



## 私の論文

／ 今振り返ってみて、行間にこめた思い、エピソード

# 鋼板の2軸引張時のマイクロ組織変化

Microstructure Variation of Steel Sheet during Biaxial Tensile Deformation

久保雅寛 日本製鉄(株)  
技術開発本部 名古屋技術研究部  
Masahiro Kubo 主任研究員

## 1 はじめに

平成30年に第28回澤村論文賞を受賞した拙著「Development of biaxial tensile test system for in-situ scanning electron microscope and electron backscatter diffraction analysis」<sup>1)</sup> に関して、論文中には書ききれなかった研究背景の背景、行間を埋めるような解説、開発の裏話などを紹介する良い機会を頂戴した。そこで本稿では、2軸引張のその場観察試験法の開発について、研究のきっかけ、論文には書ききれなかった開発の際の検討内容、開発装置で取得した2軸引張時のマイクロ組織変化の特徴、その後の展望について述べさせていただく。ここに本誌面を拝借し、改めて本研究を遂行するにあたりご指導・ご支援を頂いたすべての方に深く感謝を表したい。

なお、受賞論文の日本語版<sup>2)</sup>を鉄と鋼へ転載投稿している。また、本開発装置を活用して実施した一連の研究<sup>3-6)</sup>を実施しているのでそちらもあわせて参照されたい。

## 2 本研究のきっかけ

入社当時、私は薄鋼板の成形技術の研究開発を担当し、プレス成形時に生じる鋼板の変形状態や温度による機械特性への影響等を、実験を中心に調べていた。一般的に、鋼板の巨視的な変形状態は、鋼板表面にレーザーやスタンプ等で格子模様を描き、その成形前後の変化から測定する手法により調査することができる。それにより鋼板の変形状態と伸びの関係を得ることができ、材料によって鋼板の伸び特性の変形状

態依存性が大きいことが分かった。ご存知のように、鉄鋼材料の強度や伸び等の機械的特性はマイクロ組織構造の影響を強く受けるため、上記の実験で得られた現象をより詳細に理解しようとする、「鋼板の変形状態によってマイクロ組織がどう変化するか？」を調査する必要があると考えていた。当時、その実現手法としては、変形状態を変えてプレス成形の途中止め試験を都度行い、途中止め試験の成形品から観察試料を切り出し、試料の研磨・腐食等を行い、それぞれの試料を電子顕微鏡で観察することであった。しかしながら、この方法では別個の試料でそれぞれの変形量におけるマイクロ組織を観察するのみで、変形前から変形後のマイクロ組織の変化を終始追跡することは不可能であった。

このような現状の実験的検討における課題について当時の上司と相談していたところ、入社2年目においては、プレス成形時のマイクロ組織変化をその場観察するための試験手法の開発の話を受け、研究開発テーマへ参画させていただくことになった。その研究テーマが本論文のきっかけとなった。この研究では、鋼板のプレス成形時に起こるマイクロ組織変化を解明するとともに、加工時および加工後の製品特性とマイクロ組織変化を関連づけるため、2軸引張変形下で結晶方位や集合組織といったマイクロ組織の変化を連続的に観察する手法を確立することを目的に取り組んだ。

塑性変形による材料組織の変化を連続的に観察するためには、電子顕微鏡 (SEM) の真空チャンバー内で材料試験を行う必要がある。当時、真空チャンバー内でのその場観察試験は単軸引張で行われている事例<sup>7-9)</sup>はあったものの、私の知る限り、プレス成形で生じる2軸引張変形における薄板材料

\* [今回の対象論文]

久保雅寛, 吉田博司, 上西朗弘, 鈴木清一, 中澤嘉明, 浜孝之, 宅田裕彦: 「Development of Biaxial Tensile Test System for In-situ Scanning Electron Microscope and Electron Backscatter Diffraction Analysis」, ISIJ International, Vol.56(2016), No.4, pp669-677 (第28回澤村論文賞受賞論文)

のマイクロ組織変化を観察した例がなかった。単軸引張の例を参考に2軸引張試験機を小型化し、SEMの真空チャンバー内に格納し、さらにEBSD (Electron Back-Scatter Diffraction pattern) 法での分析ができるように、傾斜しても干渉しない装置の開発を行う必要があった。そこで、単軸引張のSEM/EBSDその場観察のための装置製作の経験が豊富なTSLソリューションズの鈴木社長に2軸引張用装置の検討をお願いしていた。私はそれと並行して、装置スペック等の制約条件の情報を頂きながら、プレス成形で生じる塑性変形におけるマイクロ組織変化を観察可能な試験片の検討に着手した。

### 3 小型十字型試験片の開発

本論文における試験片の開発コンセプトは、均一かつ塑性ひずみで数10%の変形を観察部に付与できる小型2軸引張試験用の十字試験片である。当初、桑原教授らが開発したマクロスケールの2軸引張試験<sup>10,11)</sup>に用いている十字型試験片を縮小することで、本試験装置用の試験片を作製を試みた。マクロスケールの十字型試験片を板厚そのままに外形を約1/7に縮小した。約1/7に縮小すると、想定している供試材の板厚0.7-1.5 mmに対し、十字試験片のスリットの幅が約2 μm となってしまう、実際に加工・製作するのは不可能であった。

そこで、スリット幅はそのままに、図1に示すようにスリットの数を1本に減らした十字試験片を検討した。3次元形状をモデル化し、この形状で中心の観察部へ塑性ひずみを導入できるかどうか数値解析で調査したところ、中心部に20%程度の塑性変形が付与できることがわかり、形状検討は

容易に終わったかのように思えた。ところが、解析結果をよくよく分析してみると主応力方向が変形に伴い、45°回転しているということが判明した。試験片の腕部にそれぞれ1本のスリットのみでは、変形主軸が回転してしまうという問題があった。この結果を受け2日間ほど悩み考えていたところ、試験片の腕部にはスリットをなくし、引張方向からそれぞれ45°回転したところにある切込みを細くして、スリット化することを思いついた。

図2に示すように、試験片に設けた斜め方向のスリット長さの影響<sup>1)</sup>を調べてみたところ、スリット長さが短い形状Aの場合、塑性ひずみは腕部の根元と切り込みの端部近傍に局所的に集中しており、中心部では小さい。それに対し、形状

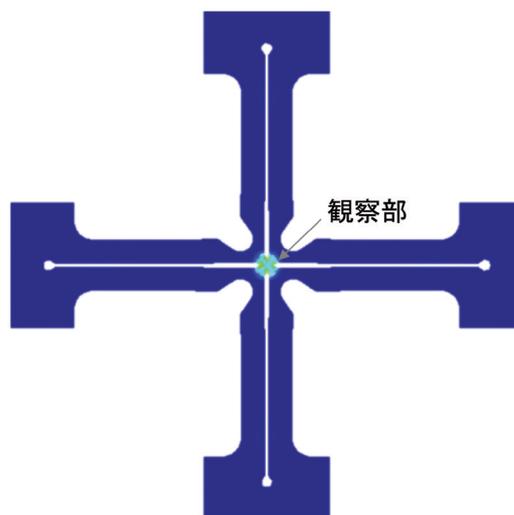


図1 当初の検討試験片形状

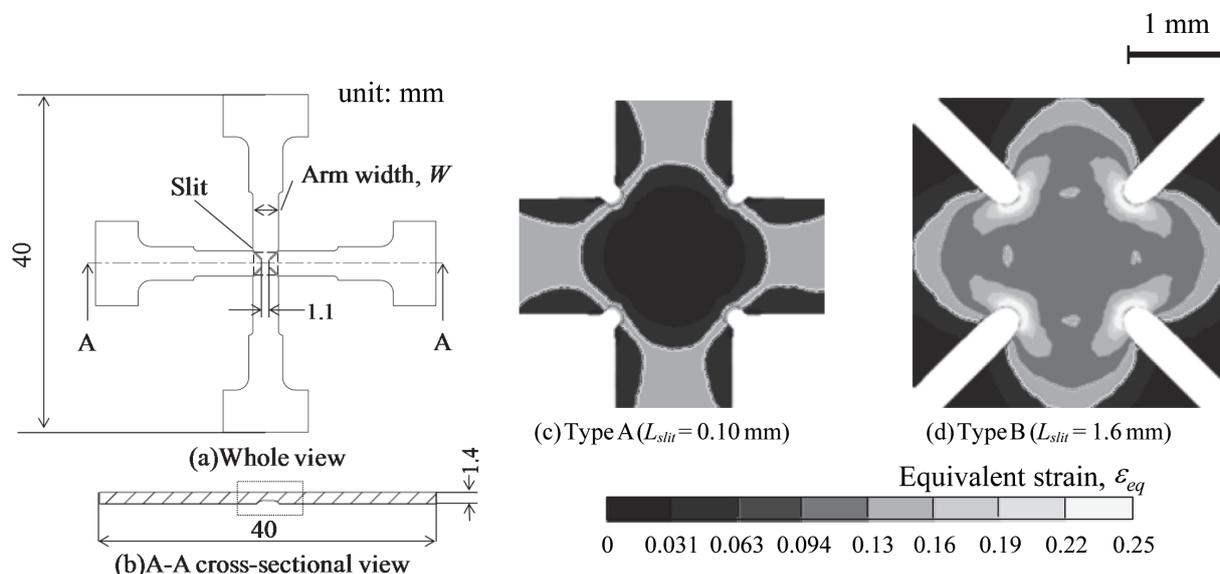


図2 試験片のスリット長さがひずみ分布へ及ぼす影響<sup>1)</sup>

Bのようにスリットを長くすれば、ひずみがより均一に分布するようになり、中心部に大きな塑性ひずみを導入できることが分かった。そこで、スリット長さを最適化することで試験片中心部に付与するひずみの最大化を図った。さらに、試験片に付与できるひずみ量を大きくする為、EBSD法による観察部と反対側を減厚し、中心部の断面積を小さくすることを試みた。しかしながら、単純に中心部を減厚すると、図3左の減厚パターンRの形状の結果が示すように今度は試験片の板厚方向に応力分布が大きく生じてしまうことが分かった<sup>1)</sup>。これは片側を減厚したことにより、曲げに近い変形が生じるためと推測した。ここから、この曲げ変形を抑制する形状の検討を重ねた。最終的には、図3右に示すX字状の減厚形状を持つ十字試験片で板厚方向の応力分布を均一にすることが可能で、20%程度の塑性ひずみまでの変形が実現できる解析結果を得た。この形状は機械加工と放電ワイヤー加工で実現可能な試験片である。一般的な引張試験機を用い、作成した十字試験片を専用の治具に固定して変形させてみたところ、平面ひずみ変形において20%程度の変形の実現を検証することができた。

このようにして、均一かつ塑性ひずみで数10%の変形を観察部に付与できる小型2軸引張試験用の十字試験片を実現した。

## 4 小型2軸引張試験装置の開発

小型十字試験片の検討と並行し、TSLソリューションズの鈴木社長に試験装置を検討いただいた。検討においては、SEMメーカーから真空チャンバーの図面を取寄せ、その内部において干渉なくEBSD法での分析可能な試験装置寸法を調査していただいた。図4に示すように、2軸引張を行いな

がEBSD法による分析を実現する為には、試験装置を60°以上傾ける必要が有る。その際、試験装置と真空チャンバー内部との干渉を防ぎ、試料を観察可能な作動距離(ワーキングディスタンス: W.D.)まで検出器に近づけるためには、装置高さを23 mm以下とする必要が有る。この要求を満たすために、図5に示すx軸(紙面左右方向)とy軸(紙面上下方向)を駆動させるボールねじを並行に配列し、くさび形状の部材で左右方向の動きを上下方向に変換する機構を考案いただいた。この機構を採用することにより、実際の駆動部の高さを16 mmと抑制し、観察部の装置高さが23 mmにすることができる。これにより、60°傾けて2軸引張をしながら材料の結晶方位分析が可能な試験装置を実現している。なお本装置の、各方向の引張負荷能力は最大1 kNである。

従来のマクロスケールでの2軸引張試験の場合、2方向の動きを同期させるために、例えばパンタグラフ機構が用いら

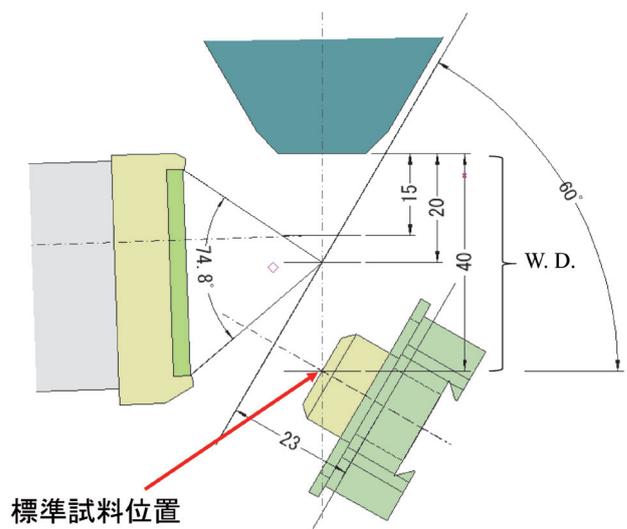


図4 EBSD解析時の試料と検出機の位置関係

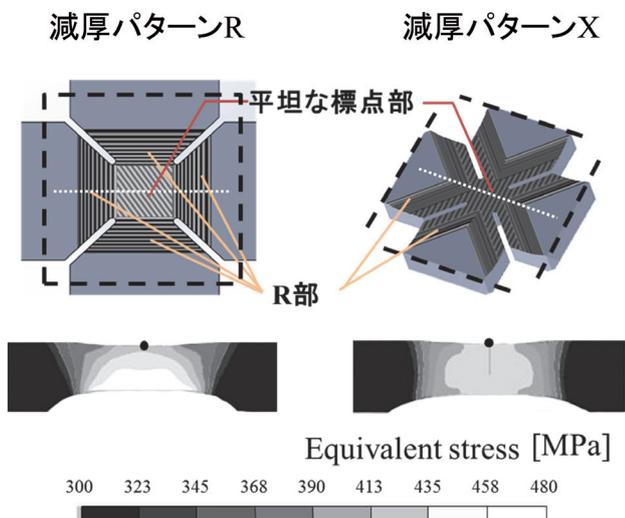


図3 試験片の減厚形状と板厚方向応力分布<sup>1)</sup>

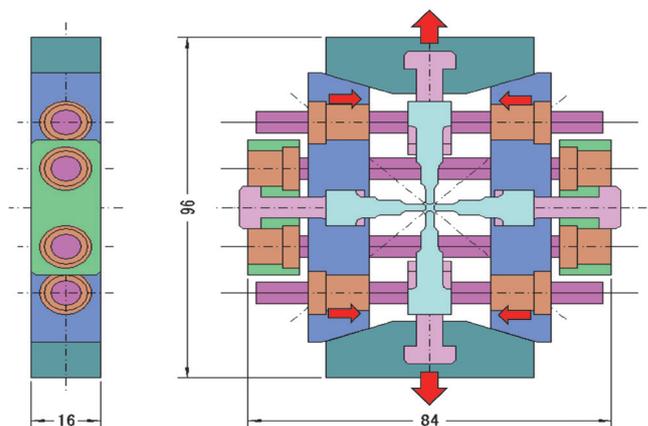


図5 小型2軸引張試験機構造

れる<sup>10)</sup>。しかしながら、真空チャンバー内の空間が制約されており本試験装置には採用できない。そこで、2つのサーボモーターによりxおよびy方向のクロスヘッド動作は別々に与え、それらクロスヘッド変位をソフトウェアにより同期制御した。クロスヘッド速度は、0.50~50 μm/sの範囲で調整・制御することができる。

このようにして、等2軸引張変形その場観察が可能な装置が最終的に開発することができた。

## 5 2軸引張時のマイクロ組織変化の特徴

上述の試験システムおよび試験片、双方の開発が相俟って等2軸引張その場観察を実現することができた。また、当該論文<sup>1)</sup>においてはその試験における変形状態の妥当性の検証を行っている。ここでは紙面の都合上、その検証内容は省略し、この開発装置を用いた観察から得られた特徴的な結果について述べる。

図6に示すのは、延性に優れるIF (Interstitial Free) 鋼を用い、相当ひずみで約20%の等2軸引張を行った後の試験片の実際の表面状態と試験片中心部の2次電子像を示した結果<sup>1)</sup>である。SEMによる観察部は、図に示した200 μm四方の領域であり、マクロスケール/ミクロスケール両方において表面凹凸の発達を確認することができる。なお、これら表面凹凸の発達度合は、材料の結晶方位と強く関連性があることを拙著<sup>1,4,6)</sup>において明らかにしている。

等2軸引張変形時のマイクロ組織変化を特徴づけるため、図7にIF鋼の結晶方位の等2軸引張変形進行時の変化<sup>1)</sup>、比較として図8にIF鋼の結晶方位の単軸引張変形進行時の変化をそれぞれ示す。それぞれの図は、相当ひずみで0~20%程度におけるマイクロ組織変化を連続的に示している。図の上段には結晶方位を示すためにInverse pole figure (IPF) map、中段および下段には、集合組織の変化を示すために(111)および(110)極点図(PF)上に各方位のランダム強度比を記載した。図7の等2軸引張においては、IPFマップおよびPFの

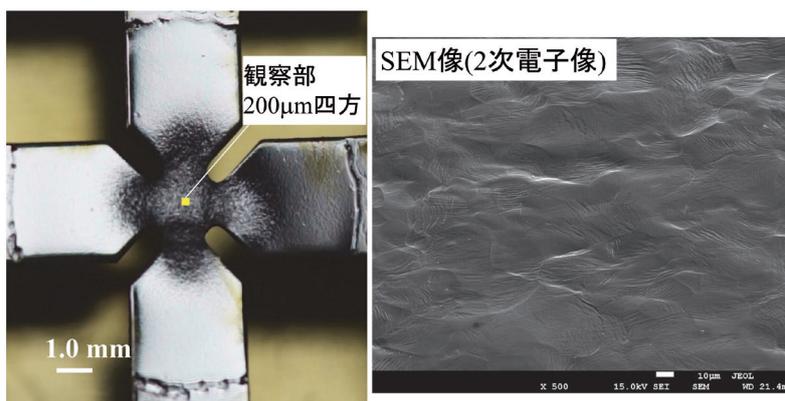


図6 変形後十字試験片とその表面性状<sup>1)</sup>

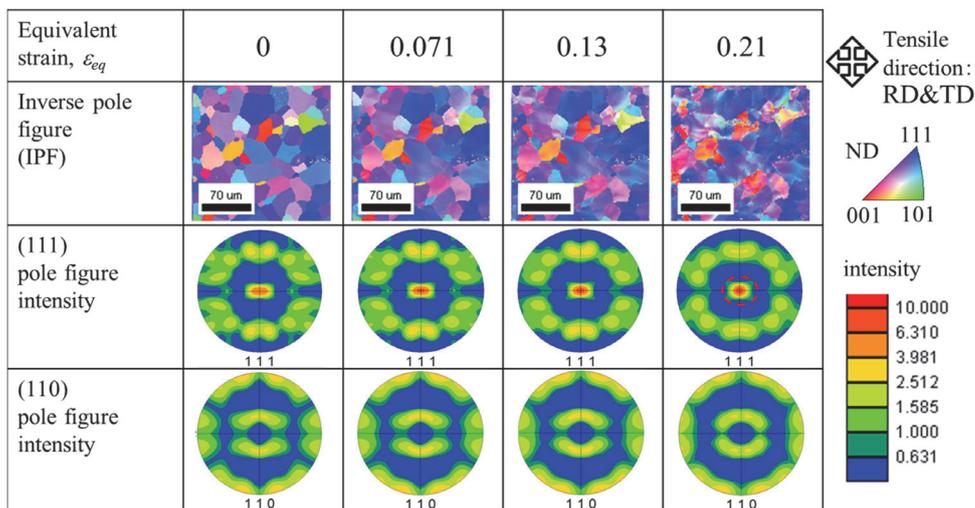


図7 等2軸引張による結晶方位と集合組織の変化<sup>1)</sup>

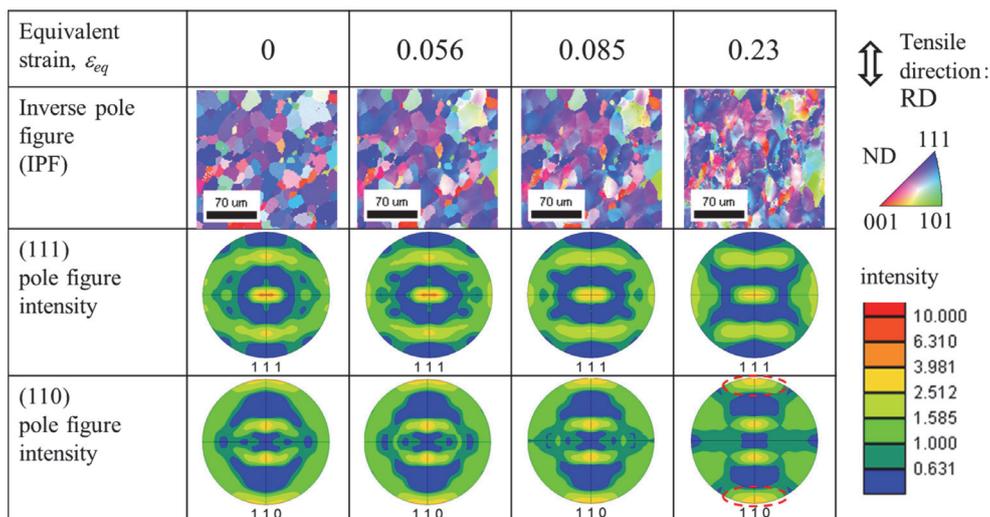


図8 単軸引張による結晶方位と集合組織の変化

両方の図から板面方向 (ND) に平行な (111) 方位のランダム強度が変形に伴って増大していることが分かる。一方、図8の単軸引張においては、(111) //ND方位のランダム強度は逆に低下傾向であり、引張軸方向に平行な (110) 方位の強度が変形に伴い増加することが分かる。このように、マイクロ組織の変化は等2軸引張と単軸引張で大きく異なっていることが実験によって観察でき、特に (111) //ND方位の強度の変化が全く反対になることが確認でき、銅板の変形状態によるマイクロ組織変化が明確になった。

この等2軸引張と単軸引張における集合組織の発達の違いが鋼材の加工硬化挙動に与える影響については、本論文以外の論文<sup>3)</sup>で報告しているので、こちらをご参照いただくと幸いである。

## 6 おわりに

拙著「Development of biaxial tensile test system for in-situ scanning electron microscope and electron backscatter diffraction analysis」の背景の背景について解説した。プレス成形時に発現する銅板の材料特性についてさらに理解するため、多軸変形におけるマイクロ組織変化の分析を可能にする装置を開発した。開発の際には、幸いにも社内外の多くの専門家から協力や助言を頂くことができた。お世話になった各専門家の知見があったからこそ、当実験手法が実現できた。また、本論文の作成においては、原理原則の面から、私が社会人博士課程で所属していた京都大学大学院エネルギー科学研究科の宅田裕彦教授、浜孝之准教授に大変お世話になった。こうしたすべての研究関係者の支援により、本論文が栄誉ある賞を頂けたと考えている。

本開発装置を用いて得られた2軸引張におけるマイクロ組織変化に関する知見が、プレス成形時に発現する材料特性の理解の一助となり、プレス成形後の特性が優れる高機能材料の開発やプレス成形シミュレーションの高精度化に貢献できればと考えている。

## 参考文献

- 1) M. Kubo, H. Yoshida, A. Uenishi, S. Suzuki, Y. Nakazawa, T. Hama and H. Takuda : ISIJ Int., 56 (2016), 669.
- 2) 久保雅寛, 吉田博司, 上西朗弘, 鈴木清一, 中澤嘉明, 浜孝之, 宅田裕彦 : 鉄と鋼, 105 (2019), 86.
- 3) M. Kubo, Y. Nakazawa, H. Yoshida, S. Yonemura, T. Hama and H. Takuda : ISIJ Int., 56 (2016), 2259.
- 4) M. Kubo, Y. Nakazawa, T. Hama and H. Takuda : ISIJ Int., 57 (2017), 2185.
- 5) M. Kubo, T. Hama, Y. Tsunemi, Y. Nakazawa and H. Takuda : ISIJ Int., 58 (2018), 704.
- 6) 久保雅寛, 中澤嘉明, 浜孝之, 宅田裕彦 : 鉄と鋼, 104 (2018), 501.
- 7) 鈴木清一 : 顕微鏡, 45 (2010), 166.
- 8) M.A. Tschoop, B.B. Bartha, W.J. Porter, P.T. Murray and S.B. Fairchild : Metall. Trans. A, 40 (2009), 2363.
- 9) M. Azuma, G. Hansen, N. Hansen, G. Winther and X. Huang : Mater. Sci. Technol., 28 (2012), 1092.
- 10) T. Kuwabara, S. Ikeda and T. Kuroda : J. Mater. Process. Technol., 80 (1998), 517.
- 11) T. Kuwabara, A. Van Bael and E. Iizuka : Acta Mater., 50 (2002), 3717.

(2019年1月10日受付)