

残留 γ の高度制御で延性向上を図る——

自動粒子解析装置を導入し 破壊挙動の解析・評価技術を開発

西神分室(株式会社神戸製鋼所)

鋼中の炭素は高温では鉄に溶けていますが、冷えると鉄炭化物(セメントイト)になり、鉄に溶けた状態の炭素はほとんど無くなります。これは、鉄は高温ではオーステナイト相(γ)という炭素が溶けやすい構造を示すのに対して、低温ではフェライト相(α)という炭素が溶けにくい構造になるためです。しかし、高温からの冷却中に γ が α に変化していく過程で、炭素を溶けたまま γ に濃縮させると、 γ が安定化して室温でも残存するようになります(残留 γ)。この残留 γ を存在させておくと、プレス成形などの加工時に残留 γ がマルテンサイト変態することで変態誘起塑性(TRIP)が生じて、高強度と高延性が得られることが知られています。

西神分室では中高炭素鋼を用いた超高強度・超高延性鋼板を実現するために、安定度の異なる残留 γ を混在させることで、さまざまなひずみ域で加工誘起マルテンサイト変態を

発現させて延性向上を図る残留 γ 安定度制御技術の開発に取り組んでいます。

鉄鋼材料の伸びを考えるには、最大荷重までの均一伸びと、ネッキング(くびれ)後の局部伸びに切り分ける必要があります(図3)。均一伸びについては加工硬化が重要であり、残留 γ の安定度を制御することで改善させることが可能です。一方、局部伸びについては材料中のボイド(空隙)の形成、成長、連結が関係しています。伸びを向上させるには、均一伸びの向上が最も重要ですが、その効果を発揮させるためには、局部伸びにかかわる破壊挙動の制御も同時に行う必要があります。そのため、西神分室では自動粒子解析装置を導入し、破壊挙動の解析・評価技術の開発を進めています。

自動粒子解析装置は、FE-EPMAをベースに、粒子解析用の検出器を併設。

このような装置構成にすることで、観察位置を自動的に変えながら、鉄鋼の組織にとっては極めて広いmm単位の領域を対象にサブミクロンの微細な粒子の数密度やサイズ、さらに組成分析を評価することができます。一般的に粒子解析では介在物や析出物を対象とすることが多いですが、西神分室ではボイドなどの微小な欠陥の状態の測定に対しても適用しています。

通常、鋼中のボイドの解析は、組織写真を撮影して行うため、その画像解析に多大な労力を必要とします。ところが、この装置を用いると鋼中のボイドの位置、サイズ等を自動的に解析することができます(図4)。例えば引張試験の破断面近傍の破壊挙動を理解するため、破断面からのボイドの分布状態の変化を、統計的に信頼できるレベルでデータ採取することが可能であることを確認しています。さらに画像上ではボイドか介在物か判断が困難な場合でも、組成分析により判別が可能となります。現在、革新鋼板の破壊挙動について解析を進めており、本装置を活用してボイドの発生源となった組織についても同時に解析できる可能性を検討しています。

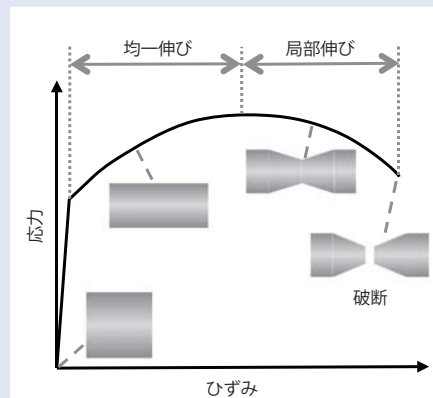


図3 均一伸びと局部伸び

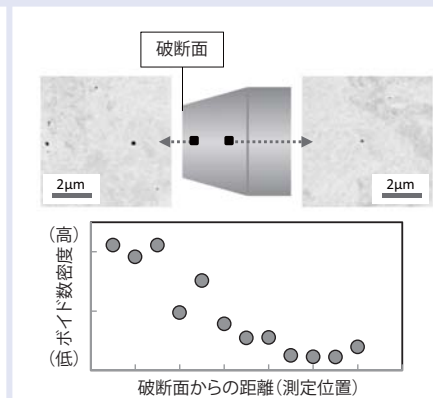


図4 自動粒子解析例



自動粒子解析装置

特集

革新鋼板の開発を支える最先端の解析技術

「革新鋼板の開発」に参加する分室を紹介



自動粒子解析装置(西神分室)

鋼は太古から道具として人々に使用されている身近な材料です。産業革命以降は「産業のコメ」と呼ばれ、さまざまな新材料の開発が進む現在でも、安価で高性能な鋼は依然として産業的に重要な役割を担っています。

低炭素社会の実現に向けて、自動車など輸送機器の軽量化に取り組むISMAでは、「革新鋼板の開発」プロジェクトの中で、世界最高性能の高強度高延性薄鋼板(超ハイテン鋼

板)の開発を進めています。プロジェクトには鉄鋼メーカー3社、7大学、2研究機関が参加。従来の主力材である引張強度590MPaを約2.5倍の1.5GPaに高める一方で、伸びを従来材と同等の20%に設定し、2017年度末までにラポレレベルでの実現を目指しています。

今号では鋼板開発を支える解析技術の開発について、研究開発を進める鉄鋼3社に伺いました。

ISMAの活動についての報道

● 新聞

- ・2016年 6月21日 日本経済新聞朝刊 「東レ 超軽量の炭素繊維構造材料」
- ・2016年 7月 5日 毎日新聞朝刊 「JFCC 革新材料開発と先端解析技術」
- ・2016年 7月 7日 日本経済新聞電子版 「炭素繊維、生産コスト減に技術革新」
- ・2016年 8月19日 日刊工業新聞 「アルミ・CFRP接合 阪大、3次元形状に対応」

● 雑誌

- ・2016年 7月号 日経Automotive 「東レの多孔質CFRP GFRPより60%軽く剛性は同等」

ISMA REPORT September 2016, No.4

©Innovative Structural Materials Association. 2016 All rights reserved.

発行 新構造材料技術研究組合(ISMA)

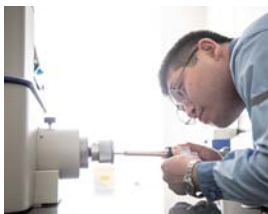
お問い合わせ先 新構造材料技術研究組合(ISMA)技術企画部
〒100-0006 東京都千代田区有楽町1-9-4 蚕糸会館10階
Tel : 03-6213-5655 Fax : 03-6213-5550
制作協力: サイテック・コミュニケーションズ
デザイン: 高田事務所

特集 革新鋼板の開発を支える最先端の解析技術

軽元素の有効利用に向けて——

世界初、中高温域で組織変化の「その場」観察が可能に

富津分室・尼崎分室（新日鐵住金株式会社）



高分解能薄膜試料作製装置(尼崎分室)

鉄鋼材料の機械的特性を向上させるために、微量の合金元素が添加されますが、合金元素は一般に希少元素である場合が多く、コストや中長期的な安定供給の確保が課題となります。また特性の向上に有効な元素であっても、それらを鋼材中に均一に溶かし込むのに複雑なプロセスが必要で、製造工程で多大なエネルギーを要するものは利用できません。そこで富津分室・尼崎分室では、比較的安価で資源としても豊富な炭素、窒素、ホウ素といった軽元素を、添加元素として有効に利用して、従来の希少な合金元素を添加した鋼と同等以上の効果を発揮する革新的な鉄鋼材料の開発に取り組んでいます。

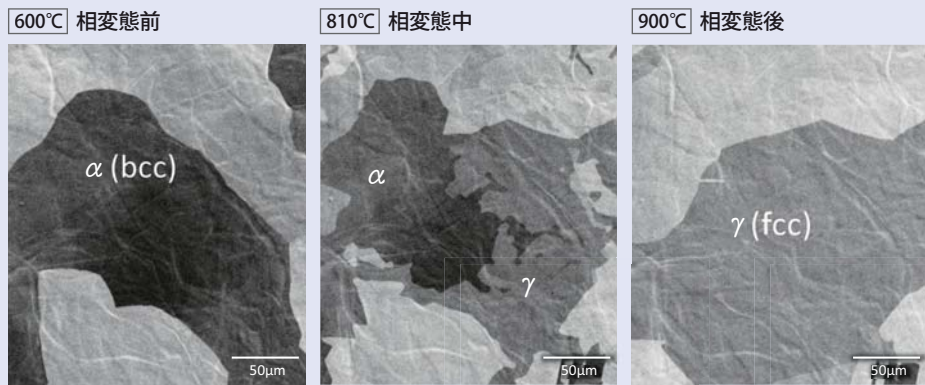
解析技術の観点からは、軽元素の機能・役割を明確化するために、1)軽元素の存在位置(結晶粒の内部、あるいは結晶粒界)、2)軽元素が格子欠陥(空孔や転位等)の種類や量に及ぼす影響、3)1および2を通じて、鋼の相変態挙動や結晶粒の形態に及ぼす影響、の3点を明らかにすることを主要な研究課題としています。

これらの課題を解決する手段として、中高炭素鋼の中高温域での組織変化を「その場」観察できる複合解析装置を開発しました。500～1100℃に保持したときの結晶粒の形態をイオンビームによる走査イオン(SIM)像として観察しつつ、同時に電子線を照射して散乱されたパターン(EBSP※)から結晶方位を解析できます。本装置は、実プロセスに近い熱履歴を実現するためにレーザーによる急速加熱機構を搭載している上、高温でのEBSP機能もあわせ持った、この種の装置としては世界初のものです。

本装置の導入により、中高温域における個々の結晶粒のフェライト(α)からオーステナイト(γ)への変態挙動の「その場」観察が可能となりました(図1)。現在、本装置を開発鋼(高炭素鋼)の組織観察に適用中です。

結晶粒界部分だけを超薄膜化したTEM試料の作製に成功

軽元素の存在位置を特定するためには、透過型電子顕微鏡(TEM)で観察したい特定の領域を選択的に薄膜化した試料の調整が必要です。さらに結晶粒界を原子レベルで詳細に調べるためには、結晶粒界の周辺の限られた場所だけが選択的に超薄膜化された試料を作製する必要があります。それを可能にするために、狙った領域をミクロンオーダーの精度で選択的に超薄膜化できる高分解能薄膜試料作製装置を導入しました。本装置により結晶粒界部分だけを超薄膜(10nm厚)化したTEM試料の作製に成功し、狙いの結晶粒界を高分解能観察できるようになりました。



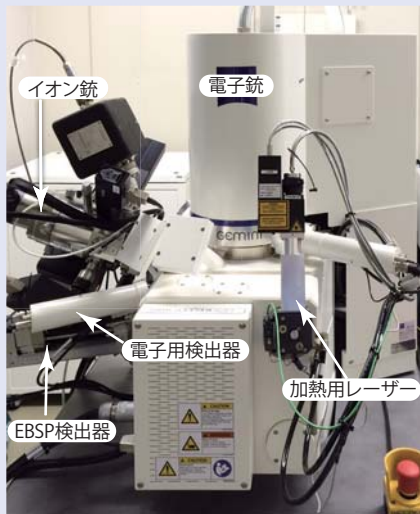
※bcc: body-centered cubic lattice、体心立方格子

※fcc: face-centered cubic lattice、面心立方格子

図1 純鉄の相変態挙動の観察結果(SIM像)

ISMAプロジェクトでは、これまで結晶粒界や粒内に存在する軽元素の特定や、その役割の把握のために必要なツールが整備されてきました。今後は装置の最適化やさらなる高機能化を進めるとともに、中高炭素鋼をベースとする革新鋼材の回復、炭化物析出、再結晶、変態過程における内部組織の変化の「その場」解析に挑みます。またTEMによる原子レベル構造解析により、組織形成過程と軽元素の分布状態との関係や、粒界構造と界面偏析量との関係も調査を進めます。それらの基礎データは、開発鋼の成分や、加工熱処理などのプロセス条件の最適化に活用していく計画です。

※EBSP：Electron Back Scattering Pattern。後方散乱電子回折。



中高温域での組織変化の「その場」観察装置(富津分室)

1分でわかる！鋼の話

鋼の原理解明に挑む——

鉄鋼コーディネーター 大村孝仁氏
(国立研究開発法人 物質・材料研究機構)



鋼は炭素を含んだ鉄合金の総称です。種々の元素を含んだ鋼がありますが、通常使用されているのは炭素鋼で、一般に炭素含有量が約0.25%以下を低炭素鋼、約0.25～0.6%を中炭素鋼、約0.6%以上を高炭素鋼と呼びます。炭素濃度が高くなるほど鋼の強度は高くなりますが、延性が低下します。

鋼は炭素などの合金組成や温度によって相(構造)が変化する相変態と呼ばれる挙動を示します。常温ではフェライト相

(α)が、高温(900～1500℃)ではオーステナイト相(γ)が安定です。 γ を急速に冷却(焼入れ)するとマルテンサイトという硬い相に変わります。この性質は、太古より刀鍛冶で用いられるプロセスそのものです。そして焼入れをした際、変態しなかった部分が残留 γ です。残留 γ は伸びを高めると考えられており、その制御は鋼開発の課題の一つです。

焼入れや結晶を小さくすることで鋼が強くなることは主に経験則に基づく「Howの研究」でわかっていますが、マルテンサイトがなぜ硬いのかについては、いまだに科学的に解明されていません。鋼の強度に大きな影響を及ぼす炭素量や粒径がどのような温度でどんな働きをしているのかを解明することができれば、さらに薄く強く伸びのある鋼を製造することが可能になります。ISMAプロジェクトでは、飛躍的な高性能化のために原理を解明する「Whyの研究」にも力を入れています。

炭素活用による加工性の革新的向上を目指して——

世界最高精度の炭素定量分析装置を開発

千葉分室(JFEスチール株式会社)

鉄鋼材料の強度は一般的に炭素濃度を高めることで増加する一方、炭素濃度を高めると伸び特性が低下し、プレス成形時の加工性が低下します。千葉分室では強度と加工性を両立させるために、鉄鋼材料の中で炭素濃度が高い金属組織と、炭素濃度が低い金属組織が微細に分散した複合組織化に取り組んでいます。より高強度で高加工性の鋼板を開発するためには、それぞれの微細組織の炭素濃度とその分布状況を従来よりも厳密に制御することが重要です。

鉄鋼材料に含まれる炭素濃度を定量分析するためには、電子線マイクロアナライ

ザー(EPMA)を使用した電子線分析が一般的です。しかし、電子線には炭素を吸い寄せる性質があるため、分析時間が長くなると分析装置内や試料表面の炭素が、試料表面に徐々に堆積して炭素濃度が増大してしまうことから、分析面積が狭く、炭素濃度が低い組織ほど分析精度が大幅に低下するという課題があります。

この課題を解決するため、鉄鋼材料に含まれる炭素の含有量を高い精度で定量的に分析できる「FE-EPMA※」を開発しました。従来の装置に炭素専用の検出器を3台組み込み、高感度化を図るとともに、プラズマクリーナーなどの炭素の堆積を抑制す

る機能を複数搭載しました。これにより従来は炭素含有量0.1%レベルまでだった定量分析精度を、世界最高精度の0.01%以下まで、10倍以上高めることに成功しました。さらには、測定中のコンタミネーション(汚染)の蓄積を抑制することによって、従来不可能だった鉄鋼材料の炭素の定量マッピング測定(図2)を世界で初めて可能にしています。

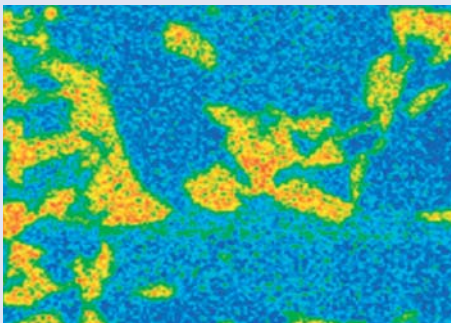
本装置は、焼入れや焼なましなど熱処理条件の確立や、サンプル材製造時の複合組織の造り込みの精度向上に高い効果を発揮し、革新的な自動車用高強度薄鋼板開発の迅速化に役立っています。今後は本プロジェクトの最終目標であるさらなる高精度(0.003%以下)の分析方法の確立、そして鋼中に固溶した状態で含まれる炭素の分析方法の確立を目指します。

※FE-EPMA：Field Emission Electron Probe Micro Analyzer。輝度を高く絞れる電子銃を搭載した電子線マイクロアナライザー。



開発したFE-EPMA(千葉分室)

従来FE-EPMAによる測定結果



新開発装置による測定結果

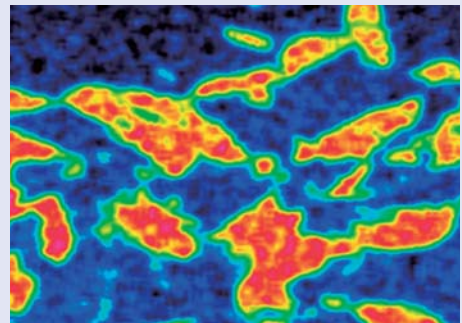


図2 鋼中の炭素分析測定結果の比較(複相組織)

0.8%

0%

5μm