

# マイクロ引張試験による大変形を受けたラスマルテンサイトの 力学特性評価

熊本大学 先端科学研究部  
助教 郭 光植

(2019年度 奨励研究助成 (若手研究者枠) AF-2019045-C2)

キーワード：ラスマルテンサイト，マイクロ引張試験，力学特性

## 1. 研究の目的と背景

持続可能で安心安全な社会を実現するためには構造物の高強度化および長寿命化の達成が急務である。特に輸送機器を取り巻く環境においては、環境改善のための燃費向上が強く求められており、構造材料の高強度化が進められてきた。先進鉄鋼材料(AHSS: Advanced high strength steel)は優れた強度と延性のバランスにより車体軽量化と衝突安全性の両立が期待されている<sup>1)</sup>。先進鉄鋼材料は、フェライト、マルテンサイト、ベイナイト、残留オーステナイト相により構成され、マクロ的力学特性はこれらの構成組織における力学特性を強く反映する。

ラスマルテンサイトは炭素量 0.6 mass% 以下の鋼においてオーステナイトから急冷することによって得られる組織であり、炭素量によって多様な強度レベルを示すことから強度を担う主要な組織の一つとして構造材料に幅広く使用されている。これまでのラスマルテンサイトの組織形態に関連する先行研究によれば、ラスマルテンサイト(M)は母相のオーステナイト(A)から Kurdjumov-Sachs の結晶方位関係  $(111)_A // (011)_M$   $[\bar{1}01]_A // [\bar{1}\bar{1}1]_M$  をもって形成されることが知られている<sup>2)</sup>。また、一つの旧オーステナイト粒内には、 $\{111\}_A$  晶へき面に平行な面を有するラスの集合体であるパケットが形成され、パケットは結晶方位がほぼ同じラスの集団であるブロックから構成される。さらに、ブロックの内部には相対方位差が約  $10^\circ$  のラスの集団から成るサブブロックが形成されている<sup>3)</sup>。このようにラスマルテンサイトは階層的な微視組織により構成され、またそれらは炭素量によって少し異なる組織学的特徴を示すため<sup>4)</sup>、力学特性に及ぼす構成組織要素の影響を知る必要がある。

近年、マイクロ/ナノ材料試験技術の飛躍的な発展は、材料の微小領域における力学特性の評価に大いに役立てられている。ところが、これまでの先行研究では、対象とする組織要素が微小試験片の採取に十分な大きさである必要があったため、組織形態が容易に認識できる低炭素鋼ラスマルテンサイトが主に対象とされてきた。しかし、実用的に使用されるラスマルテンサイトは公称炭素量よりも高い炭素量により形成されている<sup>5)</sup>。先進鉄鋼材料の強度特性はマルテンサイト強度に強く依存するため、低炭素量に加えて高い炭素量により形成されるラスマルテンサ

イトの微視組織要素における力学特性を理解することも重要である。さらに、成型加工時においては、加工により導入されるひずみ量によって組織形態が変化するため、ラスマルテンサイトの変形組織における力学応答を知ることが重要であるが、塑性加工を施したマルテンサイトの構成組織における力学特性を調査した研究例はほとんど見ない。

本研究では、中炭素鋼ラスマルテンサイトを対象に、一つのパケットからマイクロスケールの微小試験片を切り出し、引張試験を行うことで単一パケット構造体の力学特性を系統的に調査した。さらに、大変形を受けた低炭素鋼ラスマルテンサイトの変形組織から採取した微小試験片を用いて引張試験を実施し、ひずみを受けた下部組織が力学特性に及ぼす影響を調査した。

## 2. 実験方法

### 2.1 中炭素鋼ラスマルテンサイトの単一パケット構造体のマイクロ引張試験

本研究では中炭素鋼ラスマルテンサイトのパケット構造体の力学特性を評価するために含有炭素量が 0.33C, 0.43C, 0.55C (in mass%) 鋼を用いた (以後、それぞれ 33C, 43C, 55C と称す)。これらの化学組成を表 1 に示す。これらを大気中において 1323 K で 900 s 保持後、氷食塩水焼入れを施すことで完全ラスマルテンサイト組織を得た。これを  $10\text{ mm} \times 10\text{ mm} \times 1\text{ mm}$  の寸法に切り出し、エメリー研磨により厚さが約  $20\text{ }\mu\text{m}$  になるように調整した。その後、コロイダルシリカペーストを用いたバフ研磨により表面を鏡面に仕上げた。電解放出型走査電子顕微鏡を用いて、加速電圧 20 kV、ステップサイズ  $0.3\text{ }\mu\text{m}$  で走査し、電子線後方散乱回折 (EBSD) 解析法により結晶方位を同定した。集束イオンビーム (FIB) 加工装置を用いて試験片の平行部寸法が  $50\text{ }\mu\text{m} \times 20\text{ }\mu\text{m} \times \sim 20\text{ }\mu\text{m}$  のマイクロ引張試験片を作製した。この際、荷重軸に対する晶へき面方位が  $45^\circ$  (A 試験片) と平行 (B 試験片) な 2 種類の試験片を作製した。引張試験は室温、大気中にて変位速度  $0.1\text{ }\mu\text{m s}^{-1}$  で行い、引張試験中の変形様子は光学顕微鏡を用いて観察した。

表 1 中炭素鋼の化学組成 (in mass%, balance Fe).

	C	Si	Mn	P	S
33C	0.33	<0.01	<0.01	0.001	0.0007
43C	0.43	<0.01	<0.01	0.001	0.0005
55C	0.55	0.01	0.02	<0.003	0.0005

## 2.2 変形を受けたラスマルテンサイトのマイクロ引張試験

大ひずみを受けたラスマルテンサイトの力学特性を評価するために、2層の低炭素鋼 (LC) で1層のオーステナイト系ステンレス鋼 (SS316L) を挟んだ複層鋼板を用いた。これらの化学組成を表2に示す。これを 1373 K で 1200 s 保持後、焼入れを施すことにより完全ラスマルテンサイト組織を得た。機械研磨およびコロイダルシリカペーストによるバフ研磨により表面を鏡面に仕上げ、図1に示す寸法のバルク引張試験片を作製した。引張試験は室温、大気中にてひずみ速度  $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  で行った。試験片平行部の一様に変形を受けた部分を切り出し、機械研磨およびコロイダルシリカペーストを用いたバフ研磨によりラスマルテンサイト層の厚さが約 20  $\mu\text{m}$  になるように調整した。マイクロ引張試験片の作製方法については中炭素鋼と同様である。試験片作製部位におけるひずみ量については、平行部の断面減少率から真ひずみを計算し、試験片平行部の幅と真ひずみの関係により算出した。

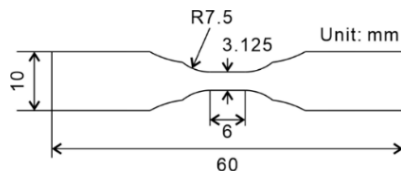


図 1 バルク引張試験片の形状

表 2 複層鋼板の化学組成 (in mass%, balance Fe).

	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo
LC	0.2	0.25	0.25	14	-	-
SS316L	0.02	0.63	0.84	12.09	17.76	2.12

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 中炭素鋼ラスマルテンサイトの単一パケットの組織学的特徴

図2に焼入れにより得られた中炭素鋼ラスマルテンサイトの組織形態を示す。それらは一つのパケットの中を同じ倍率にて観察されている。33C ではコントラストの明暗によって一方向に伸びたブロックの形状が識別できるが、炭素量の増加に伴う組織の微細化により、炭素量が高い鋼においてはブロックの形状はあまり識別できない。本研究で対象とする中炭素鋼ラスマルテンサイトの組織形態はこれまでに報告された先行研究と一致しており、これらを用いて力学特性を系統的に調査することができる。

前述のように、ラスマルテンサイトの階層的な組織構造は特定の結晶方位関係により形成される。一つのパケットの中には同じ晶へき面をもつ三つのブロックが形成されるため、三つのブロックにおいて重なる(110)極点を晶へき面の法線方向と同定した。晶壁面同定については文献6)に詳細に記載されている。

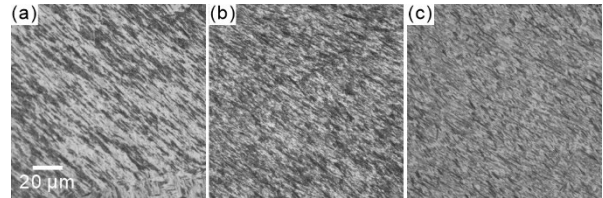


図 2 焼入れ後に 3% ナイタールで腐食した中炭素鋼ラスマルテンサイト組織: (a) 33C, (b) 43C, (c) 55C

### 3.2 中炭素鋼ラスマルテンサイトの単一パケット構造体におけるマイクロ引張挙動

図3にマイクロ引張試験により得られた中炭素鋼ラスマルテンサイトの単一パケットにおける公称応力-公称ひずみ曲線を示す。炭素量の増加に伴い単一パケット構造体の強度レベルは増加した。特に、荷重軸に対する晶へき面方位に注目すると、いずれの鋼においても荷重軸に対して晶へき面方位が  $45^\circ$  の A 試験片は平行の B 試験片よりも高い加工硬化と破断伸びを示した。図4および図5に代表的な例として引張試験中のその場観察により得られた 33C-A と 33C-B 試験片における降伏挙動の光学顕微鏡像および初期の結晶方位を示す。(110)と(111)極点図において赤色の実線は晶へき面のトレースを示しており、黒色の破線と▲の記号は $\{1\bar{1}0\}\langle 111 \rangle$ および $\{11\bar{2}\}\langle 111 \rangle$ すべり系の中で最大のシュミット因子をもつすべり系におけるすべり面のトレースとすべり方向をそれぞれ示している。33-A 試験片については、ひずみが約 1.9%の時点で引張方向との角度が約  $45^\circ$  のすべりトレースが出現した (Fig. 4b)。このトレースは(110)晶へき面の引張方向との角度 (Figs. 4c および 4d) と一致しており、晶へき面に平行なすべり (晶へき面内すべり) が活動したと考えられる。一方、33C-B 試験片については、ひずみが約 3.8%時点で試験片表面において引張方向に対してほぼ垂直なすべりトレースが観察された (Fig. 5b)。このトレースは最大のシュミット因子をもつ $\{11\bar{2}\}\langle 111 \rangle$ のすべり系 (Figs. 5c および 5d) と一致していることから、33C-B 試験片ではブロック境界を横断するすべり (晶へき面外すべり) が活動したと考えられる。

晶へき面内すべり系が活動した 33C-A 試験片の 0.2%耐力として定義した降伏応力は 1323 MPa となり、晶へき面外すべり系が活動した 33C-B 試験片の 1847 MPa よりも低い値を示した。活動すべり系のシュミット因子は 33C-A 試験片が 0.492, 33C-B 試験片が 0.490 となり、降伏時の分解せん断応力を計算すると、晶へき面内すべり系で 651 MPa となり、晶へき面外すべり系の 905 MPa より低い値

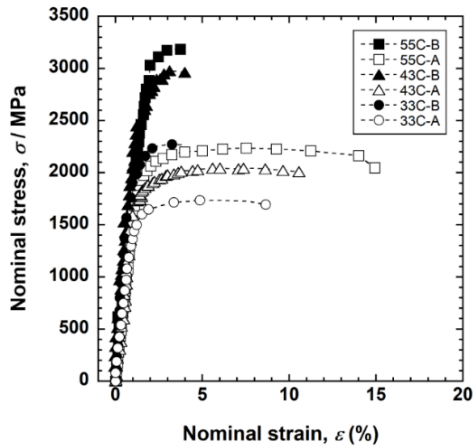


図3 マイクロ引張試験により得られた中炭素鋼ラスマルテンサイトの単一ブロック構造体における公称応力-公称ひずみ曲線

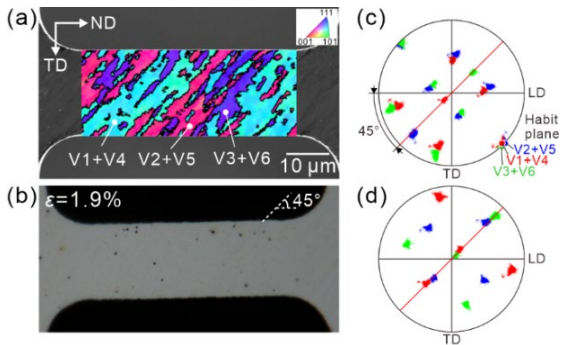


図4 33C-A 試験片における初期結晶方位および降伏挙動の様子

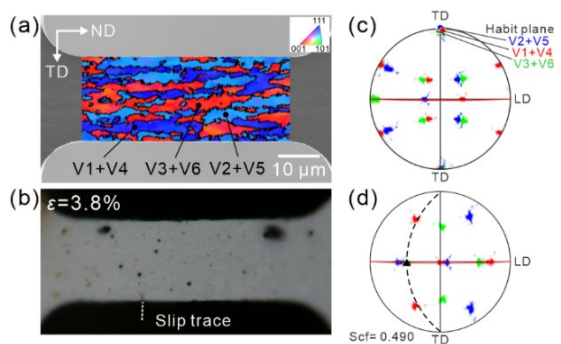


図5 33C-B 試験片における初期結晶方位および降伏挙動の様子

を示した。低炭素低合金ラスマルテンサイトの単一ブロック構造体に対してマイクロ引張試験を実施した Mine らの研究によると、ラスマルテンサイトの単一ブロック構造体の降伏挙動は晶へき面の方位に強く依存することを明らかにしている。本研究で行った中炭素量のラスマルテン

サイトにおいても単一ブロック構造体の降伏挙動は荷重軸に対する晶へき面方位に依存することが明らかとなった。炭素鋼において炭素量の増加に伴い未変態オーステナイトがラス間に残留することが知られている。ブロック境界を含まない単一ブロック構造体に対してマイクロ引張試験を実施した研究<sup>6)</sup>によれば、単一ブロック構造体と同様に単一ブロック構造体においても降伏挙動の晶へき面方位依存性が見られ、ブロック境界はラスマルテンサイトにおいて転位の移動を妨げる有効な強化要素の一つではあるが、塑性異方性はブロックの下部組織に起因することを示唆している。以上のことから低、中炭素鋼ラスマルテンサイトの下部組織における塑性異方性は変形の初期段階で発達する転位のセル組織<sup>8)</sup>、基底組織中に含まれる炭化物、ラス間に残留オーステナイトなどのブロックの下部組織により起こることが考えられる。

### 3.3 ラスマルテンサイトの単一ブロック構造体における力学特性評価およびひずみの影響

成型加工時に受けるひずみ量は加工目的によって異なるが、本研究では大ひずみを受けた場合の力学特性および変形挙動を調査した。マイクロ引張試験片はバルク引張試験において応力が引張強さに至ったときの真ひずみ量に対応する部位から採取した。応力が引張強さに至ったときの公称ひずみは 34%であり、次の式(1)により真ひずみを計算した。

$$\varepsilon_T = \ln(\varepsilon_N + 1) \quad (1)$$

ここで $\varepsilon_T$ と $\varepsilon_N$ はそれぞれ真ひずみと公称ひずみであり、引張強さにおける真ひずみは 29.3%と算出された。次は真ひずみ 29.3%を受けた部位を特定するために、破断したバルク引張試験片の平行部を一定長さに切り出して断面積を求めた。塑性変形の場合は体積が不変であるため、真ひずみの定義式を次式に置き換えることができる。

$$\varepsilon_T = \ln \frac{A_0}{A} \quad (2)$$

ここで $A_0$ と $A$ はそれぞれ初期の断面積と荷重を受けた状態における真の断面積である。 $A$ を求めるために切り出した試料の幅を真ひずみにプロットすることで次式のように真ひずみと試料の幅との関係を得た。

$$\varepsilon_T = 3.39 \left(1 - \frac{W}{W_0}\right) \quad (3)$$

ここで $W$ と $W_0$ はそれぞれ初期状態の試験片の幅と荷重を受けた状態における試験片の幅である。これによりあるひずみ量における試験片の幅を求めることができ、真ひずみ 29.3%の部位を正確に特定することが可能になる。

図6にマイクロ引張試験により得られた大ひずみを受けた低炭素鋼ラスマルテンサイトの応力-ひずみ曲線を示す。ひずみを導入することによりブロック形状も変化するため、その中から A 試験片を採取することは困難であっ

た。A 試験片は複数のブロックより構成されるが、各ブロックは試験片幅を貫通しているため、変形初期における降伏挙動が一つのブロックから起こることを考えると、A 試験片は単一パケット構造体ではあるものの降伏に関しては単一ブロックの挙動に見立てて検討することができる。比較のために、予ひずみを与えていない試験片も作製し、力学特性を評価した。

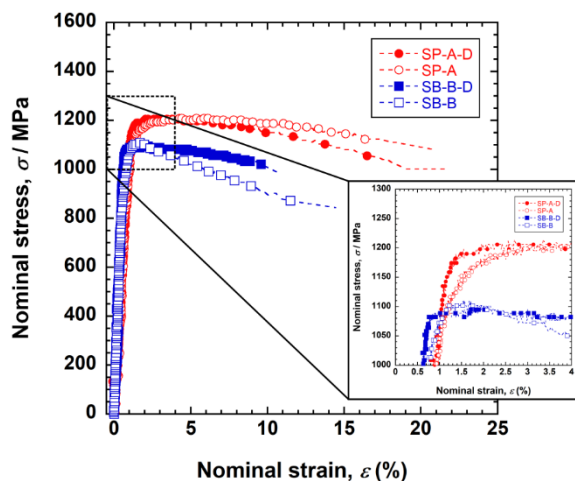


図6 高ひずみを受けたラスラスマルテンサイトから採取したマイクロ引張試験片より得られた公称応力-公称ひずみ曲線

A 試験片については、ひずみを導入した試験片 (LC-SP-A-D) の降伏強度は 1174 MPa となり、ひずみを導入していない試験片 (LC-SP-A) の 1067 MPa に比べて少し高い値を示した。B 試験片については、LC-SB-P-D 試験片の降伏強度が 1083 MPa となり、LC-SB-P 試験片の 1013 MPa より高い値を示し、単一パケットの A 試験片および単一ブロックの B 試験片のいずれにおいてもひずみ導入により降伏強度が上昇していることが確認できる。極低炭素鋼ラスマルテンサイトを対象に弾性限や降伏挙動に対する転位組織の影響を調査した中島ら<sup>8)</sup>の研究によれば、焼入れマルテンサイトに予ひずみを加えると、弾性限や降伏応力が上昇するのは変態時に導入された可動転位が互いに反応して消失し、残留したものが転位のセル組織を形成するためと報告している。本研究で行った低炭素鋼ラスマルテンサイトの単一パケットおよび単一ブロック構造体において、ひずみを導入した試験片における降伏強度の上昇が見られた。これは予ひずみにより形成された転位セルに起因するものと考えられる。

#### 4. 結言

中炭素鋼ラスマルテンサイトの単一パケット構造体に対してマイクロ引張試験を行い、力学特性に及ぼす晶へき壁面方位の影響を明らかにした。また、予ひずみを導入した低炭素鋼ラスマルテンサイト鋼に対してマイクロ引張試験を行い、力学特性に及ぼす下部組織の影響について検討した。得られた結果を以下に示す。

1. 中炭素鋼ラスマルテンサイトの単一パケット構造体における降伏挙動は、低炭素鋼ラスマルテンサイトと同様に晶へき面方位に強く依存していた。
2. 引張荷重を与えたバルク試験片から微視組織構造に対応した微小試験片を採取し、再度引張試験を行うことに成功した。
3. 低炭素鋼ラスマルテンサイトの単一パケットおよび単一ブロック構造体において、予ひずみの導入により降伏強度が上昇した。このことは、予ひずみ導入中に発達した転位組織に起因すると考えられる。

#### 謝辞

本研究は、公益財団法人天田財団の奨励研究助成（若手研究者枠）AF-2019045-C2 によって実施したものである。ここに深く感謝する。

#### 参考文献

- 1) R. Kuziak, R. Kawalla, S. Waengler, ACME 8 (2008) 103-117.
- 2) G. Krauss, Mater. Sci. Eng. A 273-275 (1999) 40-57.
- 3) S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi, T. Maki, Acta Mater. 51 (2003) 1789-1799.
- 4) S. Morito, Y. Edamatsu, K. Ichinotani, T. Ohba, T. Hayashi, Y. Adachi, T. Furuhashi, G. Miyamoto, N. Takayama, J. Alloys Compd. 577S (2013) S587-S592.
- 5) A. Ebrahimian, S. S. Ghasemi Banadkouki, J. Alloy. Compd. 708 (2017) 43-54.
- 6) K. Kwak, T. Mayama, Y. Mine, K. Takashima, Mater. Sci. Eng. A 674 (2016) 104-116.
- 7) Y. Mine, K. Hirashita, H. Takashima, M. Matsuda, K. Takashima, Mater. Sci. Eng. A 560 (2013) 535-544.
- 8) 中島孝一, 藤村佳幸, 松林弘康, 土山聡宏, 高木節雄, 鉄と鋼 93 (2007) 459-465.