

令和 3 年 5 月 26 日現在

機関番号：14401

研究種目：若手研究

研究期間：2019～2020

課題番号：19K15279

研究課題名(和文) 高強度鋼板の局所変形と加工誘起相変態の統一的理解

研究課題名(英文) Unified understanding of local deformation and deformation induced transformation for high strength steel

研究代表者

山下 享介 (Yamashita, Takayuki)

大阪大学・接合科学研究所・助教

研究者番号：20829080

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)：中Mn鋼に対してDIC法によるひずみ分布測定と赤外線サーモグラフィによる温度測定を用いた局所変形の同定手法を組み合わせた引張変形中その場中性子回折法を行い、局所変形中のオーステナイト( )の加工誘起相変態挙動の明確化を試みた。本研究で用いた中Mn鋼は局所変形を生じた後に非常に大きな加工硬化を示した。局所変形が中性子回折の測定領域を通過した際に多くの が方位によらず相変態していた。局所変形により多くの は相変態してしまうため、局所変形後にはほとんど強度は担わなくなるが、生成したマルテンサイトが強度と加工硬化に大きく寄与していた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究を通して得られた結果は、中Mn鋼の複雑な変形挙動とそれに対する加工誘起相変態挙動の影響を理解していく上での基礎的な知見として資するものである。また、引張変形中その場中性子回折法に局所変形の同定法を組み合わせた本研究の手法は、中Mn鋼に限らず、局所変形中に生じる変形挙動や相変態挙動を解明するための強力なツールとなり得るため、中性子科学や鉄鋼材料学の今後の発展に寄与できると考える。

研究成果の概要(英文)：Deformation induced martensitic transformation behavior of austenite in medium Manganese steels during local deformation was investigated using in situ neutron diffraction during tensile test combined strain distribution measurement by digital image correlation and temperature measurement by infrared-ray thermography. The test steels showed local deformation after yielding and high work hardening rate. The most of austenite transformed to martensite regardless of their orientation with the passage of local deformation. After local deformation, austenite has almost no contribution to the strength due to the decrease in the phase fraction. The stress contribution of deformation induced martensite become large at later stage of deformation, thus the martensite may contribute to enhance the work hardening rate of the test steel.

研究分野：鉄鋼材料学

キーワード：中性子回折 加工誘起変態 リューダース変形 TRIP効果 高強度鋼板 加工硬化 結晶方位 応力分配

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、研究者個人に帰属します。

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

自動車用高強度鋼は、衝突時の安全性の向上と軽量化による低燃費化への要求を満たすため、優れた機械的特性が求められる。その中でも、鋼中の準安定な面心立方構造のオーステナイト( )が変形中に硬質な体心立方構造または体心正方構造のマルテンサイト( ' )へと相変態する現象(加工誘起相変態)を利用した鋼は、優れた強度と延性を実現するために注目されている。この鋼の優れた強度と延性には、加工誘起相変態による ' の生成に伴う強度の増大と変態誘起塑性(Transformation induced plasticity: TRIP)効果による延性の改善が大きく寄与している。この TRIP 効果を有効活用した鋼は TRIP 鋼と呼ばれ、構成相や添加元素量の違いからいくつもの種類が存在する。特に、マンガン(Mn)を 5~10 mass%程度添加した中 Mn 鋼は次世代高強度鋼板として期待されている。TRIP 効果の発現には、変形中に ' が ' へと「いつ」・「どの程度」相変態するかが重要となる。中 Mn 鋼では、変形中に断続的に生じる局所変形と加工誘起相変態挙動には関係があることが報告されている。しかしながら、局所変形により導入される巨視的な応力やひずみが、中 Mn 鋼の各構成相の応力とひずみ、結晶方位変化に対して及ぼす影響を検討して加工誘起相変態挙動を議論した例はほとんどなく、局所変形中に生じた ' が中 Mn 鋼の強度と延性の発現に対する役割は不明である。これは、加工誘起相変態は変形中に生じる現象であるため、その場観察が最も適した測定手法であるものの、従来その場観察で用いられる装置では測定領域内で局所変形が「いつ」生じたかを同定することができないためである。そこで、加工誘起相変態をその場観察する上で最も強力な手法の一つである引張変形中その場中性子回折法を行いながら、局所変形の同定も同時に実施できる試験環境を実現することで、局所変形が加工誘起相変態挙動に及ぼす影響を正確に評価でき、 ' が中 Mn 鋼の強度と延性に対して果たす役割を明確化できると考え、本研究に着手した。

### 2. 研究の目的

本研究では、引張変形中その場中性子回折測定を実施しながら、試験片表面を CCD カメラおよび赤外線サーモグラフィ(Infrared-ray thermography: IRT)を用いて測定することで、デジタル画像相関(Digital image correlation: DIC)法によるひずみ分布変化と温度変化により中性子回折の測定領域において生じた局所変形挙動の同定を試みた。そして、引張変形中その場中性子回折法により得られたデータを解析し、変形中の 量、各構成相の応力や結晶方位の変化を得ることで、中 Mn 鋼の優れた強度に対する各構成相の寄与や TRIP 効果や ' の役割、局所変形と加工誘起相変態挙動の関係の明確化を目指して本研究を実施した。

### 3. 研究の方法

供試材として 1.3 mm 厚の 0.15C-0.44Si-4.95Mn-0.046Nb 鋼 (in mass%)を用いた。熱処理前の微細組織はフェライト( )と ' で構成されていた。この鋼を + 二相域の温度範囲である 660 , 675 , 685 で 1200 s 間保持した後に空冷することで、母相中に第 2 相として ' が存在する微細組織を形成させた。熱処理温度の異なる各試料をそれぞれ、660 材、675 材、685 材と呼称する。引張変形中その場中性子回折法は茨城県東海村にある大強度陽子加速器施設 J-PARC の物質・生命科学実験棟(MLF)内に設置された工学材料回折装置 TAKUMI にて実施した。TAKUMI 所有の引張試験機に CCD カメラと IRT を取りつけることで、中性子回折の測定領域において生じた局所変形を DIC 法によるひずみ分布変化および試験片表面の温度変化から同定できる環境を整備した。引張変形中その場中性子回折試験は弾性域では段階的に荷重を上げていき、任意の荷重で 300 s 保持した。塑性変形の開始前から初期ひずみ速度  $1.3 \times 10^{-5}$  /s で室温(25 )にて実施した。引張試験前から引張強度付近までに得られたデータを中性子回折パターンの統計精度を考慮して 300 s で時分割した。時分割したデータは粉末回折データ解析ソフトウェア「Z-Rietveld」を用いて解析し、相分率、 $hkl$  結晶粒群の平均の格子定数と半値全幅、各ピークの相対積分強度比を得た。得られた格子面間隔から格子ひずみと相応力を算出するとともに、各構成相の強度に対する担う応力を求めた。

### 4. 研究成果

図 1 に引張試験前の引張軸方向に対して平行な方向>Loading direction: LD)および垂直な方向(Normal direction: ND)の回折パターンの一例として 660 材の結果を示す。LD および ND の回折パターンが大きく異なることから、非常に強い集合組織を形成していることが見て取れる。特に、引張軸方向に 110- および 111- が強く配向している。この傾向は

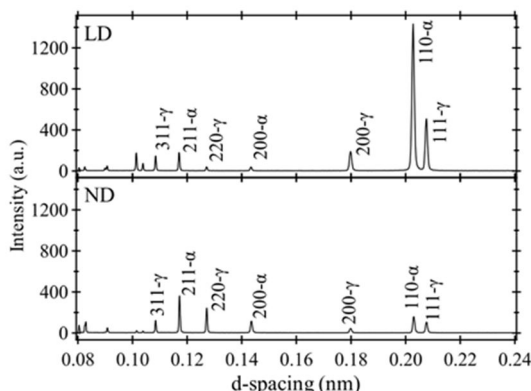


図 1 660 材の変形前の LD 方向と ND 方向の回折パターン

660 材に限らず、いずれの試料でも見受けられた。相分率の算出は集合組織の影響を極力低減するために LD および ND の各方向から得られた値の平均値を用いた。変形前の量は 660 材、675 材、685 材でそれぞれ 45.3%、47.4%、47.7% であり、熱処理温度が高くなるほど量は増加していた。

図 2(a) に引張試験により得られた各試料の公称応力 - 公称ひずみ曲線を示す。また、図 2(b) に図 2(a) の降伏直後に生じた局所変形領域を拡大したものを示す。いずれの鋼も弾性変形後、Lüders 変形と称される局所変形を示した。Lüders 変形後では著しい加工硬化を示した後に破断していた。熱処理温度のわずかな違いで降伏強度は大きく異なっていた。引張強度はいずれの鋼も大差はなく約 1400 MPa であった。全伸びは熱処理温度の最も低い 660 材で 14% を示し、熱処理温度の最も高い 685 材では 8.5% 程度で塑性不安定に至らず早期破断を呈した。660 材および 675 材では、加工硬化中に応力変動(図 2(a) 中の黒矢印)が複数回生じていた。この応力変動は Portevin-Le Chatelier (PLC) バンドと称される局所変形によるものである。

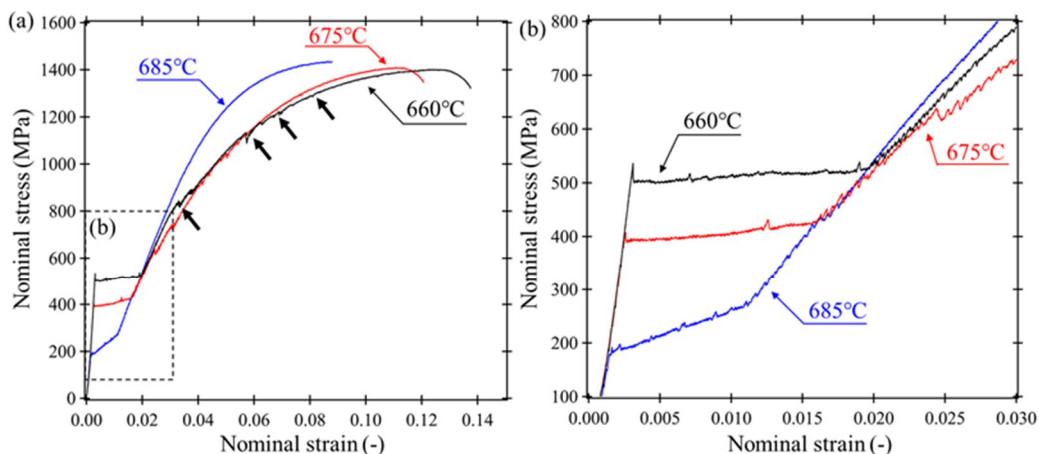


図 2 中 Mn 鋼(660 材, 675 材, 685 材)の(a)公称応力 - 公称ひずみ曲線と(b)局所変形領域の拡大図

図 3 に公称応力 - 公称ひずみ曲線の形態に違いのあった 660 材および 685 材の変形中の量と公称応力の変化を測定時間に対してプロットしたものを示す。660 材では、弾性域から Lüders 変形の開始後まで量はわずかな減少は見受けられるもののほとんど変化していなかった。しかし、Lüders 変形中に量は 10% 程度まで著しく減少した。これは、中性子回折の測定領域において Lüders 変形が生じたタイミングと合致していることから、Lüders 変形の通過により大きなひずみが導入されたことで変態が生じたと考えられる。Lüders 変形後では、量は変形の進行とともに徐々に減少しており、は TRIP 効果として延性の向上に寄与していると示唆される。685 材では降伏後、量は徐々に減少していた。Lüders 変形が中性子回折の測定領域を通過することで、660 材と同様に著しく減少したが、Lüders 変形の通過後に 660 材とは異なり、量は定常とならず、は生じず、その後変形中に著しい減少を示した。その後、変形の進行とともに量は徐々に減少しており、660 材と同様には TRIP 効果として寄与していると示唆される。

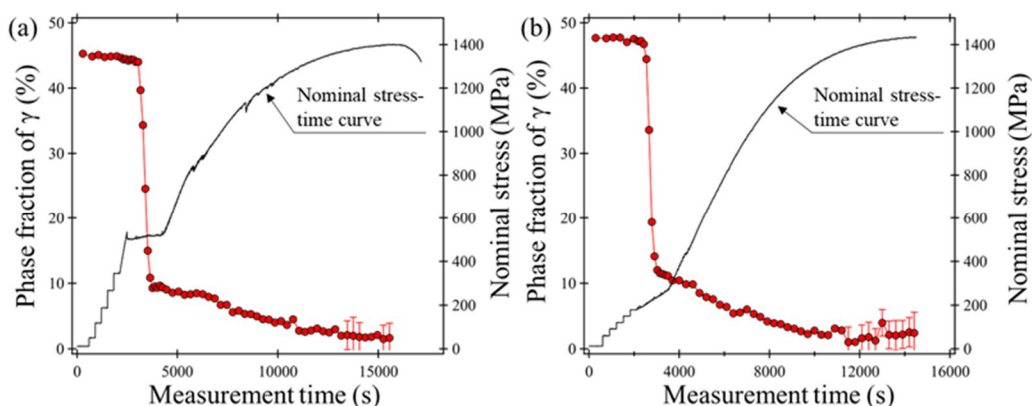


図 3 (a)660 材および(b)685 材の測定時間に対する量と公称応力の変化

次に局所変形中のの変形挙動に着目する。660 材の  $-hkl$  結晶粒群の格子ひずみと相対積分強度比の測定時間に対する変化を図 4(a) および図 4(b) にそれぞれ示す。の  $hkl$  結晶粒群間における格子ひずみの大小関係は弾性異方性を反映したものとなっていた。すなわち、200- が最も大きく、111- が最も小さい。降伏後、格子ひずみはほとんど変化しなくなる。しかし、

Lüders 変形が生じることで方位によらず の格子ひずみは減少する。その後、200- や 111- の格子ひずみは再び増加に転じていた。今後、Lüders 変形中に引張試験を一時停止し、Lüders 変形帯の前後で 量や格子ひずみはどのようになっているかをマッピングすることで、局所変形と の加工誘起相変態挙動の関係をより明瞭にできると予測される。  $-hkl$  結晶粒群の相対積分強度比は弾性域から Lüders 変形が生じる前まではほとんど変化しないが、Lüders 変形が中性子回折の測定領域を通過した後では方位によらず各  $hkl$  結晶粒群の相対積分強度比は低下していた。典型的な TRIP 鋼では、 の変形に対する安定性にその結晶方位が影響することが報告されている。本研究の中 Mn 鋼では、いずれの試料においても Lüders 変形後に 311- が他の方位と比較してわずかに高い相対積分強度比を示す傾向が見受けられた。そのため、Lüders 変形に伴う加工誘起相変態においても の変形に対する安定性にその結晶方位が影響している可能性が示唆された。

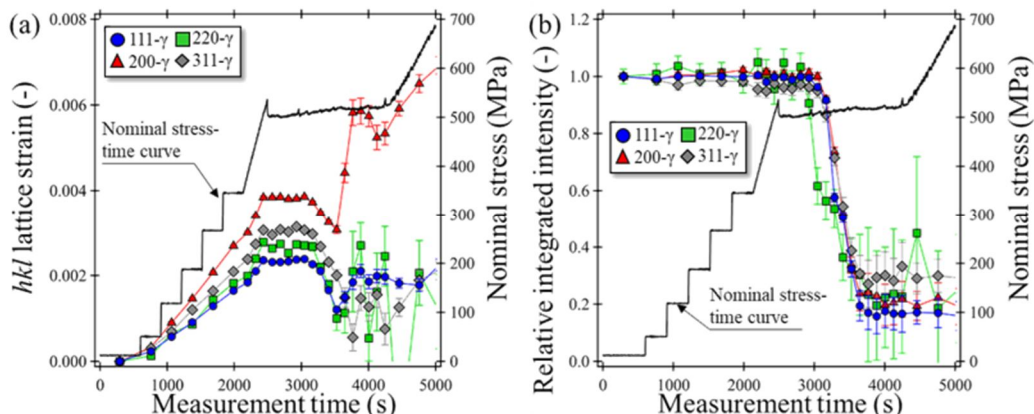


図 4 660 材における  $-hkl$  結晶粒群の測定時間に対する (a) 格子ひずみと (b) 相対積分強度比の変化

図 5(a)および図 5(b)に 660 材の印加応力に対する相応力の変化と強度に対する各構成相の担う応力をそれぞれ示す。変形の進行に伴い、母相および の平均の格子定数を得ることが困難となったため、最も平均的な格子定数の変化を示す 211- および 311- を用いて相応力を算出した。また、 の相応力は変形前の格子定数が得られないことから、構成相ごとの相応力と相分率を掛け合わせたものの和が巨視的な応力と等しくなるという力の釣り合い条件を用いて算出した。また、各構成相の担う応力とは相分率の重み付きの相応力である。母相の相応力は変形の進行とともに負荷応力に対して増大していた。一方、 の相応力は Lüders 変形中に大きく減少した。その後、印加応力の増大に対して増加した。Lüders 変形後の母相と の印加応力に対する相応力の増加の割合は同程度であるように見受けられる。一方、 は印加応力の増大に対し著しい増加を示した。次に各相の強度に対する担う応力に着目する。母相とは Lüders 変形の途中まで同程度の応力を担っていた。しかし、Lüders 変形により 量が著しく減少するため、Lüders 変形後では はほとんど強度に寄与していない。母相は Lüders 変形後では付与ひずみの増大に伴い若干担う応力は増加していた。 は Lüders 変形中に生成し、Lüders 変形中では の代わりに応力を担っていた。Lüders 変形後では、付与ひずみの増加に対して の担う応力は著しく増加していく。このことから、本研究で用いた中 Mn 鋼では、 は Lüders 変

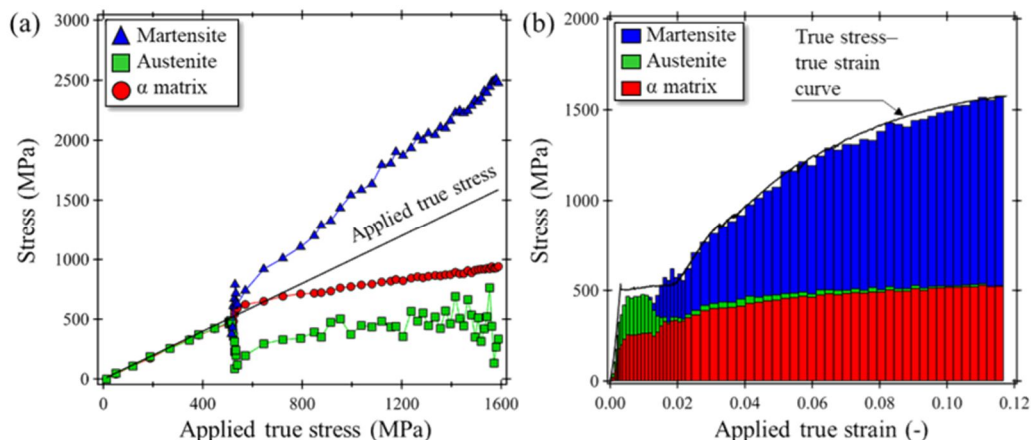


図 5 660 材の (a) 印加応力に対する相応力の変化と (b) 強度に対する各構成相の担う応力

形中に多くが変態してしまい、強度へ寄与しなくなるが、加工誘起相変態により生じた  $\alpha'$  が高い強度と著しい加工硬化に主に寄与することが見出された。

変形中の相応力や相分率、結晶方位の変化を調べる上で最も優れた手法の一つである引張変形中その場中性子回折法に局所変形を同定する手段を組み合わせた本研究手法は、これまで中 Mn 鋼に限らず測定が困難であった局所変形中の変形挙動や相変態挙動の解明に向けた強力なツールとなり得る。そして、本研究により得られた結果は、中 Mn 鋼の複雑な変形挙動と加工誘起相変態挙動の関係を解明する上での基礎的な知見として資するものである。今後の展望としては、局所変形と加工誘起相変態の各挙動の関係のより詳細に踏み込むためには、試験温度やひずみ速度を変化させることが有効であると考えられる。そのため、極低温環境下やより高いひずみ速度における引張変形中その場中性子回折法に DIC 法や IRT を組み合わせた試験環境を整備していきたい。

#### < 引用文献 >

- 梶田浩和, 北原周, 橋本俊一: 鉄と鋼, 104(2018), pp. 274-283.
- T. Yamashita, N. Koga, and O. Umezawa: ISIJ Int., 58(2018), pp. 1155-1161.
- S. Harjo, T. Kawasaki, N. Tsuchida, S. Morooka, and W. Gong: ISIJ Int., 61(2021), pp. 648-656.
- S. Harjo, N. Tsuchida, J. Abe, and W. Gong: Sci. rep., 7(2017), p. 15149
- T. Yamashita, S. Morooka, S. Harjo, T. Kawasaki, N. Koga, O. Umezawa: Scripta Mater., 177(2020), pp. 6-10.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Yamashita Takayuki, Morooka Satoshi, Harjo Stefanus, Kawasaki Takuro, Koga Norimitsu, Umezawa Osamu	4. 巻 177
2. 論文標題 Role of retained austenite in low alloy steel at low temperature monitored by neutron diffraction	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Scripta Materialia	6. 最初と最後の頁 6~10
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.scriptamat.2019.10.002	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Yamashita Takayuki, Tomono Shohei, Morooka Satoshi, Harjo Stefanus, Kawasaki Takuro, Nameki Tatsuya, Koga Norimitsu, Umezawa Osamu	4. 巻 33
2. 論文標題 Stress Partitioning Behavior of Duplex Alloys Consisting of BCC and FCC Phases at Low Temperature	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 JPS conference proceedings	6. 最初と最後の頁 011064-1-6
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.7566/JPSCP.33.011064	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

〔学会発表〕 計6件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 1件）

1. 発表者名 山下享介, ハルヨステファヌス, 諸岡聡, 古賀紀光, 梅澤修
2. 発表標題 準安定オーステナイトを含む低合金鋼の低温引張変形中その場中性子回折
3. 学会等名 第53回X線材料強度に関するシンポジウム
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 T. Yamashita, S. Tomono, S. Morooka, S. Harjo, T. Kawasaki, T. Nameki, N. Koga, O. Umezawa
2. 発表標題 Stress partitioning behavior of duplex alloys consisting of BCC and FCC phases at low temperature
3. 学会等名 The 3rd J-PARC symposium (J-PARC2019) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 山下享介, ハルヨステファヌス, 川崎卓郎, 諸岡聡, ゴンウー
2. 発表標題 Fe-Ni合金母相オーステナイトの格子定数の変化に及ぼすマルテンサイト変態の影響
3. 学会等名 日本鉄鋼協会 第179回春季講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 山下享介, ハルヨステファヌス, 諸岡聡, 川崎卓郎, 古賀紀光, 梅澤修
2. 発表標題 残留オーステナイトを含む低合金鋼の低温引張変形中その場中性子回折法による変形挙動解析
3. 学会等名 日本鉄鋼協会 第181回春季講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 諸岡聡, 山下享介, ハルヨステファヌス, 土山聡宏
2. 発表標題 中性子回折法による中Mn鋼の変形挙動解析
3. 学会等名 日本鉄鋼協会 第180回秋季講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 古賀紀光, 山下享介, 梅澤修
2. 発表標題 TRIP鋼の引張変形により形成するひずみ分布と加工誘起マルテンサイト変態
3. 学会等名 日本鉄鋼協会 第180回秋季講演大会
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------