してきた。例えば低炭素鋼の場合、マルテンサイト相は扁平な板状結晶から構成されるが、個々の板状結晶の結晶方位は、板面が四つのバーガースベクトルのうち二つと平行となる様に配向している。塑性変形で主に活動するすべり系は、バーガースベクトルが板面に平行なもののみとなっており、その強い塑性異方性のため、マルテンサイト相は多結晶体が塑性変形するための von Mises 条件を満たさず、低いひずみレベルから粒界近傍にひずみの局所化が発生する可能性を有している。

このような塑性異方性に起因する問題を回避する最も有効な手段として考えられるのが、集合組織の制御である。von Mises 条件とは、全ての結晶粒が完全にランダムに配向した場合の条件であり、多くの結晶粒が同様の方位に配向した場合、その条件は大幅に緩和される。実際、常温では $\langle a \rangle$ すべりしか活動せず、塑性異方性が極めて強いマグネシウム合金では、鑄造ままの完全にランダムな方位を持った組織よりも、ある程度底面配向した組織を持つ圧延材の方が大きな延性を示す。

一方で、マルテンサイト相の集合組織制御に関しては、SEM-EBSP を用いた近年の研究により、母相オーステナイト粒と生成するマルテンサイト晶の結晶方位関係の詳細が明らかになりつつある。例えば研究代表者らは、マルテンサイト変態中に応力や、温度勾配/組成勾配を負荷することにより、特定の方位を持ったマルテンサイト晶が優先的に生じることを明らかにしており、焼入熱処理中の外部応力や温度/組成勾配の負荷により、マルテンサイト相の集合組織の制御が十分に可能であることを示唆している。

2 研究の目的

以上の背景のもと、本研究では、マルテンサイト相の高延性化を実現する手段として、高配向性マルテンサイト組織の実現を目指したマルテンサイト相の集合組織制御の構築、さらには次世代の高強度鋼の強化相として不可欠なマルテンサイト組織の飛躍的な延性向上を可能にするメカニズムの解明を目指した。

3 研究の方法

上記目的を実現するため、本研究では以下の3点の研究開発を重点的に行った。

- 1) 組成勾配下でのバリエーション選択則の解明
- 2) マルチフェーズフィールド法を用いたオーステナイト塑性緩和現象の解明
- 3) ラスマルテンサイトにおけるひずみ局所化現象の解明

以下に各項目の研究方法を記す。

3. 1. 組成勾配下でのバリエーション選択則の解明

ここではまず、C 濃度が 0.15% で Ni 濃度が 22% と 30% の 2 つの異なる鋼を拡散接合し、拡散対を作成した。その後、拡散対を 1200°C で様々な時間加熱保持することで、Ni 組成の勾配が異なる様々な試料を作成した。ここで、22%Ni 鋼と 30%Ni 鋼の Ms 点はそれぞれ 114°C と -22°C であるため、Ni 組成の勾配により Ms 点の勾配が与えられることになる。その後、試料を 1000°C まで再加熱後に急冷することで、マルテンサイト組織を生成させた。得られた試料の観察面を鏡面研磨した後、光学顕微鏡及びEBSD解析を実施した。また、オーステナイト中マルテンサイト近傍に形成される塑性緩和領域でのすべり系の活動を明らかにするため、Wilkinson法を用いたひずみ解析も同時に行った。

3. 2. マルチフェーズフィールド法を用いた塑性緩和領域の解明

マルテンサイト変態のシミュレーション手法としては、一般にマルチフェーズフィールド(MPF)法が広く用いられている。特に任意の組織形態に対し、変態ひずみから応力場や各種ひずみ分布を求め、弾性ひずみエネルギーを求める微視的弾性論を用いて計算されることが多い。一方で観察された各すべり系の活

動を計算するためには、結晶塑性を考慮したMPF法を用いることが必要不可欠である。ここでは、結晶塑性モデルとして以下の現象論的モデルを用いて、各種すべり系の活動を検討した：

$$\dot{\gamma}^{(\alpha)} = \dot{\gamma}_0^{(\alpha)} \operatorname{sgn}(\tau^{(\alpha)}) |\tau^{(\alpha)} / g^{(\alpha)}|^{\frac{1}{m}}$$

すなわち、各すべり系のひずみ増分は、各すべり系にかかる分解せん断応力の1/m乗に比例するというモデルである。

3. 3. ラスマルテンサイトにおけるひずみ局所化現象の解明

ここではまず、Fe-0.002%C-14%Ni と Fe-0.2%C-14%Ni の炭素量が異なる2種類の板材をSUS316の板材の両面に熱間圧延で接合し、サンドウィッチ型の試験片を作成した。さらに引張試験片を切り出し、1000°Cで2分間高温保持後に急冷することで表面層にラスマルテンサイト組織を得た。この試験片の表面を鏡面研磨することで、表面に形成された脱炭層を除去した。その後、その場引張試験により、試験片表面でのすべり帯の形成をその場観察した。すべり帯の断面観察は、FIBを用いて切り出した試料に対し、高解像度透過型電子顕微鏡を用いて行った。

4 研究成果

4. 1. 組成勾配下でのバリエーション選択則

図1に1200°Cで30時間保持した試料で観察された、Ni勾配中でのマルテンサイト組織の組成勾配下での方位解析の結果を示す。組成勾配のない領域ではほぼランダムに様々なバリエーションが形成されているが、組成勾配のある領域では徐々に特定のバリエーション（赤色）が選択されていくことが分かる。また、選択されるバリエーションは、主にラスの長手方向が組成勾配の方向に近いバリエーションが選ばれていることが分かる。図3に1200°Cで5時間保持した試料で観察された組成勾配内のマルテンサイト組織を示す。この場合、Ni組成の勾配は30時間保持材よりも急峻となるが、30

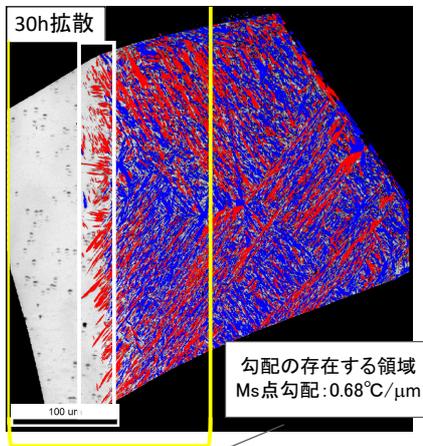


図1 Ni組成勾配中に形成したマルテンサイト組織 (1200°C30h保持)

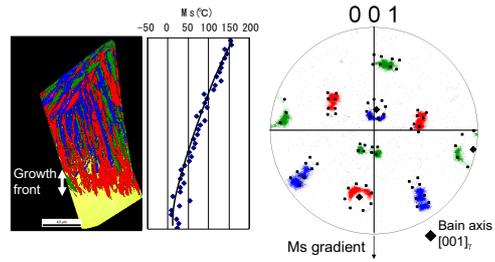


図3 Ni組成勾配中に形成したマルテンサイト組織 (1200°C5h保持)

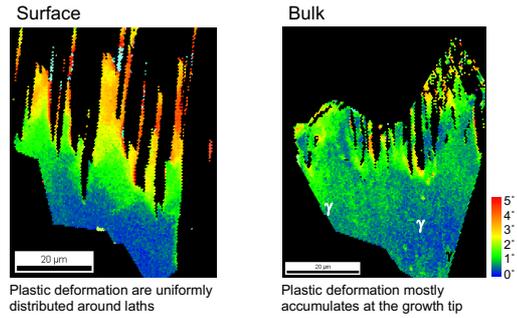


図4 マルテンサイトの成長端近傍の母相オーステナイト中の塑性変形
左：試料表面，右：試料内部

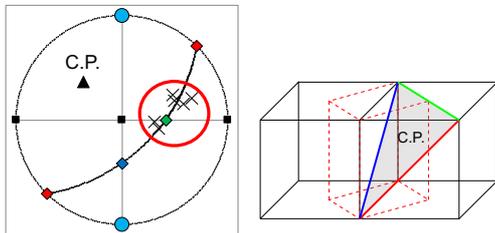
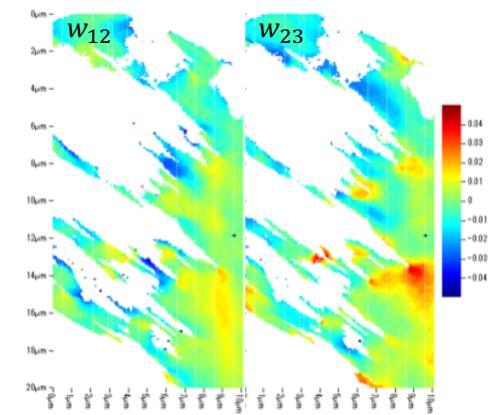


図5 Wilkinson法により求めた母相オーステナイト中の結晶回転の分布 (上) 成長端近傍での回転軸とすべり系 (下)

時間保持材と同様に長手方向が組成勾配の方向に近いバリエーションが優先的に形成しており、特に成長端では単一バリエーションとなっていることが分かる。一方で、図4に成長端近傍の母相オーステナイトから取得したKAM値の分布を示す。試料表面と試料内部でのKAM値の

分布を表しているが、特に試料内部の分布から分かるように、塑性変形は成長端近傍に集中していることが分かる。図5にはWilkinson法により求めた結晶回転の分布と、成長端近傍での結晶回転の回転軸を示す。回転軸は全て晶癖面のトレース上に乗っており、マルテンサイトの成長端では、主に晶癖面に対して平行に近いバーガースベクトルを持つすべり系が顕著に活動していることが示唆された。

4. 2. マルチフェーズフィールド法を用いた塑性緩和領域の解明

まず、結晶塑性を考慮しないMPF法において、回転楕円体のマルテンサイト相の向きと弾性ひずみエネルギーの関係を計算した。ベイン変形がオーステナイトの $[100]$ 方向と平行な場合、弾性ひずみエネルギーが最小になる状態は $(\bar{7}55)$ 面上に回転楕円体がある状態であった。これは、ラスマルテンサイトの晶癖面と一致する。また、この条件では、マルテンサイト組織は板状に成長していく様子が観察された。これは、Ni-Al合金において、マルテンサイト組織が成長するにつれ組織が板状の形態をとることがエネルギーを最小にするという過去の報告と一致する。また、オーステナイトの $(\bar{7}55)$ 面上で板が成長することが明らかになった。

次に塑性ひずみを考慮したMPF法において、塑性変形の発生領域の検討を行った。図6にマルテンサイト晶近傍の塑性変形領域における主な活動すべり系の分布を示す。Wilkinson法から推定されたすべり系である、晶癖面に対して平行に近いバーガースベクトルを持つすべり系が主に活動することがMPF法によっても確認された。これらのすべり系は、図5に示すように、マルテンサイト変態後のマルテンサイトにおいても、ベイン対応から考慮して存在しうるすべり系であることから、組成勾配下でマルテンサイト変態が一方へ進む場合に観察されたバリエーション選択に大きな影響を与えていると考えられる。

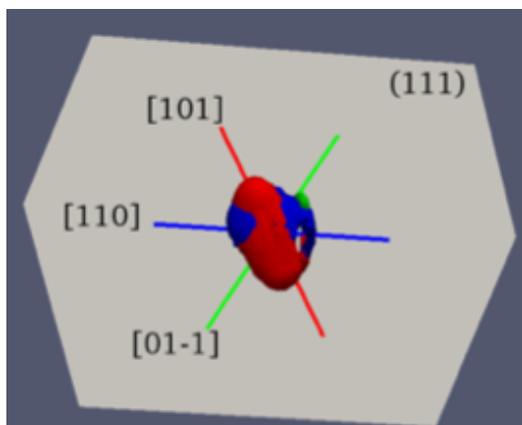


図6 マルテンサイト近傍のオーステナイト中に形成した塑性変形領域。
赤： $[101]$ が活動。青： $[110]$ が活動

4. 3. ラスマルテンサイトにおけるひずみ局所化現象の解明

図7に極低炭素鋼と低炭素鋼でその場観察中に生じたすべり帯とFIB試料の取り出し位置を示す。また、図8にすべり帯の断面の高解像度像を示す。極低炭素鋼では、低ひずみ域からブロックの長手方向に平行なシャープなすべり帯が形成された。一方で低炭素鋼においては、ブロック長手方向に平行なすべり帯が形成されたが、極低炭素鋼ほど顕著ではなく、寧ろ10%以上の高ひずみ域でブロック境界やパッケージ境界でひずみの不連続性に起因すると考えられる褶曲したすべり帯が顕著に形成された。また、断面試料の観察からも、極低炭素のすべり帯はブロック境界におけるすべりであることが判明した。また、結晶回転からも、塑性変形は主に界面すべりにより生じていることが判明した。一方で低炭素鋼ではすべり帯は界面すべりではなく、ブロック境界近傍でのひずみの不一致により形成されていることが明らかになった。また、極低炭素鋼では界面すべりが観察された境界には明確なフィルム状のオーステナイトは発見されなかった。一方で低炭素鋼では、ラス境界やブロック境界にフィルム状のオーステナイトが残留していたが、これらの境界では界面すべりの痕跡は全く見られなかった。以上より、極低炭素鋼ではマルテンサイトの延性は界面すべりによりもたらされ、結果としてブロック境界等におけるひずみの蓄積は生じないのに対し、低炭素鋼ではマルテンサイトの延性は格子すべりによりもたらされていることが明らかになった。そのため、低炭素鋼では格子すべりの異方的な活動により、プロ

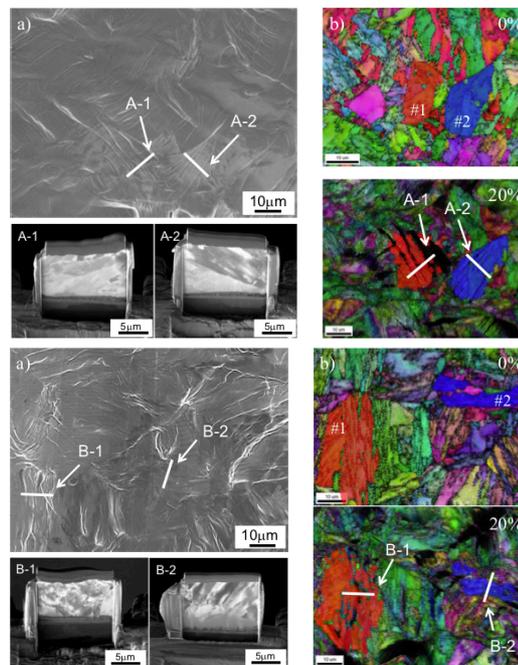


図7 その場観察中に生じたすべり帯とFIB試料の切り出し位置。
上：極低炭素鋼，下：低炭素鋼

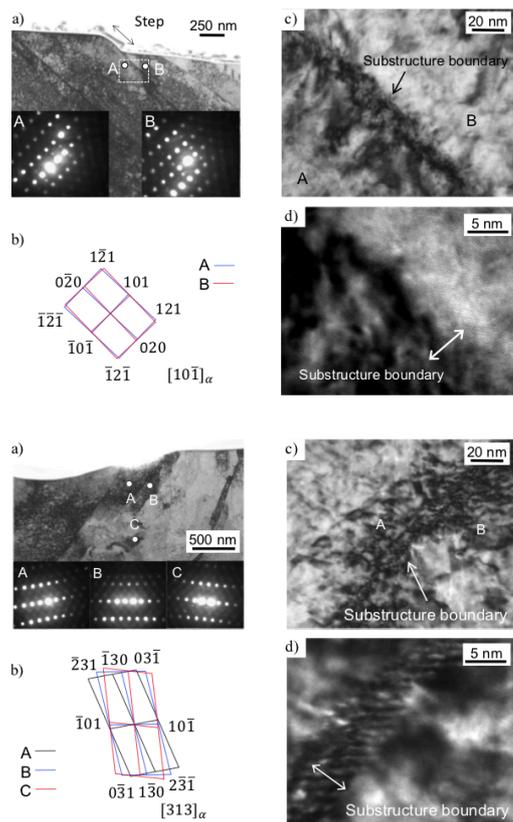


図8 すべり帯の断面写真

上：極低炭素鋼，下：低炭素鋼

ック境界におけるひずみの堆積を引き起こしていると考えられた。

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 9 件)

- ① Cao, R; Yu, X; Feng, Z; Ojima, M; Inoue, J; Koseki, T, “Effect of Annealing Temperature and Time on Microstructure and Mechanical Properties of Multilayered Steel Composite Sheets”, Metallurgical and Materials Transactions A, 47A (2016) 6042-6055
- ② Niino, T; Inoue, J; Ojima, M; Nambu, S; Koseki, T, “Effects of Solute Carbon on the Work Hardening Behavior of Lath Martensite in Low-Carbon Steel”, ISIJ International, 57 (2017) 181-188
- ③ 小島真由美・城鮎美・鈴木裕士・井上純哉, 「放射光 X 線回折法を用いた積層型高強度鋼板におけるマルテンサイト層の局所変形挙動評価」, 材料, 66 (2016) 420-426
- ④ S. Nambu, Y. Takizawa, M. Ojima, J. Inoue, and T. Koseki, “Crystallographic Analysis of Transformation Behavior of Acicular Ferrite from B1-type Compounds in Steels”, ISIJ

International, 57 (2017) 1246-1251

- ⑤ Y. Aoki, J. Inoue, Y. Kagawa, “A simple method for measurement of shear delamination toughness in environmental barrier coatings”, Science & Coating Technology, 321 (2017) 213-218
- ⑥ A. Sadeghi, J. Inoue, N. Kyokuta, T. Koseki, “In situ deformation analysis of Mg in multilayer Mg-steel structures”, Materials and Design, 119 (2017) 326-337
- ⑦ A. Sadeghi, N. Kyokuta, J. Inoue, T. Koseki, “Effect of initial texture and microstructure of Mg on mechanical properties of Mg - Stainless steel laminated metal composites”, Materials Characterization, 127 (2017) 171-178
- ⑧ S. Ito, H. Nagao, T. Kasuya, J. Inoue, “Grain growth prediction based on data assimilation by implementing 4DVar on multi-phase-field model”, Science and Technology of Advanced Materials, 18 (2017) 857-868
- ⑨ H. Kim, J. Inoue, “Prediction of Ac-3 and Martensite Start Temperatures by a Data-driven Model Selection Approach”, ISIJ International, 57 (2017) 2229-2236

[学会発表] (計 10 件)

- ① J. Inoue, “Multi phase field study of plastic accommodation in austenite matrix during the formation of lath martensite”, MS&T 2016, Oct. 24 (2016), Utah, USA
- ② J. Inoue, “Plastic Accommodation in Austenite Matrix during the Formation of Lath Martensite in Fe-Ni alloy”, MSE2016, Sep. 27 (2016), Darmstadt, Germany
- ③ J. Inoue, “Deformation Behavior of Lath Martensite in Low-Alloyed Steel during Large Tensile Elongation”, PRICM9, Aug. 3 (2016), 国立京都国際会館 (京都)
- ④ J. Inoue, “Mechanical Behavior of Multilayered Metallic Composite”, PRICM9, Aug. 2 (2016), 国立京都国際会館 (京都)
- ⑤ 井上純哉 「低炭素マルテンサイトの変形と破壊」, 材料と破壊シンポジウム (2016)
- ⑥ J. Inoue, “Microstructure and Toughness of Fe-Zn intermetallic coatings of galvanealed steel sheet”, Galvatech 2017
- ⑦ J. Inoue, A. Sadeghi, T. Koseki, “Multilayered Mg/Stainless Steel Composite Sheet”, IUMRS 2017
- ⑧ S. Komine, J. Inoue, “In-situ

measurement of surface relief induced by ferrite plate formation in low carbon steel by digital holographic microscope”, MRS Fall Meeting, 2017

- ⑨ 井上純哉, A. Sadeghi, 南部将一, 小関敏彦, 「低炭素ラスマルテンサイト鋼の変形局所化に及ぼす非シュミット則の影響」, 日本鉄鋼協会秋季講演大会, 2017
- ⑩ S. Komine, J. Inoue, “In-situ 3D measurement of surface relief induced by phase transformation in low carbon steel by digital holographic microscope”, TMS 3DMS, 2018

〔図書〕 (計 0 件)

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

〔その他〕

ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

井上 純哉 (イノウエ ジュンヤ)
東京大学・先端科学技術研究センター
・准教授

研究者番号：70312973

(2) 研究分担者

小島真由美 (オジマ マユミ)
東京大学・工学系研究科・助教

研究者番号：80569799

(2017年5月31日転出により削除)