

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2018-517839

(P2018-517839A)

(43) 公表日 平成30年7月5日(2018.7.5)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C 2 1 D 9/46 (2006.01)</b>	C 2 1 D 9/46 P	4 E 0 4 8
<b>C 2 2 C 38/00 (2006.01)</b>	C 2 2 C 38/00 3 0 2 Z	4 K 0 3 2
<b>C 2 2 C 38/58 (2006.01)</b>	C 2 2 C 38/58	4 K 0 3 7
<b>C 2 1 D 8/02 (2006.01)</b>	C 2 1 D 9/46 G	
<b>B 2 1 D 28/24 (2006.01)</b>	C 2 1 D 8/02 D	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 124 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2017-552853 (P2017-552853)	(71) 出願人	505307611 ザ・ナノスティール・カンパニー・インコーポレーテッド
(86) (22) 出願日	平成28年4月8日 (2016.4.8)		アメリカ合衆国・ロードアイランド・02903・プロヴィデンス・ウエスト・エクスチェンジ・ストリート・272・スイート・300
(85) 翻訳文提出日	平成29年11月30日 (2017.11.30)	(74) 代理人	100108453 弁理士 村山 靖彦
(86) 国際出願番号	PCT/US2016/026740	(74) 代理人	100110364 弁理士 実広 信哉
(87) 国際公開番号	W02016/164788	(74) 代理人	100133400 弁理士 阿部 達彦
(87) 国際公開日	平成28年10月13日 (2016.10.13)		
(31) 優先権主張番号	62/146,048		
(32) 優先日	平成27年4月10日 (2015.4.10)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		
(31) 優先権主張番号	62/257,070		
(32) 優先日	平成27年11月18日 (2015.11.18)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 金属合金における端部形成能の改善

## (57) 【要約】

本開示は、せん断端部分又は打ち抜き穴の形成における等の、せん断の結果として起きる1つ又は複数の機械的特性の損失を受けてきた金属合金における、機械的特性を改善する方法に関する。他の方法では産業上の用途に対し制限要因として作用し得る、1つ又は複数のせん断端部を伴い形成された金属合金の機械的特性を改善する能力を提供する方法を開示する。

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

1つ又は複数のせん断端部の形成の結果として起きる機械的特性の損失を受けてきた金属合金における、1つ又は複数の機械的特性を改善する方法であって；

- a. 少なくとも50原子%の鉄及びSi、Mn、B、Cr、Ni、Cu又はCから選択される少なくとも4種以上の元素を含む金属合金を供給し、前記合金を融解し、250K/秒以下の速度で冷却するか又は2.0mm以上500mmまでの厚さに凝固させ、 $T_m$ 及び $2\mu m \sim 10,000\mu m$ のマトリックス結晶粒を有する合金を形成する工程と；
- b. 前記合金を、700 以上かつ前記合金の $T_m$ 未満の温度まで、 $10^{-6} \sim 10^4$ の歪み速度で加熱し、前記合金の前記厚さを低減し、921MPa～1413MPaの引張り強度及び12.0%～77.7%の伸びを有する第1の生成合金を準備する工程と；
- c. 前記第1の生成合金に圧力を印加し、1356MPa～1831MPaの引張り強度及び1.6%～32.8%の伸びを有する第2の生成合金を準備する工程と；
- d. 前記第2の生成合金を $T_m$ 未満の温度まで加熱し、 $0.5\mu m \sim 50\mu m$ のマトリックス結晶粒を有し、伸び( $E_1$ )を有する第3の生成合金を形成する工程と；
- e. 前記合金をせん断し、1つ又は複数のせん断端部を形成し、前記合金の伸びが $E_2$ 値まで低減され、 $E_2=(0.57 \sim 0.05)(E_1)$ である工程と；
- f. 前記1つ又は複数のせん断端部を伴う前記合金を再加熱し、工程(d)で観察された前記合金の低減された伸びが伸び $E_3=(0.48 \sim 1.21)(E_1)$ を有するレベルまで復活する工程と、を含む、方法。

10

20

## 【請求項2】

前記合金が、Fe及びSi、Mn、B、Cr、Ni、Cu又はCから選択される少なくとも5種以上の元素を含む、請求項1に記載の方法。

## 【請求項3】

前記合金が、Fe及びSi、Mn、B、Cr、Ni、Cu又はCから選択される少なくとも6種以上の元素を含む、請求項1に記載の方法。

## 【請求項4】

前記合金が、Fe、Si、Mn、B、Cr、Ni、Cu及びCを含む、請求項1に記載の方法。

## 【請求項5】

前記せん断が、打ち抜き、ピアシング、小穴抜き、切断、クロッピング、又はスタンピング中に起きる、請求項1に記載の方法。

30

## 【請求項6】

工程(d)における前記加熱が、400 から前記合金の $T_m$ 未満までの温度範囲においてである、請求項1に記載の方法。

## 【請求項7】

工程(d)における前記加熱が、前記合金の197～1372MPaの降伏応力をもたらす、請求項1に記載の方法。

## 【請求項8】

前記合金の前記せん断及び1つ又は複数のせん断端部の形成が、28mm/秒超の打ち抜き速度での打ち抜きにより起こり、前記打ち抜きが、再加熱工程(f)を提供し、伸びが、28mm/秒以下の速度で打ち抜いた伸びを超えて10%超増加する、請求項1に記載の方法。

40

## 【請求項9】

せん断端部を伴う穴の形成の結果として起きる穴広げ率損失を受けてきた金属合金における、穴広げ率を改善する方法であって：

- a. 少なくとも50原子%の鉄及びSi、Mn、B、Cr、Ni、Cu又はCから選択される少なくとも4種以上の元素を含む金属合金を供給し、前記合金を融解し、250K/秒以下の速度で冷却するか又は2.0mm以上500mmまでの厚さに凝固させ、 $T_m$ 及び $2\mu m \sim 10,000\mu m$ のマトリックス結晶粒を有する合金を形成する工程と；
- b. 前記合金を、700 以上かつ前記合金の $T_m$ 未満の温度まで、 $10^{-6} \sim 10^4$ の歪み速度で加熱し、前記合金の前記厚さを低減し、921MPa～1413MPaの引張り強度及び12.0%～77.7%の伸

50

びを有する第1の生成合金を準備する工程と；

c. 前記第1の生成合金に圧力を印加し、1356MPa～1831MPaの引張り強度及び1.6%～32.8%の伸びを有する第2の生成合金を準備する工程と；

d. 前記第2の生成合金を少なくとも650 かつ $T_m$ 未満の温度まで加熱し、 $0.5\ \mu\text{m}$ ～ $50\ \mu\text{m}$ のマトリックス結晶粒を有する第3の生成合金を形成し、せん断を用いてそこに穴を形成し、前記穴がせん断端部を有し、第1の穴広げ率( $HER_1$ )を有する工程と；

e. 前記穴及び関連する $HER_1$ を有する前記合金を加熱し、前記合金が第2の穴広げ率( $HER_2$ )を示し、 $HER_2 > HER_1$ である工程と、  
を含む、方法。

【請求項10】

前記合金が、Fe及びSi、Mn、B、Cr、Ni、Cu又はCから選択される少なくとも5種以上の元素を含む、請求項9に記載の方法。

【請求項11】

前記合金が、Fe及びSi、Mn、B、Cr、Ni、Cu又はCから選択される少なくとも6種以上の元素を含む、請求項9に記載の方法。

【請求項12】

前記合金が、Fe、Si、Mn、B、Cr、Ni、Cu及びCを含む、請求項9に記載の方法。

【請求項13】

前記せん断及び露出端部の形成が、打ち抜き、ピアシング、小穴抜き、切断、クロッピング、又はスタンピング中に起きる、請求項9に記載の方法。

【請求項14】

工程(d)における前記加熱が、400 から前記合金の $T_m$ 未満までの温度範囲においてである、請求項9に記載の方法。

【請求項15】

工程(d)における前記加熱が、前記合金の197～1372MPaの降伏応力をもたらす、請求項9に記載の方法。

【請求項16】

前記合金の前記せん断及び穴の形成が、10mm/秒以上の打ち抜き速度での打ち抜きにより起こり、この打ち抜きが、前記加熱工程(e)を引き起こす、請求項9に記載の方法。

【請求項17】

せん断端部を伴う穴の形成の結果として起きる穴広げ率損失を受けてきた金属合金における、穴広げ率を改善する方法であって：

a. 少なくとも50原子%の鉄及びSi、Mn、B、Cr、Ni、Cu又はCから選択される少なくとも4種以上の元素を含む金属合金を供給し、前記合金を融解し、250K/秒以下の速度で冷却するか又は2.0mm以上500mmまでの厚さに凝固させ、 $T_m$ 及び $2\ \mu\text{m}$ ～ $10,000\ \mu\text{m}$ のマトリックス結晶粒を有する合金を形成する工程と；

b. 前記合金を、700 以上かつ前記合金の $T_m$ 未満の温度まで、 $10^{-6}$ ～ $10^4$ の歪み速度で加熱し、前記合金の前記厚さを低減し、921MPa～1413MPaの引張り強度及び12.0%～77.7%の伸びを有する第1の生成合金を準備する工程と；

c. 前記第1の生成合金に圧力を印加し、1356MPa～1831MPaの引張り強度及び1.6%～32.8%の伸びを有する第2の生成合金を準備する工程と；

d. 前記第2の生成合金を、 $T_m$ 未満の温度まで加熱し、 $0.5\ \mu\text{m}$ ～ $50\ \mu\text{m}$ のマトリックス結晶粒を有する第3の生成合金を形成し、前記合金が、せん断を用いずそこに形成された穴に関して、30～130%の第1の穴広げ率( $HER_1$ )を有することを特徴とする工程と；

e. 前記第3の生成合金に穴を形成し、前記穴がせん断を用いて形成され、第2の穴広げ率( $HER_2$ )を示し、 $HER_2 = (0.01 \sim 0.30) (HER_1)$ である工程と；

f. 前記合金を加熱し、 $HER_2$ が、 $HER_3 = (0.60 \sim 1.0) HER_1$ の値まで回復する工程と、  
を含む、方法。

【請求項18】

前記合金が、Fe及びSi、Mn、B、Cr、Ni、Cu又はCから選択される少なくとも5種以上の

10

20

30

40

50

元素を含む、請求項17に記載の方法。

【請求項19】

前記合金が、Fe及びSi、Mn、B、Cr、Ni、Cu又はCから選択される少なくとも6種以上の元素を含む、請求項17に記載の方法。

【請求項20】

前記合金が、Fe、Si、Mn、B、Cr、Ni、Cu及びCを含む、請求項17に記載の方法。

【請求項21】

前記せん断及び露出端部の形成が、打ち抜き、ピアシング、小穴抜き、切断、クロッピング、又はスタンピング中に起きる、請求項17に記載の方法。

【請求項22】

工程(d)における前記加熱が、400 から前記合金の $T_m$ 未満までの温度範囲においてである、請求項17に記載の方法。

【請求項23】

前記せん断及び穴の形成が、10mm/秒以上の打ち抜き速度での打ち抜きにより起こり、この打ち抜きが、前記加熱工程(f)を引き起こし、穴広げ率が、10mm/秒未満の速度で打ち抜いた $HER_2$ を超えて10%超増加する、請求項17に記載の方法。

【請求項24】

金属合金に1つ又は複数の穴を打ち抜く方法であって：

a. 少なくとも50原子%の鉄及びSi、Mn、B、Cr、Ni、Cu又はCから選択される少なくとも4種以上の元素を含む金属合金を供給し、前記合金を融解し、250K/秒以下の速度で冷却するか又は2.0mm以上500mmまでの厚さに凝固させ、 $T_m$ 及び $2\mu m \sim 10,000\mu m$ のマトリックス結晶粒を有する合金を形成する工程と；

b. 前記合金を、700 以上かつ前記合金の $T_m$ 未満の温度まで、 $10^{-6} \sim 10^4$ の歪み速度で加熱し、前記合金の前記厚さを低減し、921MPa～1413MPaの引張り強度及び12.0%～77.7%の伸びを有する第1の生成合金を準備する工程と；

c. 前記第1の生成合金に圧力を印加し、1356MPa～1831MPaの引張り強度及び1.6%～32.8%の伸びを有する第2の生成合金を準備する工程と；

d. 前記第2の生成合金を、少なくとも400 かつ $T_m$ 未満の温度まで加熱し、 $0.5\mu m \sim 50\mu m$ のマトリックス結晶粒を有し、伸び( $E_1$ )を有する第3の生成合金を形成する工程と；

e. 前記合金に10mm/秒以上の打ち抜き速度で穴を打ち抜き、前記穴が10%以上の穴広げ率を示す工程と、

を含む、方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

関連出願の相互参照

本出願は、参照により全容が本明細書に組み込まれている、2015年4月10日に出願した米国仮特許出願第62/146,048号及び2015年11月18日に出願した米国仮特許出願第62/257,070号に基づく利益を主張するものである。

【0002】

本開示は、せん断端部分又は打ち抜き穴の形成における等の、せん断の結果として起きる1つ又は複数の機械的特性の損失を受けてきた金属合金における、機械的特性を改善する方法に関する。より詳細には、他の方法では産業上の用途に対し制限要因として作用し得る、1つ又は複数のせん断端部を伴い形成された金属合金の機械的特性を改善する能力を提供する方法を開示する。

【背景技術】

【0003】

古来の道具から現代の超高層ビル及び自動車まで、鋼は数百年の間、人間の革新を推し進めてきた。地殻内に豊富にあるため、鉄及びそれに関連する合金は、多くの手ごわい開発上の障害に対する解決策を人類に提供してきた。控えめな始まりから、鋼の開発は過去

10

20

30

40

50

2世紀間に著しく進歩し、数年毎に新規の様々な鋼が入手できるようになった。これらの鋼合金は、測定された特性、詳細には障害前の最大引張り歪み及び引張り応力に基づいて3つの部類に分けることができる。これらの3つの部類とは：低強度鋼(LSS)、高強度鋼(HSS)、及び超高強度鋼(AHSS)である。低強度鋼(LSS)は、一般に270MPa未満の引張り強度を呈するものとして分類され、非侵入型(interstitial free)及び軟鋼のタイプ等を含む。高強度鋼(HSS)は、270~700MPaの引張り強度を呈するものとして分類され、高強度低合金、高強度非侵入型及び焼付硬化性鋼のタイプ等を含む。超高強度鋼(AHSS)は、700MPa超の引張り強度により分類され、マルテンサイト系鋼(MS)、二相(DP)鋼、変態誘起塑性(TRIP)鋼、及び複合相(CP)鋼のタイプ等を含む。強度レベルが増加するにつれて、鋼の最大引張り伸び(延性)傾向は逆であり、高引張り強度における伸びの減少を伴う。例えば、LSS、HSS及びAHSSの引張り伸びは、それぞれ25%~55%、10%~45%、及び4%~30%の範囲である。

10

#### 【0004】

鋼製造は増加し続け、現在のUS製造はおよそ1年当たり1億トン、見積価格は\$750億である。車両における鋼利用度も高く、超高強度鋼(AHSS)では現在17%で、今後300%の成長が予測されている[American Iron and Steel Institute.(2013).Profile 2013.ワシントン, D.C.]。現在の市場動向及び政府規制が、車両における更に高い効率性に向かって押し進めている状況で、AHSSは質量比に対して高強度を提供するその能力をますます追求されている。AHSSの高強度により、同等の又は改善された機械的特性を依然として維持する一方で、設計者が完成部品の厚さを低減することが可能になる。部品の厚さ低減において、車両に関する同一の又は更に良好な機械的特性を達成し、それにより車両燃料効率を改善するために、より低重量が必要とされる。低重量により、安全性を危険にさらすことなく、設計者が車両の燃料効率を改善することが可能となる。

20

#### 【0005】

次世代鋼に属する1つの解決の鍵は、形成能である。形成能とは、亀裂、破断を伴わずに特定の幾何学形状に作製され、又は形成能を持たない場合は障害を被る、材料の能力である。高形成能鋼は、重量軽減を可能にする更に複雑な部品の幾何学形状の作製を可能にすることにより、部品設計者に恩恵をもたらす。形成能は、更に2つの異なる形態に分けられ得る：端部形成能及びバルク形成能。端部形成能とは、端部が特定の形状に形成される能力である。材料の端部は、打ち抜き(punching)、せん断、ピアシング(piercing)、スタンピング、小穴抜き(perforating)、切断、又はクロッピングを含むが、これらに限定されない、産業プロセスにおける様々な方法を通して作製される。更に、これらの端部を作製するために使用される装置は、その方法と同様に多種多様であり、様々なタイプの機械プレス、水圧プレス、及び/又は電磁プレスを含むが、これらに限定されない。用途及び操作を受ける材料に応じて、端部作製の速度範囲もまた、低くは0.25mm/秒程度及び高くは3700mm/秒程度の速度で広く変動する。多岐にわたる端部形成の方法、装置、及び速度により、今日の商業的使用において無数の異なる端部状態がもたらされる。

30

#### 【0006】

端部は、自由表面であり、板内の亀裂又は構造的変化等の欠陥により支配され、板端部の作製から生じる。これらの欠陥は、形成操作中に端部形成能に悪影響を及ぼし、端部における有効な延性の減少へとつながる。一方、バルク形成能は、形成操作中の金属の固有の延性、構造、及び関連する応力状態により支配される。バルク形成能は、転位、双晶形成、及び相変態等の利用できる変形機構により主に影響を受ける。これらの利用できる変形機構が材料内で十分に満たされると、改善されたバルク形成能が、これらの機構の数の増加及び有効性から生じ、バルク形成能は最大化する。

40

#### 【0007】

端部形成能は、板内に穴が作製され、その穴が円錐パンチにより拡大されることによる、穴広げ測定を通して測定され得る。以前の研究は、従来のAHSS材料は、穴広げにより測定すると、他のLSS及びHSSと比較して、低減した端部形成能に苦慮していることを示してきた[M.S.Billur, T.Altan, 「Challenges in forming advanced high strength steels」、Proceedings of New Developments in Sheet Metal Forming, 285~304頁、2012年]

50

。例えば、およそ400MPaの最大引張り強度を有する非侵入型鋼(IF)が、およそ100%の穴広げ率を達成するのに対して、780MPaの最大引張り強度を有する二相(DP)鋼は、20%未満の穴広げを達成する。この低減した端部形成能が、望ましいバルク形成能を所有するにもかかわらず、自動車用途にAHSSを採用することを困難にしている。

【先行技術文献】

【非特許文献】

【0008】

【非特許文献1】American Iron and Steel Institute.(2013).Profile 2013. ワシントン, D.C.

【非特許文献2】M.S.Billur, T.Altan, 「Challenges in forming advanced high strength steels」、Proceedings of New Developments in Sheet Metal Forming、285~304頁、2012年

【非特許文献3】Paul S.K., J Mater Eng Perform 2014;23:3610.

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0009】

1つ又は複数のせん断端部の形成の結果として起きる機械的特性の損失を受けてきた金属合金における、1つ又は複数の機械的特性を改善する方法は;

a. 少なくとも50原子%の鉄及びSi、Mn、B、Cr、Ni、Cu又はCから選択される少なくとも4種以上の元素を含む金属合金を供給し、前記合金を融解し、250K/秒以下の速度で冷却するか又は2.0mm以上500mmまでの厚さに凝固させ、 $T_m$ 及び $2\mu m \sim 10,000\mu m$ のマトリックス結晶粒を有する合金を形成する工程と;

b. 前記合金を、700 以上かつ前記合金の $T_m$ 未満の温度まで、 $10^{-6} \sim 10^4$ の歪み速度で加熱し、前記合金の前記厚さを低減し、921MPa~1413MPaの引張り強度を有する第1の生成合金を準備する工程と;

c. 前記第1の生成合金に圧力を印加し、1356MPa~1831MPaの引張り強度及び1.6%~32.8%の伸びを有する第2の生成合金を準備する工程と;

d. 前記第2の生成合金を $T_m$ 未満の温度まで加熱し、 $0.5\mu m \sim 50\mu m$ のマトリックス結晶粒を有し、伸び( $E_1$ )を有する第3の生成合金を形成する工程と;

e. 前記合金をせん断し、1つ又は複数のせん断端部を形成し、前記合金の伸びが $E_2$ 値まで低減され、 $E_2=(0.57 \sim 0.05)(E_1)$ である工程と;

f. 前記1つ又は複数のせん断端部を伴う前記合金を再加熱し、工程(d)で観察された前記合金の低減された伸びが伸び $E_3=(0.48 \sim 1.21)(E_1)$ を有するレベルまで復活する工程と、を含む。

【0010】

本開示はまた、せん断端部を伴う穴の形成の結果として起きる穴広げ率損失を受けてきた金属合金における、穴広げ率を改善する方法にも関し、該方法は:

a. 少なくとも50原子%の鉄及びSi、Mn、B、Cr、Ni、Cu又はCから選択される少なくとも4種以上の元素を含む金属合金を供給し、前記合金を融解し、250K/秒以下の速度で冷却するか又は2.0mm以上500mmまでの厚さに凝固させ、 $T_m$ 及び $2\mu m \sim 10,000\mu m$ のマトリックス結晶粒を有する合金を形成する工程と;

b. 前記合金を、700 以上かつ前記合金の $T_m$ 未満の温度まで、 $10^{-6} \sim 10^4$ の歪み速度で加熱し、前記合金の前記厚さを低減し、921MPa~1413MPaの引張り強度及び12.0%~77.7%の伸びを有する第1の生成合金を準備する工程と;

c. 前記第1の生成合金に圧力を印加し、1356MPa~1831MPaの引張り強度及び1.6%~32.8%の伸びを有する第2の生成合金を準備する工程と;

d. 前記第2の生成合金を、少なくとも650 かつ $T_m$ 未満の温度まで加熱し、 $0.5\mu m \sim 50\mu m$ のマトリックス結晶粒を有する第3の生成合金を形成し、せん断を用いてそこに穴を形成し、前記穴がせん断端部を有し、第1の穴広げ率( $HER_1$ )を有する工程と;

e. 前記穴及び関連する $HER_1$ を有する前記合金を加熱し、前記合金が第2の穴広げ率( $HER_2$ )

を示し、 $HER_2 > HER_1$ である工程と、  
を含む。

【0011】

本発明はまた、せん断端部を伴う穴の形成の結果として起きる穴広げ率損失を受けてきた金属合金における、穴広げ率を改善する方法にも関し、該方法は：

- a. 少なくとも50原子%の鉄及びSi、Mn、B、Cr、Ni、Cu又はCから選択される少なくとも4種以上の元素を含む金属合金を供給し、前記合金を融解し、250K/秒以下の速度で冷却するか又は2.0mm以上500mmまでの厚さに凝固させ、 $T_m$ 及び $2\mu m \sim 10,000\mu m$ のマトリックス結晶粒を有する合金を形成する工程と；
- b. 前記合金を、700 以上かつ前記合金の $T_m$ 未満の温度まで、 $10^{-6} \sim 10^4$ の歪み速度で加熱し、前記合金の前記厚さを低減し、921MPa～1413MPaの引張り強度及び12.0%～77.7%の伸びを有する第1の生成合金を準備する工程と；
- c. 前記第1の生成合金に圧力を印加し、1356MPa～1831MPaの引張り強度及び1.6%～32.8%の伸びを有する第2の生成合金を準備する工程と；
- d. 前記第2の生成合金を、少なくとも650 かつ $T_m$ 未満の温度まで加熱し、 $0.5\mu m \sim 50\mu m$ のマトリックス結晶粒を有する第3の生成合金を形成し、前記合金が、せん断を用いずそこに形成された穴に関して、30～130%の第1の穴広げ率( $HER_1$ )を有することを特徴とする工程と；
- e. 前記第2の生成合金に穴を形成し、前記穴がせん断を用いて形成され、第2の穴広げ率( $HER_2$ )を示し、 $HER_2 = (0.01 \sim 0.30)(HER_1)$ である工程と；
- f. 前記合金を加熱し、 $HER_2$ が、 $HER_3 = (0.60 \sim 1.0)HER_1$ の値まで回復する工程と、  
を含む。

【0012】

本発明はまた、金属合金に1つ又は複数の穴を打ち抜く方法にも関し、該方法は：

- a. 少なくとも50原子%の鉄及びSi、Mn、B、Cr、Ni、Cu又はCから選択される少なくとも4種以上の元素を含む金属合金を供給し、前記合金を融解し、250K/秒以下の速度で冷却するか又は2.0mm以上500mmまでの厚さに凝固させ、 $T_m$ 及び $2\mu m \sim 10,000\mu m$ のマトリックス結晶粒を有する合金を形成する工程と；
- b. 前記合金を、700 以上かつ前記合金の $T_m$ 未満の温度まで、 $10^{-6} \sim 10^4$ の歪み速度で加熱し、前記合金の前記厚さを低減し、921MPa～1413MPaの引張り強度及び12.0%～77.7%の伸びを有する第1の生成合金を準備する工程と；
- c. 前記第1の生成合金に圧力を印加し、1356MPa～1831MPaの引張り強度及び1.6%～32.8%の伸びを有する第2の生成合金を準備する工程と；
- d. 前記第2の生成合金を、少なくとも650 かつ $T_m$ 未満の温度まで加熱し、 $0.5\mu m \sim 50\mu m$ のマトリックス結晶粒を有し、伸び( $E_1$ )を有する第3の生成合金を形成する工程と；
- e. 前記合金に10mm/秒以上の打ち抜き速度で穴を打ち抜き、前記打ち抜き穴が10%以上の穴広げ率を示す工程と、  
を含む。

【0013】

以下の詳細な説明は、例証的な目的で提供され、本発明のいかなる態様にも制限を加えるものと考えらるべきではない添付の図を参照するとより良く理解されるであろう。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図1A】高強度ナノモーダル(Nanomodal)構造の形成及び関連する機構の構造経路である。

【図1B】再結晶モーダル(Modal)構造及び微細化高強度ナノモーダル構造の形成並びに関連する機構の構造経路である。

【図2】産業用加工工程に係る微細化高強度ナノモーダル構造の開発に向けた構造経路である。

【図3a】合金9からの実験的鑄造50mmスラブの画像である。

- 【図 3 b】合金12からの実験的鑄造50mmスラブの画像である。
- 【図 4 a】合金9からの実験的鑄造後の熱間圧延板の画像である。
- 【図 4 b】合金12からの実験的鑄造後の熱間圧延板の画像である。
- 【図 5 a】合金9からの実験的鑄造及び熱間圧延後の冷間圧延板の画像である。
- 【図 5 b】合金12からの実験的鑄造及び熱間圧延後の冷間圧延板の画像である。
- 【図 6】50mm厚さに鑄造された凝固合金1の微細構造である:a)鑄放し状態におけるモーダル構造の樹枝状性を示す後方散乱SEM顕微鏡写真、b)マトリックス結晶粒の詳細を示す明視野TEM顕微鏡写真、c)モーダル構造におけるフェライト相を呈する制限電子線回折を用いた明視野TEM。
- 【図 7】凝固後の合金1におけるモーダル構造のX線回折パターンである:a)実験データ、b)リートベルト微細化解析。 10
- 【図 8】1.7mm厚さに熱間圧延された後の合金1の微細構造である:a)均質化及び微細化されたナノモーダル構造を示す後方散乱SEM顕微鏡写真、b)マトリックス結晶粒の詳細を示す明視野TEM顕微鏡写真。
- 【図 9】熱間圧延後の合金1におけるナノモーダル構造のX線回折パターンである:a)実験データ、b)リートベルト微細化解析。
- 【図 10】1.2mm厚さに冷間圧延された後の合金1の微細構造である:a)冷間圧延後の高強度ナノモーダル構造を示す後方散乱SEM顕微鏡写真、b)マトリックス結晶粒の詳細を示す明視野TEM顕微鏡写真。
- 【図 11】冷間圧延後の合金1における高強度ナノモーダル構造のX線回折パターンである:a)実験データ、b)リートベルト微細化解析。 20
- 【図 12】熱間圧延、冷間圧延及び850℃で5分間の焼きなまし後の、再結晶モーダル構造を呈する合金1における微細構造の明視野TEM顕微鏡写真である:a)低倍率画像、b)オーステナイト相の結晶構造を示す選択電子線回折パターンを備えた高倍率画像。
- 【図 13】熱間圧延、冷間圧延及び850℃で5分間の焼きなまし後の、再結晶モーダル構造を呈する合金1における微細構造の後方散乱SEM顕微鏡写真である:a)低倍率画像、b)高倍率画像。
- 【図 14】焼きなまし後の合金1における再結晶モーダル構造のX線回折パターンである:a)実験データ、b)リートベルト微細化解析。
- 【図 15】引張り変形後に形成された微細化高強度ナノモーダル構造(混合微視的成分構造)を示す合金1における微細構造の明視野TEM顕微鏡写真である:a)未変態構造の大結晶粒及び微細化結晶粒を有する変態した「ポケット」;b)「ポケット」内の微細化構造。 30
- 【図 16】微細化高強度ナノモーダル構造(混合微視的成分構造)を示す合金1における微細構造の後方散乱SEM顕微鏡写真である:a)低倍率画像、b)高倍率画像。
- 【図 17】冷間変形後の合金1における微細化高強度ナノモーダル構造のX線回折パターンである:a)実験データ、b)リートベルト微細化解析。
- 【図 18】50mm厚さに鑄造された凝固合金2の微細構造である:a)鑄放し状態におけるモーダル構造の樹枝状性を示す後方散乱SEM顕微鏡写真、b)マトリックス結晶粒の詳細を示す明視野TEM顕微鏡写真。
- 【図 19】凝固後の合金2におけるモーダル構造のX線回折パターンである:a)実験データ、b)リートベルト微細化解析。 40
- 【図 20】1.7mm厚さに熱間圧延された後の合金2の微細構造である:a)均質化及び微細化されたナノモーダル構造を示す後方散乱SEM顕微鏡写真、b)マトリックス結晶粒の詳細を示す明視野TEM顕微鏡写真。
- 【図 21】熱間圧延後の合金2におけるナノモーダル構造のX線回折パターンである:a)実験データ、b)リートベルト微細化解析。
- 【図 22】1.2mm厚さに冷間圧延された後の合金2の微細構造である:a)冷間圧延後の高強度ナノモーダル構造を示す後方散乱SEM顕微鏡写真、b)マトリックス結晶粒の詳細を示す明視野TEM顕微鏡写真。
- 【図 23】冷間圧延後の合金2における高強度ナノモーダル構造のX線回折パターンである 50



:a)実験データ、b)リートベルト微細化解析。

【図24】熱間圧延、冷間圧延及び850℃で10分間の焼きなまし後の、再結晶モーダル構造を呈する合金2における微細構造の明視野TEM顕微鏡写真である:a)低倍率画像、b)オーステナイト相の結晶構造を示す電子線回折パターンを電子線回折パターンを備えた高倍率画像。

【図25】熱間圧延、冷間圧延及び850℃で10分間の焼きなまし後の、再結晶モーダル構造を呈する合金2における微細構造の後方散乱SEM顕微鏡写真である:a)低倍率画像、b)高倍率画像。

【図26】焼きなまし後の合金2における再結晶モーダル構造のX線回折パターンである:a)実験データ、b)リートベルト微細化解析。

10

【図27】引張り変形後に形成された微細化高強度ナノモーダル構造(混合微視的成分構造)を示す合金2における微細構造である:a)微細化結晶粒を有する変態した「ポケット」の明視野TEM顕微鏡写真;b)微細構造の後方散乱SEM顕微鏡写真。

【図28】冷間変形後の合金2における微細化高強度ナノモーダル構造のX線回折パターンである:a)実験データ、b)リートベルト微細化解析。

【図29】実験的加工の様々な段階での合金1の引張り特性である。

【図30】実験的加工の様々な段階での合金13の引張り結果である。

【図31】実験的加工の様々な段階での合金17の引張り結果である。

【図32】熱間圧延状態における及び冷間圧延/焼きなましサイクルの各工程後の板の引張り特性であり、各サイクルでの全特性の可逆性を実証している:a)合金1、b)合金2。

20

【図33】2個の支え及び1個の押金具(former)を備える曲げ装置を示す曲げ試験略図である(国際標準化機構、2005年)。

【図34】180°まで試験を行った合金1からの試料の曲げ試験画像である:a)亀裂を伴わず180°まで試験を行った試料一式の写真、及びb)試験試料の曲がりの近接撮影像。

【図35】a)選択された合金からの打ち抜き、かつEDM切断被験体の引張り試験結果であり、打ち抜き端部損傷に起因する特性低下を実証している;b)EDM切断被験体用に選択された合金の引張り曲線である。

【図36】合金1における被験体端部のSEM画像である:a)EDM切断後及びb)打ち抜き後。

【図37】合金1における端部付近の微細構造のSEM画像である:a)EDM切断被験体及びb)打ち抜き被験体。

30

【図38】焼きなましの前及び後の合金1からの打ち抜き被験体の引張り試験結果であり、焼きなましによる端部損傷からの全特性の回復を実証している。同一の合金のEDM切断被験体に関するデータを参照用に示す。

【図39】焼きなましを伴う及び伴わない、合金1からの打ち抜き被験体に関する引張り応力-歪み曲線の例である。

【図40】引張り応力-歪み曲線であり、400℃~850℃の間の範囲における回復温度までの、冷間圧延された合金1の応答を例証している;a)引張り曲線、b)降伏強さ。

【図41a】高度に変形され集合組織のある(textured)高強度ナノモーダル構造を呈する、冷間圧延された合金1試料の明視野TEM画像である:低倍率画像。

【図41b】高度に変形され集合組織のある高強度ナノモーダル構造を呈する、冷間圧延された合金1試料の明視野TEM画像である:高倍率画像。

40

【図42a】高度に変形され集合組織のある高強度ナノモーダル構造を呈し、再結晶が起きていない、450℃で10分間焼きなましされた合金1試料の明視野TEM画像である:低倍率画像。

【図42b】高度に変形され集合組織のある高強度ナノモーダル構造を呈し、再結晶が起きていない、450℃で10分間焼きなましされた合金1試料の明視野TEM画像である:高倍率画像。

【図43a】再結晶開始の前兆を示すナノスケール結晶粒を呈する、600℃で10分間焼きなましされた合金1試料の明視野TEM画像である:低倍率画像。

【図43b】再結晶開始の前兆を示すナノスケール結晶粒を呈する、600℃で10分間焼き

50

なましされた合金1試料の明視野TEM画像である：高倍率画像。

【図44a】広範囲の再結晶を示す大結晶粒を呈する、650 で10分間焼きなましされた合金1試料の明視野TEM画像である：低倍率画像。

【図44b】広範囲の再結晶を示す大結晶粒を呈する、650 で10分間焼きなましされた合金1試料の明視野TEM画像である：高倍率画像。

【図45a】小分率の未変態領域を伴う再結晶した結晶粒を呈する、700 で10分間焼きなましされた合金1試料の明視野TEM画像であり、電子線回折は再結晶した結晶粒がオーステナイトであることを示す：低倍率画像。

【図45b】小分率の未変態領域を伴う再結晶した結晶粒を呈する、700 で10分間焼きなましされた合金1試料の明視野TEM画像であり、電子線回折は再結晶した結晶粒がオーステナイトであることを示す：高倍率画像。

【図46】焼きなまし時の温度に対する本明細書の鋼合金の応答を表す、モデル時間温度変態図である。Aとラベル付けされた加熱曲線では、回復機構が作動している。Bとラベル付けされた加熱曲線では、回復及び再結晶の両方の機構が作動している。

【図47a】異なる温度における合金1の焼きなましの前及び後の打ち抜き被験体の引張り特性である。

【図47b】異なる温度における合金9の焼きなましの前及び後の打ち抜き被験体の引張り特性である。

【図47c】異なる温度における合金12の焼きなましの前及び後の打ち抜き被験体の引張り特性である。

【図48】構造解析用の試料位置の略図である。

【図49a】打ち抜きのままの状態における合金1の打ち抜きE8試料である：写真の右側に位置する打ち抜き端部における三角形の変形域を示す低倍率画像。加えて、これに続く顕微鏡写真の近接撮影領域を提供する。

【図49b】打ち抜きのままの状態における合金1の打ち抜きE8試料である：変形域を示す高倍率画像。

【図49c】打ち抜きのままの状態における合金1の打ち抜きE8試料である：変形域から遠く離れた再結晶構造を示す高倍率画像。

【図49d】打ち抜きのままの状態における合金1の打ち抜きE8試料である：変形域における変形構造を示す高倍率画像。

【図50a】650 で10分間の焼きなまし後の合金1の打ち抜きE8試料である：垂直方向に打ち抜いた、端部における変形域を示す低倍率画像。加えて、これに続く顕微鏡写真の近接撮影領域を提供する。

【図50b】650 で10分間の焼きなまし後の合金1の打ち抜きE8試料である：変形域を示す高倍率画像。

【図50c】650 で10分間の焼きなまし後の合金1の打ち抜きE8試料である：変形から遠く離れた再結晶構造を示す高倍率画像。

【図50d】650 で10分間の焼きなまし後の合金1の打ち抜きE8試料である：変形域における回復構造を示す高倍率画像。

【図51a】700 で10分間の焼きなまし後の合金1の打ち抜きE8試料である：垂直方向に打ち抜いた、端部における変形域を示す低倍率画像。加えて、これに続く顕微鏡写真の近接撮影領域を提供する。

【図51b】700 で10分間の焼きなまし後の合金1の打ち抜きE8試料である：変形域を示す高倍率画像。

【図51c】700 で10分間の焼きなまし後の合金1の打ち抜きE8試料である：変形域から遠く離れた再結晶構造を示す高倍率画像。

【図51d】700 で10分間の焼きなまし後の合金1の打ち抜きE8試料である：変形域における再結晶構造を示す高倍率画像。

【図52a】合金1から異なる速度で打ち抜いた被験体の引張り特性である。

【図52b】合金9から異なる速度で打ち抜いた被験体の引張り特性である。

10

20

30

40

50

- 【図5 2 c】合金12から異なる速度で打ち抜いた被験体の引張り特性である。
- 【図5 3】打ち抜き対ミリング加工(milled)の穴の場合における、合金1に関するHER結果である。
- 【図5 4】HER試験の被験体からの、SEM顕微鏡及び微小硬度の測定用試料に関する板取りである。
- 【図5 5】微小硬度測定位置の略図である。
- 【図5 6 a】EDM切断を伴う合金1のHER試験試料における微小硬度測定プロファイルである。
- 【図5 6 b】打ち抜き穴を伴う合金1のHER試験試料における微小硬度測定プロファイルである。
- 【図5 7】穴の打ち抜き及び穴広げ中の端部構造変態の進行を表す、加工及び形成の異なる段階における合金1に関する微小硬度のプロファイルである。
- 【図5 8】打ち抜き及びミリング加工の穴を有する合金1からのHER試験試料に関する微小硬度データである。円は、穴端部に関するTEM試料の位置を表す。
- 【図5 9】HER試験前の合金1板試料における微細構造の明視野TEM画像である。
- 【図6 0】穴端部から約1.5mmの位置での、打ち抜き穴(HER=5%)を有する合金1からのHER試験試料における微細構造の明視野TEM顕微鏡写真である:a)主要未変態構造;b)部分的変態構造の「ポケット」。
- 【図6 1】2つの異なる領域における穴端部から約1.5mmの位置での、ミリング加工穴(HER=73.6%)を有する合金1からのHER試験試料における微細構造の明視野TEM顕微鏡写真である:a)及びb)。
- 【図6 2】合金1試料における打ち抜き穴の端部付近の正確な試料化用に使用される集束イオンビーム(FIB)技術である:a)ミリング加工のTEM試料の一般的試料位置を示すFIB技術、b)穴端部から表示された位置にある切抜きTEM試料の近接撮影像。
- 【図6 3】穴端部から約10マイクロメートルの位置での、打ち抜き穴を有する合金1からの試料における微細構造の明視野TEM顕微鏡写真である。
- 【図6 4】打ち抜き穴の焼きなましを伴う及び伴わない、合金1に関する穴広げ率測定値である。
- 【図6 5】打ち抜き穴の焼きなましを伴う及び伴わない、合金9に関する穴広げ率測定値である。
- 【図6 6】打ち抜き穴の焼きなましを伴う及び伴わない、合金12に関する穴広げ率測定値である。
- 【図6 7】打ち抜き穴の焼きなましを伴う及び伴わない、合金13に関する穴広げ率測定値である。
- 【図6 8】打ち抜き穴の焼きなましを伴う及び伴わない、合金17に関する穴広げ率測定値である。
- 【図6 9】異なる端部状態を用いて試験を行った合金1の引張り性能である。打ち抜き端部状態を有する引張り試料は、ワイヤEDM切断及び打ち抜きとそれに続く焼きなまし(850で10分間)の端部状態を有する引張り試料と比較すると、低減した引張り性能を有することに留意されたい。
- 【図7 0】端部状態の関数として、合金1の穴広げ率応答により測定された端部形成能である。打ち抜き状態における穴は、ワイヤEDM切断及び打ち抜きとそれに続く焼きなまし(850で10分間)の状態における穴より、低い端部形成能を有することに留意されたい。
- 【図7 1】打ち抜き速度の関数として、穴広げ率により測定された合金1の端部形成能の打ち抜き速度依存性である。打ち抜き速度の増加と一致した、穴広げ率の増加に留意されたい。
- 【図7 2】打ち抜き速度の関数として、穴広げ率により測定された合金9の端部形成能の打ち抜き速度依存性である。およそ25mm/秒の打ち抜き速度まで穴広げ率が急増し、続いて穴広げ率が漸増することに留意されたい。
- 【図7 3】打ち抜き速度の関数として、穴広げ率により測定された合金12の端部形成能の

10

20

30

40

50

打ち抜き速度依存性である。およそ25mm/秒の打ち抜き速度まで穴広げ率が急増し、続いて100mm/秒超の打ち抜き速度で穴広げ率は増加し続けることに留意されたい。

【図74】穴広げ率により測定された市販の二相980(Dual Phase980)鋼の端部形成能の打ち抜き速度依存性である。市販の二相980鋼に関して、試験を行った全ての打ち抜き速度で、穴広げ率は±3%の変動を伴い一貫して21%であることに留意されたい。

【図75】非平面の打ち抜き幾何学形状の略図である:6°テーパ状(左)、7°円錐体(中央)、及び円錐平底(conical flat)(右)。全寸法はミリメートルである。

【図76】28mm/秒、114mm/秒、及び228mm/秒の打ち抜き速度での合金1に対する打ち抜き幾何学形状効果である。合金1に関して、228mm/秒の打ち抜き速度で、打ち抜き幾何学形状効果は少なくなることに留意されたい。

【図77】28mm/秒、114mm/秒、及び228mm/秒の打ち抜き速度での合金9に対する打ち抜き幾何学形状効果である。7°の円錐の打ち抜き及び円錐平底の打ち抜きは、最高穴広げ率をもたらすことに留意されたい。

【図78】28mm/秒、114mm/秒、及び228mm/秒の打ち抜き速度での合金12に対する打ち抜き幾何学形状効果である。228mm/秒の打ち抜き速度での7°の円錐の打ち抜きは、全ての合金に関して測定された、最高穴広げ率をもたらすことに留意されたい。

【図79】228mm/秒の打ち抜き速度での合金1に対する打ち抜き幾何学形状効果である。全ての打ち抜き幾何学形状は、およそ21%にほぼ等しい穴広げ率をもたらすことに留意されたい。

【図80】穴広げ率により測定された市販の鋼グレードの端部形成能の穴打ち抜き速度依存性である。穴広げ率は、全ての試験グレードにおいて、打ち抜き速度の増加に伴い改善を示さないことに留意されたい。

【図81】合金1及び合金9のデータと共に、[Paul S.K., J Mater Eng Perform 2014;23:3610.]からの選択された市販の鋼グレードに関するデータを用いた同文献による予測の、不均一伸び及び穴広げ率の相関である。合金1及び合金9のデータは、予想線に従わず、予想よりはるかに低いHER値を有することに留意されたい。

【発明を実施するための形態】

【0015】

構造及び機構

図1A及び図1Bに示されるように、本明細書の鋼合金は、特定の機構を通して構造形成の独自の経路を経る。最初の構造形成は、合金を融解し、冷却し、凝固させ、モーダル構造(構造#1、図1A)を有する合金を形成することから始まる。モーダル構造は、主としてオーステナイトマトリックス(ガンマ-Fe)を呈し、特有の合金化学成分に応じて、フェライト結晶粒(アルファ-Fe)、マルテンサイト、並びにホウ化物(ホウ素が存在する場合)及び/又は炭化物(炭素が存在する場合)を含む沈殿物を含有し得る。モーダル構造の粒度は、合金化学成分及び凝固状態に応じて変わる。例えば、より厚い鑄放し構造(例えば、2.0mm以上の厚さ)は、相対的に遅い冷却速度(例えば、250K/秒以下の冷却速度)で、相対的により大きいマトリックス粒度をもたらす。したがって、厚さは、2.0~500mmの範囲であり得ることが好ましい。モーダル構造は、実験的鑄造において、2~10,000µmの粒度及び/又は樹枝状結晶長を有するオーステナイトマトリックス(ガンマ-Fe)、及び0.01~5.0µmの大きさの沈殿物を呈することが好ましい。マトリックス粒度及び沈殿物の大きさは、商業的生産において、合金化学成分、出発鑄造厚さ及び特定の加工パラメータに応じて10倍まで大きくなり得る。モーダル構造を有する本明細書の鋼合金は、出発厚さの大きさ及び特定の合金化学成分に応じて、典型的には、以下の引張り特性、144~514MPaの降伏応力、411~907MPaの範囲の最大引張り強度、及び3.7~24.4%の合計延性を呈する。

【0016】

モーダル構造(構造#1、図1A)を有する本明細書の鋼合金は、鋼合金を1つ又は複数の熱及び応力のサイクルに曝露することにより、ナノ相微細化(機構#1、図1A)を通して均質化及び微細化され、最終的にナノモーダル構造(構造#2、図1A)の形成へとつながり得る。より詳細には、モーダル構造は、2.0mm以上の厚さで形成されるか、又は250K/秒以下の冷却

10

20

30

40

50

速度で形成されると、厚さの低減を伴い、700 の温度まで、固相線温度( $T_m$ )未満の温度まで、 $10^{-6} \sim 10^4$ の歪み速度で加熱されることが好ましい。構造#2への変態は、鋼合金が、温度及び応力の継続的適用中に、かつ熱間圧延中に起きるように構成され得る等の厚さの低減中に、機械的変形を受けるため、中間体の均質化モーダル構造(構造#1a、図1A)を通して、連続様式で起きる。

#### 【0017】

ナノモーダル構造(構造#2、図1A)は、主要オーステナイトマトリックス(ガンマ-Fe)を有し、化学成分に応じて、フェライト結晶粒(アルファ-Fe)並びに/又はホウ化物(ホウ素が存在する場合)及び/若しくは炭化物(炭素が存在する場合)等の沈殿物を更に含有し得る。出発粒度に応じて、ナノモーダル構造は、典型的には、実験的鑄造において、1.0~100  $\mu\text{m}$ の粒度を有する主要オーステナイトマトリックス(ガンマ-Fe)及び/又は1.0~200nmの大きさの沈殿物を呈する。マトリックス粒度及び沈殿物の大きさは、商業的生産において、合金化学成分、出発鑄造厚さ及び特定の加工パラメータに応じて、5倍まで大きくなり得る。ナノモーダル構造を有する本明細書の鋼合金は、典型的には、以下の引張り特性、264~574MPaの降伏応力、921~1413MPaの範囲の最大引張り強度、及び12.0~77.7%の合計延性を呈する。構造#2は、1mm~500mmの厚さで形成されることが好ましい。

10

#### 【0018】

ナノモーダル構造(構造#2、図1A)を有する本明細書の鋼合金が、周囲温度/周囲温度に近い温度(例えば、25 +/-5 )で応力を施されると、動的ナノ相強化機構(機構#2、図1A)が作動し、高強度ナノモーダル構造(構造#3、図1A)の形成へとつながる。応力は、合金化学成分に応じて、250~600MPaの範囲の、合金それぞれの降伏応力を超えるレベルであることが好ましい。高強度ナノモーダル構造は、典型的には、フェライトマトリックス(アルファ-Fe)を呈し、合金化学成分に応じて、オーステナイト結晶粒(ガンマ-Fe)並びにホウ化物(ホウ素が存在する場合)及び/又は炭化物(炭素が存在する場合)を含み得る沈殿結晶粒を更に含有し得る。強化変態は、機構#2を動的な方法と定義する印加応力下で歪み中に起き、その間に、準安定性オーステナイト相(ガンマ-Fe)が沈殿物を伴いフェライト(アルファ-Fe)に変態することに留意されたい。出発化学成分に応じて、オーステナイトの分率は安定であり、変態しないことに留意されたい。典型的には、低くは5体積パーセント程度、かつ高くは95体積パーセント程度のマトリックスが変態する。高強度ナノモーダル構造は、典型的には、実験的鑄造において、25nm~50  $\mu\text{m}$ のマトリックス粒度を有するフェライトマトリックス(アルファ-Fe)及び1.0~200nmの大きさの沈殿物を呈する。マトリックス粒度及び沈殿物の大きさは、商業的生産において、合金化学成分、出発鑄造厚さ及び特定の加工パラメータに応じて、2倍まで大きくなり得る。高強度ナノモーダル構造を有する本明細書の鋼合金は、典型的には、以下の引張り特性、718~1645MPaの降伏応力、1356~1831MPaの範囲の最大引張り強度、及び1.6~32.8%の合計延性を呈する。構造#3は、0.2~25.0mmの厚さで形成されることが好ましい。

20

30

#### 【0019】

高強度ナノモーダル構造(構造#3、図1A及び図1B)は、再結晶(機構#3、図1B)を経る可能性を有し、合金の融点未満で加熱を施されると、フェライト結晶粒がオーステナイトに戻る変態を伴い、再結晶モーダル構造(構造#4、図1B)の形成へとつながる。ナノスケール沈殿物の部分溶解もまた起きる。ホウ化物及び/又は炭化物は、合金化学成分に応じて、材料中に存在可能である。完全変態が起きる好ましい温度範囲は、650 から、特定の合金の $T_m$ までの範囲である。再結晶すると、構造#4は転位又は双晶をほとんど含有せず、積層欠陥が一部の再結晶した結晶粒内に見出される。400~650 の低い温度で回復機構が起こり得ることに留意されたい。再結晶モーダル構造(構造#4、図1B)は、典型的には、実験的鑄造において、0.5~50  $\mu\text{m}$ の粒度を有する主要オーステナイトマトリックス(ガンマ-Fe)及び1.0~200nmの大きさの沈殿結晶粒を呈する。マトリックス粒度及び沈殿物の大きさは、商業的生産において、合金化学成分、出発鑄造厚さ及び特定の加工パラメータに応じて、2倍まで大きくなり得る。再結晶モーダル構造を有する本明細書の鋼合金は、典型的には、以下の引張り特性、197~1372MPaの降伏応力、799~1683MPaの範囲の最大引張り強

40

50

度、及び10.6～86.7%の合計延性を呈する。

【0020】

再結晶モーダル構造(構造#4、図1B)を有する本明細書の鋼合金は、周囲温度/周囲温度に近い温度(例えば、25 +/-5 )で、降伏を超える応力の印加時に、ナノ相微細化及び強化(機構#4、図1B)を経て、微細化高強度ナノモーダル構造(構造#5、図1B)の形成へとつながる。機構#4を開始する応力は、197～1372MPaの範囲の、降伏応力を超えるレベルであることが好ましい。機構#2と同様に、ナノ相微細化及び強化(機構#4、図1B)は動的方法であり、その間に、準安定性オーステナイト相が沈殿物を伴いフェライトに変態し、同一合金に関する構造#3と比較して、一般に更なる結晶粒微細化をもたらす。微細化高強度ナノモーダル構造(構造#5、図1B)の1つの独特な特徴は、相変態中に、不規則に分散した微細構造の「ポケット」内でかなりの微細化が起きるが、一方、他の領域は未変態のままであることである。出発化学成分に応じて、オーステナイトの分率は安定であり、安定化オーステナイトを含有する領域は変態しないことに留意されたい。典型的には、分散した「ポケット」内の、低くは5体積パーセント程度、かつ高くは95体積パーセント程度のマトリックスが変態する。ホウ化物(ホウ素が存在する場合)及び/又は炭化物(炭素が存在する場合)は、合金化学成分に応じて、材料中に存在可能である。微細構造の未変態部分は、0.5～50 μmの大きさのオーステナイト結晶粒(ガンマ-Fe)で表され、1～200nmの大きさの分散した沈殿物を更に含有し得る。これらの高度に変形されたオーステナイト結晶粒は、変形中に起きる既存の転位プロセスに起因し、相対的に大多数の転位を含有し、高分率の転位( $10^8 \sim 10^{10} \text{mm}^{-2}$ )をもたらす。変形中に微細構造の変態した部分は、ナノ相微細化及び強化(機構#4、図1B)を通して、更なる沈殿物を伴い、微細化フェライト結晶粒(アルファ-Fe)で表される。実験的鑄造では、フェライト(アルファ-Fe)微細化結晶粒の大きさは50～2000nmに変化し、沈殿物の大きさは1～200nmの範囲である。マトリックス粒度及び沈殿物の大きさは、商業的生産において、合金化学成分、出発鑄造厚さ及び特定の加工パラメータに応じて、2倍まで大きくなり得る。変態した「ポケット」及び高度に微細化された微細構造の大きさは、典型的には、0.5～20 μmに変化する。微細構造における変態領域対未変態領域の体積分率は、オーステナイト安定性を含む合金化学成分を変化させることにより、典型的には、それぞれ、95:5の比～5:95に変化し得る。微細化高強度ナノモーダル構造を有する本明細書の鋼合金は、典型的には、以下の引張り特性、718～1645MPaの降伏応力、1356～1831MPaの範囲の最大引張り強度、及び1.6～32.8%の合計延性を呈する。

10

20

30

【0021】

微細化高強度ナノモーダル構造(構造#5、図1B)を有する本明細書の鋼合金は、次に昇温状態に曝露され、再結晶モーダル構造(構造#4、図1B)の形成へと戻ることにつながり得る。完全変態が起きる典型的な温度範囲は、650 から、特定の合金の $T_m$ までの範囲であり(図1Bに示す)、一方、400 から650 未満の温度までのより低い温度は回復機構を作動させ、部分的再結晶を起こし得る。応力印加及び加熱を複数回繰り返すことにより、目的とする特性を有する、相対的に薄いゲージの板、相対的に直径の小さい管又は棒、最終部品の複雑な形状等を含むが、これらに限定されない、所望の製品幾何学形状を達成し得る。したがって、材料の最終厚さは、0.2～25mmの範囲になり得る。本明細書の鋼合金中に、全ての段階で、 $Fm\bar{3}m$ (#225)空間群を有する立方晶系の沈殿物が存在し得ることに留意されたい。追加的なナノスケール沈殿物は、動的ナノ相強化機構(機構#2)及び/又はナノ相微細化及び強化(機構#4)を通して、変形の結果として形成され得て、 $P6_3mc$ 空間群(#186)を有する六方晶族(dihexagonal pyramidal class)六方晶相(hexagonal phase)及び/又は六方晶系 $P6\bar{2}c$ 空間群(#190)を有する三方晶族(ditrigonal dipyramidal class)で表される。沈殿物の性質及び体積分率は、合金組成及び加工履歴に応じて変わる。ナノ沈殿物の大きさは、1nm～数十ナノメートルに変化し得るが、ほとんどの場合20nm未満である。沈殿物の体積分率は、一般に20%未満である。

40

【0022】

スラブ鑄造を通じた板製造中の機構

本明細書の鋼合金のための構造及び可能機構は、既存のプロセスの流れを使用して、商

50

業的生産に適用することができる。図2を参照されたい。鋼スラブは、多数の後続加工変型を用いて、一般的に連続鋳造により製造され、一般的に板状コイルである最終製品形態に到達する。本明細書の鋼合金における、板状製品へのスラブ加工の各工程に関する鋳造から最終製品までの構造進化の詳細を図2に示す。

#### 【0023】

本明細書の鋼合金におけるモーダル構造(構造#1)の形成は、合金凝固中に起きる。モーダル構造は、本明細書の合金を、その融点を超える範囲で、かつ1100 ~ 2000 の範囲の温度で加熱し、好ましくは $1 \times 10^3 \sim 1 \times 10^{-3}$  K/秒の範囲に冷却することに相当する、合金の融解温度未満に冷却することにより形成され得ることが好ましい。鋳放し厚さは、典型的には20 ~ 150mmの範囲の厚さにおける薄型スラブ鋳造及び典型的には150 ~ 500mmの範囲の厚さにおける厚型スラブ鋳造を用いる製造方法に応じて変わる。したがって、鋳放し厚さは、20 ~ 500mmの範囲になり得て、その全ての値は1mm毎の段階的である。したがって、鋳放し厚さは、21mm、22mm、23mm等、500mmまでであり得る。

10

#### 【0024】

合金からの凝固スラブの熱間圧延は、次の加工工程であり、厚型スラブ鋳造の場合のトランスファーか、又は薄型スラブ鋳造の場合のコイルのいずれかを製造する。該方法中に、モーダル構造は、ナノ相微細化(機構#1)を通して、連続様式で、部分的に次に全体的に均質化モーダル構造(構造#1a)に変態する。均質化及びその結果得られた微細化がいったん完了すると、ナノモーダル構造(構造#2)が形成する。熱間圧延プロセスの製造物である、得られた熱間帯コイルは、典型的には、1 ~ 20mm厚さの範囲である。

20

#### 【0025】

冷間圧延は、特定の用途の目的とする厚さを達成するために利用される、板製造用に広く使用される方法である。AHSSに関して、より薄いゲージは通例0.4 ~ 2mmの範囲を目的とする。より細かいゲージ厚さを達成するために、パスとパスの間の中間焼きなましを伴うか又は伴わない、複数パスを通して冷間圧延が適用され得る。パス当たりの典型的な低減は、材料特性及び機器能力に応じて、5 ~ 70%である。中間焼きなまし前のパス数もまた、材料特性及び冷間変形中の歪み硬化レベルに応じて変わる。本明細書の鋼合金に関して、冷間圧延は動的ナノ相強化(機構#2)を誘発し、得られた板の広範囲の歪み硬化へとつながり、かつ高強度ナノモーダル構造(構造#3)の形成へとつながる。本明細書の合金からの冷間圧延板の特性は、合金化学成分に応じて変わり、冷間圧延低減により制御されて、全体冷間圧延(すなわち、硬質)製品を産出し得るか、又はある範囲の特性(すなわち1/4、1/2、3/4の硬質等)を産出するように行うことができる。特定のプロセスの流れ、特に出発厚さ及び熱間圧延のゲージ低減の量に応じて、更に冷間圧延のゲージ低減を可能にする材料の延性を回復するために、焼きなましが必要とされることが多い。中間体のコイルは、バッチ焼きなまし又は連続焼きなましライン等の従来の方法を利用することにより焼きなましされ得る。本明細書の鋼合金に関する冷間変形した高強度ナノモーダル構造(構造#3)は、焼きなまし中に再結晶(機構#3)を経て、再結晶モーダル構造(構造#4)の形成へとつながる。この段階で、再結晶コイルは、合金化学成分及び目的とする市場に応じて、高度な特性組み合わせを有する最終製品であり得る。更に薄いゲージの板が必要とされる場合には、再結晶コイルは更に冷間圧延を施され、1つ又は複数のサイクルの冷間圧延/焼きなましにより実現され得る目的とする厚さに達成し得る。再結晶モーダル構造(構造#4)を有する本明細書の合金からの板の更なる冷間変形は、ナノ相微細化及び強化(機構#4)を通して、微細化高強度ナノモーダル構造(構造#5)への構造変態へとつながる。その結果、最終ゲージ及び微細化高強度ナノモーダル構造(構造#5)を有する全体硬質コイルが形成され得るか、又はサイクルの最終工程としての焼きなましの場合は、最終ゲージ及び再結晶モーダル構造(構造#4)

30

40

を有する板状コイルもまた製造され得る。本明細書の合金からの再結晶板状コイルが、冷間スタンピング、油圧成形、ロール成形等の任意のタイプの冷間変形により完成部品製造に利用されると、微細化高強度ナノモーダル構造(構造#5)が最終製品/部品内に存在する。最終製品は、板、プレート、細片、パイプ及び管並びに様々な金属細工プロセスを通し

50

て作製される無数の複雑な部品を含む多くの異なる形態であり得る。

【0026】

端部形成能の機構

再結晶モーダル構造(構造#4)から微細化高強度ナノモーダル構造(構造#5)へ、次に再結晶モーダル構造(構造#4)へと戻り進行するこれらの相変態のサイクル性は、本明細書の鋼合金の独自の現象及び特色の1つである。以前に述べたように、本サイクルの特色は、板、特に、より薄いゲージ厚さが必要とされる場合(例えば、0.2~25mmの範囲の厚さ)のAHSの商業的製造中に適用することができる。更に、これらの可逆的機構は、本明細書の鋼合金の広範囲に及ぶ産業的利用に適用することができる。本明細書の鋼合金に関する本出願における引張り及び曲げ特性により実証されるように、バルク板形成能の例外的な組み合わせを呈する一方、相変態の独自のサイクルの特色は、他のAHSSにとって重大な制限要因であり得る端部形成能を可能にする。以下の表1(表1)は、応力印加及び加熱のサイクルを通して得られるナノ相微細化及び強化(機構#4)を通して、該構造及び性能の特色の要約を提供する。バルク板及び端部形成能の両方の例外的組み合わせを生み出すために、これらの構造及び機構がどのように利用され得るかを、続いて本明細書に記載する。

10

【0027】

【表1】

Table 1 応力印加/加熱のサイクルを通じた構造及び性能

特性/機構	構造#4 再結晶モーダル構造	構造#5 微細化高強度ナノモーダル構造	
		未変態	変態「ポケット」
構造形成	冷間加工材料において昇温時に起きる再結晶	残留オーステナイト結晶粒	分散した微細構造「ポケット」において機械的応力の適用を通して起きるナノ相微細化及び強化機構
変態	冷間変形した鉄マトリックスの再結晶	任意選択の沈殿	応力により誘起されたオーステナイトのフェライト及び沈殿物への変態
可能な相	オーステナイト、任意選択でフェライト、沈殿物	オーステナイト、任意選択で沈殿物	フェライト、任意選択でオーステナイト、沈殿物
マトリックス粒度	0.5~50 μm	0.5~50 μm	50~2000nm
沈殿物の大きさ	1~200nm	1~200nm	1~200nm
引張り応答	構造形成及び変態分率に基づいて達成した特性実績	構造形成及び変態分率に基づいて達成した特性実績	
降伏応力	197~1372MPa	718~1645MPa	
引張り強度	799~1683MPa	1356~1831MPa	
全伸び	6.6~86.7%	1.6~32.8%	

20

30

40

50



【 0 0 2 8 】

本文

利用される好ましい原子比率を提供する、本明細書の合金の化学組成をTable 2(表2)に示す。

【 0 0 2 9 】

【表 2 A】

Table 2 合金の化学組成

合金	Fe	Cr	Ni	Mn	Cu	B	Si	C
合金 1	75.75	2.63	1.19	13.86	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 2	73.99	2.63	1.19	13.18	1.55	1.54	5.13	0.79
合金 3	77.03	2.63	3.79	9.98	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 4	78.03	2.63	5.79	6.98	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 5	79.03	2.63	7.79	3.98	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 6	78.53	2.63	3.79	8.48	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 7	79.53	2.63	5.79	5.48	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 8	80.53	2.63	7.79	2.48	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 9	74.75	2.63	1.19	14.86	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 10	75.25	2.63	1.69	13.86	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 11	74.25	2.63	1.69	14.86	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 12	73.75	2.63	1.19	15.86	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 13	77.75	2.63	1.19	11.86	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 14	74.75	2.63	2.19	13.86	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 15	73.75	2.63	3.19	13.86	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 16	74.11	2.63	2.19	13.86	1.29	0.00	5.13	0.79
合金 17	72.11	2.63	2.19	15.86	1.29	0.00	5.13	0.79
合金 18	78.25	2.63	0.69	11.86	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 19	74.25	2.63	1.19	14.86	1.15	0.00	5.13	0.79
合金 20	74.82	2.63	1.50	14.17	0.96	0.00	5.13	0.79
合金 21	75.75	1.63	1.19	14.86	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 22	77.75	2.63	1.19	13.86	0.65	0.00	3.13	0.79
合金 23	76.54	2.63	1.19	13.86	0.65	0.00	5.13	0.00
合金 24	67.36	10.70	1.25	10.56	1.00	5.00	4.13	0.00
合金 25	71.92	5.45	2.10	8.92	1.50	6.09	4.02	0.00
合金 26	61.30	18.90	6.80	0.90	0.00	5.50	6.60	0.00
合金 27	71.62	4.95	4.10	6.55	2.00	3.76	7.02	0.00

10

20

30

40

【表 2 B】

合金 28	62.88	16.00	3.19	11.36	0.65	0.00	5.13	0.79
合金 29	72.50	2.63	0.00	15.86	1.55	1.54	5.13	0.79
合金 30	80.19	0.00	0.95	13.28	1.66	2.25	0.88	0.79
合金 31	77.65	0.67	0.08	13.09	1.09	0.97	2.73	3.72
合金 32	78.54	2.63	1.19	13.86	0.65	0.00	3.13	0.00
合金 33	83.14	1.63	8.68	0.00	1.00	4.76	0.00	0.79
合金 34	75.30	2.63	1.34	14.01	0.80	0.00	5.13	0.79
合金 35	74.85	2.63	1.49	14.16	0.95	0.00	5.13	0.79

10

## 【 0 0 3 1 】

上記から分かるように、本明細書の合金は、50原子%以上のFeを有する鉄をベースとした金属合金である。より好ましくは、本明細書の合金は、表示した原子%の以下の元素を含む、それから本質的になる、又はそれからなると記載され得る:Fe(61.30~83.14原子%);Si(0~7.02原子%);Mn(0~15.86原子%);B(0~6.09原子%);Cr(0~18.90原子%);Ni(0~8.68原子%);Cu(0~2.00原子%);C(0~3.72原子%)。加えて、本明細書の合金は、Fe及びSi、Mn、B、Cr、Ni、Cu又はCから選択される少なくとも4種以上、又は5種以上、又は6種以上の元素を含むことを理解されたい。最も好ましくは、本明細書の合金は、Si、Mn、B、Cr、Ni、Cu及びCと共に、50原子%以上のレベルのFeを含む、それから本質的になる、又はそれからなる。

20

## 【 0 0 3 2 】

合金の実験的加工

産業的製造の各工程のモデルを作製するために、より小規模であるが、Table 2(表2)における合金の実験的加工を行った。本方法の主要工程として、以下が挙げられる:鑄造、トンネル炉加熱、熱間圧延、冷間圧延、及び焼きなまし。

30

## 【 0 0 3 3 】

鑄造

Table 2(表2)の原子比率に基づいて、既知の化学成分及び不純含有物を有する市販の鉄添加粉末(ferroadditive powders)を使用して、合金を量り分けて3,000~3,400グラムの範囲の装入物とした。装入物を、ジルコニア被覆シリカるつぼ内に入れ、これをIndutherm VTC800V真空傾斜式鑄造機内に置いた。次に、鑄造機は、融解物の酸化を防止するために、鑄造前に数回、鑄造チャンパー及び融解チャンパーを真空引きしてアルゴンを充填して大気圧まで戻した。融解物を、合金組成及び装入物重量に応じて、14kHz RF誘導コイルを用いて完全融解するまでおよそ5.25~6.5分間加熱した。最後の固体の融解を確認した後、更に30~45秒間加熱し、過熱状態を提供し、かつ融解物の均質性を確実にすることが可能であった。次に鑄造機は、融解チャンパー及び鑄造チャンパーを真空引きして、るつぼを傾斜させ、水冷式銅ダイ中の厚さ50mm、幅75~80mm、及び深さ125mmの経路に融解物を流し込んだ。融解物を、チャンパーがアルゴンをを用いて大気圧まで充填される前に真空下で200秒間放冷した。2種の異なる合金からの実験的鑄造スラブの写真例を図3に示す。

40

## 【 0 0 3 4 】

トンネル炉加熱

熱間圧延の前に、実験用スラブをLucifer EHS3GT-B18炉に入れ加熱した。炉設定ポイン

50

トは、合金の融点に応じて1100 ~ 1250 の間で変化する。スラブを熱間圧延の前に40分間均熱しておき、目的とする温度に確実に到達させた。熱間圧延のパス間に、スラブを4分間炉に戻し、スラブを再加熱しておいた。

#### 【0035】

##### 熱間圧延

予熱したスラブを、トンネル炉からFenn Model 061二段圧延機(2 high rolling mill)へと押出した。空冷させる前に、50mmスラブを好ましくは圧延機を通して熱間圧延を5~8パス行った。パスの開始後、各スラブを80~85%の間に低減し、7.5~10mmの間の最終厚さにした。冷却後、得られた各板を分割し、下部190mmを圧延機を通して熱間圧延を更に3~4パス行い、更にプレートを72~84%の間に低減し、1.6~2.1mmの間の最終厚さにした。熱間圧延後の2種の異なる合金からの実験的鑄造スラブの写真例を図4に示す。

10

#### 【0036】

##### 冷間圧延

熱間圧延後に得られた板を酸化アルミニウムでメディアブラスト(media blast)し、ミルスケールを除去し、次にFenn Model 061二段圧延機で冷間圧延した。冷間圧延は複数パスを取り、板の厚さを典型的には1.2mmの目的とする厚さまで低減する。熱間圧延された板を、最小ロールギャップに到達するまでギャップを着実に減少させて、圧延機内に供給した。材料が目的とするゲージにまだ到達しない場合は、1.2mm厚さが達成されるまで、最小ロールギャップでのパスを更に使用した。実験用圧延機能力の限界のため、多数のパスを適用した。2種の異なる合金からの冷間圧延板の写真例を図5に示す。

20

#### 【0037】

##### 焼きなまし

冷間圧延後、引張り被験体をワイヤEDMを介して冷間圧延板から切断した。次に、Table 3(表3)に列記した異なるパラメーターを用いて、これらの被験体の焼きなましを行った。焼きなまし1a、1b、2bを、Lucifer 7HT-K12箱形炉内で実行した。焼きなまし2a及び3を、Camco Model G-ATM-12FL炉内で実行した。空気焼きならしをした被験体を、サイクルの最後に炉から取り出し、空気中で室温まで放冷した。被験体の炉冷のために、焼きなましの最後に炉を遮断し、試料を炉で放冷した。加熱処理を例証のため選択したが、範囲を限定することを意図するものではないことに留意されたい。各合金に関して、融点直下までの高温処理が可能である。

30

#### 【0038】

【表 3】

Table 3 焼きなましパラメーター

焼きなまし	加熱	温度	ドウェル	冷却	雰囲気
1a	予熱した炉	850℃	5分	空気焼きならし	空気+アルゴン
1b	予熱した炉	850℃	10分	空気焼きならし	空気+アルゴン
2a	20℃/時	850℃	360分	500℃まで45℃/ 時 次に炉冷	水素+アルゴン
2b	20℃/時	850℃	360分	500℃まで45℃/ 時 次に空気焼 きならし	空気+アルゴン
3	20℃/時	1200℃	120分	炉冷	水素+アルゴン

10

20

## 【0039】

## 合金特性

本明細書の合金の熱解析を、凝固鑄放しスラブに関して、Netzsch Pegasus 404示差走査熱量計(DSC)を使用して実施した。合金試料をアルミナるつぼに入れ、次にDSC内に入れた。次に、DSCはチャンパーを真空引きして、アルゴンを充填して大気圧まで戻した。次にアルゴンの一定パーセントを開始し、系内の酸素量を更に低減するために、ガス流路内にジルコニウムゲッターを組み込んだ。試料を完全に融解するまで加熱し、完全に凝固するまで冷却し、次に融解を通して10 /分で再加熱した。第2の融解から、平衡状態における材料の代表的測定を確実にするために、固相線温度、液相線温度、及びピーク温度の測定を行った。Table 2(表2)に列記した合金では、融解は、約1111 からの融解開始を伴い、合金化学成分及び約1476 までの最終融解温度に応じて、1段階又は複数段階で起きる(Table 4(表4))。融解挙動における変動は、合金の化学成分に応じて、合金の凝固時の複合相形成を反映する。

30

## 【0040】

【表 4 A】

Table 4 融解挙動に関する示差熱解析データ

合金	固相線温度 (°C)	液相線温度 (°C)	融解ピーク#1 (°C)	融解ピーク#2 (°C)	融解ピーク#3 (°C)
合金 1	1390	1448	1439		
合金 2	1157	1410	1177	1401	
合金 3	1411	1454	1451		
合金 4	1400	1460	1455		
合金 5	1415	1467	1464		
合金 6	1416	1462	1458		
合金 7	1421	1467	1464		
合金 8	1417	1469	1467		
合金 9	1385	1446	1441		
合金 10	1383	1442	1437		
合金 11	1384	1445	1442		
合金 12	1385	1443	1435		
合金 13	1401	1459	1451		
合金 14	1385	1445	1442		
合金 15	1386	1448	1441		
合金 16	1384	1439	1435		
合金 17	1376	1442	1435		
合金 18	1395	1456	1431	1449	1453
合金 19	1385	1437	1432		
合金 20	1374	1439	1436		
合金 21	1391	1442	1438		
合金 22	1408	1461	1458		
合金 23	1403	1452	1434	1448	
合金 24	1219	1349	1246	1314	1336
合金 25	1186	1335	1212	1319	
合金 26	1246	1327	1268	1317	
合金 27	1179	1355	1202	1344	
合金 28	1158	1402	1176	1396	
合金 29	1159	1448	1168	1439	
合金 30	1111	1403	1120	1397	
合金 31	1436	1475	1464		

10

20

30

40

【 0 0 4 1 】

【表 4 B】

合金 32	1436	1476	1464		
合金 33	1153	1418	1178	1411	
合金 34	1397	1448	1445		
合金 35	1394	1444	1441		

【 0 0 4 2 】

10

熱間圧延された材料の9mm厚さ部分に関して、アルキメデス方法を使用して、空気中及び蒸留水中の両方における秤量を可能にする特別に構成された天秤で、合金の密度を測定した。各合金の密度をTable 5(表5)に表し、7.57~7.89g/cm<sup>3</sup>の範囲であることが見出された。本技術の精度は、±0.01g/cm<sup>3</sup>である。

【 0 0 4 3 】

【表 5】

Table 5 合金の密度

合金	密度 (g/cm <sup>3</sup> )		合金	密度 (g/cm <sup>3</sup> )
合金 1	7.78		合金 19	7.77
合金 2	7.74		合金 20	7.78
合金 3	7.82		合金 21	7.78
合金 4	7.84		合金 22	7.87
合金 5	7.76		合金 23	7.81
合金 6	7.83		合金 24	7.67
合金 7	7.79		合金 25	7.71
合金 8	7.71		合金 26	7.57
合金 9	7.77		合金 27	7.67
合金 10	7.78		合金 28	7.73
合金 11	7.77		合金 29	7.89
合金 12	7.77		合金 30	7.78
合金 13	7.80		合金 31	7.89
合金 14	7.78		合金 32	7.89
合金 15	7.79		合金 33	7.78
合金 16	7.79		合金 34	7.77
合金 17	7.77		合金 35	7.78
合金 18	7.79			

10

20

30

## 【 0 0 4 4 】

引張り特性を、Instron 3369機械的試験用フレームでInstron社のBluehill制御ソフトウェアを使用して測定した。全試験を室温で、下部をつかみ具で固定し、上部を上方に0.012mm/秒の速度で移動するつかみ具に取り付けて実行した。歪みデータを、Instron社の先進ビデオ伸び計(Advanced Video Extensometer)を使用して収集した。Table 3(表3)に列記したパラメータを用いた焼きなまし後の、Table 2(表2)に列記した合金の引張り特性を、以下のTable 6(表6)～Table 10(表10)に示す。6.6～86.7%の引張り伸びを伴い、最大引張り強度値は799～1683MPaに変化し得る。降伏応力は、197～978MPaの範囲である。本明細書の鋼合金における機械的特徴値は、合金化学成分及び加工条件に応じて変わる。加熱処理における変動は、特定の合金化学成分の加工を通して、可能な特性変動を更に例証する。

40

## 【 0 0 4 5 】



【表 6 A】

Table 6 加熱処理 1a 後の選択された合金に関する引張りデータ

合金	降伏応力 (MPa)	最大引張り強度 (MPa)	引張り伸び (%)
合金 1	443	1212	51.1
	458	1231	57.9
	422	1200	51.9
合金 2	484	1278	48.3
	485	1264	45.5
	479	1261	48.7
合金 3	458	1359	43.9
	428	1358	43.7
	462	1373	44.0
合金 4	367	1389	36.4
	374	1403	39.1
	364	1396	32.1
合金 5	510	1550	16.5
	786	1547	18.1
	555	1552	16.2
合金 6	418	1486	34.3
	419	1475	35.2
	430	1490	37.3
合金 7	468	1548	20.2
	481	1567	20.3
	482	1545	19.3
合金 8	851	1664	13.6
	848	1683	14.0
	859	1652	12.9

10

20

30

40

【 0 0 4 6 】

【表 6 B】

合金 9	490	1184	58.0
	496	1166	59.1
	493	1144	56.6
合金 10	472	1216	60.5
	481	1242	58.7
	470	1203	55.9
合金 11	496	1158	65.7
	498	1155	58.2
	509	1154	68.3
合金 12	504	1084	48.3
	515	1105	70.8
	518	1106	66.9
合金 13	478	1440	41.4
	486	1441	40.7
	455	1424	42.0
合金 22	455	1239	48.1
	466	1227	55.4
	460	1237	57.9
合金 23	419	1019	48.4
	434	1071	48.7
	439	1084	47.5
合金 28	583	932	61.5
	594	937	60.8
	577	930	61.0
合金 29	481	1116	60.0
	481	1132	55.4
	486	1122	56.8

10

20

30

40

【 0 0 4 7 】

【表 6 C】

合金 30	349	1271	42.7
	346	1240	36.2
	340	1246	42.6
合金 31	467	1003	36.0
	473	996	29.9
	459	988	29.5
合金 32	402	1087	44.2
	409	1061	46.1
	420	1101	44.1

【 0 0 4 8 】

【表 7 A】

Table 7 加熱処理 1b 後の選択された合金に関する引張りデータ

合金	降伏応力 (MPa)	最大引張り強度 (MPa)	引張り伸び (%)
合金 1	487	1239	57.5
	466	1269	52.5
	488	1260	55.8
合金 2	438	1232	49.7
	431	1228	49.8
	431	1231	49.4
合金 9	522	1172	62.6
	466	1170	61.9
	462	1168	61.3
合金 12	471	1115	63.3
	458	1102	69.3
	454	1118	69.1
合金 13	452	1408	40.5
	435	1416	42.5
	432	1396	46.0
合金 14	448	1132	64.4
	443	1151	60.7
	436	1180	54.3
合金 15	444	1077	66.9
	438	1072	65.3
	423	1075	70.5
合金 16	433	1084	67.5
	432	1072	66.8
	423	1071	67.8
合金 17	420	946	74.6
	421	939	77.0
	425	961	74.9
合金 19	496	1124	67.4
	434	1118	64.8
	435	1117	67.4

10

20

30

40

【表 7 B】

合金 20	434	1154	58.3
	457	1188	54.9
	448	1187	60.5
合金 21	421	1201	54.3
	427	1185	59.9
	431	1191	47.8
合金 24	554	1151	23.5
	538	1142	24.3
	562	1151	24.3
合金 25	500	1274	16.0
	502	1271	15.8
	483	1280	16.3
合金 26	697	1215	20.6
	723	1187	21.3
	719	1197	21.5
合金 27	538	1385	20.6
	574	1397	20.9
	544	1388	21.8
合金 33	978	1592	6.6
	896	1596	7.2
	953	1619	7.5
合金 34	467	1227	56.7
	476	1232	52.7
	462	1217	51.6
合金 35	439	1166	56.3
	438	1166	59.0
	440	1177	58.3

10

20

30

【 0 0 5 0 】

40

【表 8】

Table 8 加熱処理 2a 後の選択された合金に関する引張りデータ

合金	降伏応力 (MPa)	最大引張り強度 (MPa)	引張り伸び (%)
合金 2	367	1174	46.2
	369	1193	45.1
	367	1179	50.2
合金 30	391	1118	55.7
	389	1116	60.5
	401	1113	59.5
合金 32	413	878	17.6
	399	925	20.5
	384	962	21.0
合金 31	301	1133	37.4
	281	1125	38.7
	287	1122	39.0

10

20

【 0 0 5 1 】

【表 9 A】

Table 9 加熱処理 2b 後の選択された合金に関する引張りデータ

合金	降伏応力 (MPa)	最大引張り強度 (MPa)	引張り伸び (%)
合金 1	396	1093	31.2
	383	1070	30.4
	393	1145	34.7
合金 2	378	1233	49.4
	381	1227	48.3
	366	1242	47.7
合金 3	388	1371	41.3
	389	1388	42.6
合金 4	335	1338	21.7
	342	1432	30.1
	342	1150	17.3
合金 5	568	1593	15.2
	595	1596	13.1
	735	1605	14.6
合金 6	399	1283	17.5
	355	1483	24.8
	386	1471	23.8
合金 7	605	1622	16.3
	639	1586	15.2
合金 8	595	1585	13.6
	743	1623	14.1
	791	1554	13.9
合金 9	381	1125	53.3
	430	1111	44.8
	369	1144	51.1
合金 10	362	1104	37.8
	369	1156	43.5
合金 11	397	1103	52.4
	390	1086	50.9
	402	1115	50.4

10

20

30

40

【表 9 B】

合金 12	358	1055	64.7
	360	1067	64.4
	354	1060	62.9
合金 13	362	982	17.3
	368	961	16.3
	370	989	17.0
合金 14	385	1165	59.0
	396	1156	55.5
	437	1155	57.9
合金 15	357	1056	70.3
	354	1046	68.2
	358	1060	70.7
合金 16	375	1094	67.6
	384	1080	63.4
	326	1054	65.2
合金 17	368	960	77.2
	370	955	77.9
	358	951	75.9
合金 18	326	1136	17.3
	338	1192	19.1
	327	1202	18.5
合金 19	386	1134	64.5
	378	1100	60.5
	438	1093	52.5
合金 20	386	1172	56.2
	392	1129	42.0
	397	1186	57.8
合金 21	363	1141	49.0
合金 22	335	1191	45.7
	322	1189	41.5
	348	1168	34.5
合金 23	398	1077	44.3
	367	1068	44.8

10

20

30

40



【表 9 C】

合金 24	476	1149	28.0
	482	1154	25.9
	495	1145	26.2
合金 25	452	1299	16.0
	454	1287	15.8
	441	1278	15.1
合金 26	619	1196	26.6
	615	1189	26.2
	647	1193	26.1
合金 27	459	1417	17.3
	461	1410	16.8
	457	1410	17.1
合金 28	507	879	52.3
	498	874	42.5
	493	880	44.7
合金 32	256	1035	42.3
	257	1004	42.1
	257	1049	34.8
合金 33	830	1494	8.4
	862	1521	8.1
	877	1519	8.8
合金 34	388	1178	59.8
	384	1197	57.7
	370	1177	59.1
合金 35	367	1167	58.5
	369	1167	58.4
	375	1161	59.7

10

20

30

【表 10 A】

Table 10 加熱処理 3 後の選択された合金に関する引張りデータ

合金	降伏応力 (MPa)	最大引張り強度 (MPa)	引張り伸び (%)
合金 1	238	1142	47.6
	233	1117	46.3
	239	1145	53.0
合金 3	266	1338	38.5
	N/A	1301	37.7
	N/A	1291	35.6
合金 4	N/A	1353	27.7
	N/A	1337	26.1
	N/A	1369	29.0
合金 5	511	1462	12.5
	558	1399	10.6
合金 6	311	1465	24.6
	308	1467	21.8
	308	1460	25.0
合金 7	727	1502	12.5
	639	1474	11.3
	685	1520	12.4
合金 8	700	1384	12.3
	750	1431	13.3
合金 9	234	1087	55.0
	240	1070	56.4
	242	1049	58.3
合金 10	229	1073	50.6
	228	1082	56.5
	229	1077	54.2
合金 11	232	1038	63.8
	232	1009	62.4
	228	999	66.1

10

20

30

40

【表 10 B】

合金 12	229	979	65.6
	228	992	57.5
	222	963	66.2
合金 13	277	1338	37.3
	261	1352	35.9
	272	1353	34.9
合金 14	228	1074	58.5
	239	1077	54.1
	230	1068	49.1
合金 15	206	991	60.9
	208	1024	58.9
合金 16	199	1006	57.7
	242	987	53.4
	208	995	57.0
合金 17	222	844	72.6
	197	867	64.9
	213	869	66.5
合金 18	288	1415	32.6
	300	1415	32.1
	297	1421	29.6
合金 19	225	1032	58.5
	213	1019	61.1
	214	1017	58.4
合金 20	233	1111	57.3
	227	1071	53.0
	230	1091	49.4
合金 21	238	1073	50.6
	228	1069	56.5
	246	1110	52.0
合金 22	217	1157	47.0
	236	1154	46.8
	218	1154	47.7

10

20

30

40

【 0 0 5 6 】

【表 10C】

合金 23	208	979	45.4
	204	984	43.4
	204	972	38.9
合金 28	277	811	86.7
	279	802	86.0
	277	799	82.0
合金 32	203	958	33.3
	206	966	39.5
	210	979	36.3
合金 34	216	1109	52.8
	230	1144	55.9
	231	1123	52.3
合金 35	230	1104	51.7
	231	1087	59.0
	220	1084	54.4

10

20

## 【実施例】

## 【0057】

## (実施例1)

## 合金1における構造発達経路

50mm厚さを有する実験用スラブを合金1から鑄造し、次に、本出願の本文に記載したように、熱間圧延、冷間圧延及び850 で5分間の焼きなましによる実験的加工を行った。合金の微細構造を、SEM、TEM及びX線解析により加工の各工程で調べた。

30

## 【0058】

SEM研究用に、スラブ試料の横断面を低砥粒を有するSiC紙やすり上で研削し、次にダイヤモンドメディアペーストを用いて1 $\mu$ mに至るまで次第に研磨した。0.02 $\mu$ m砥粒のSiO<sub>2</sub>溶液を用いて最終研磨を行った。微細構造を、Carl Zeiss SMT Inc.社製造のEVO-MA10走査電子顕微鏡を使用してSEMにより調べた。TEM被験体を調製するために、試料を最初にEDMにより切断し、次に毎回、低砥粒のパッドを用いて研削により薄化した。それぞれ9 $\mu$ m、3 $\mu$ m及び1 $\mu$ mのダイヤモンド懸濁溶液を用いた研磨により、60~70 $\mu$ m厚さの箔を作製するために更なる薄化を行った。直径3mmの円板を箔から打ち抜き、ツイングジェット式研磨機を使用して電解研磨で最終研磨を完了した。使用した化学溶液は、メタノールベースに混合した30%硝酸であった。TEM観察には不十分な薄さ領域の場合は、TEM被験体をGatan社の精密イオン研磨システム(Precision Ion Polishing System)(PIPS)を使用してイオンミリングしてもよい。イオンミリングは、通例、4.5keVで行われ、傾斜角は4°から2°へと低減され、薄領域を拡大した。TEM研究を、JEOL 2100高分解能顕微鏡を使用し、200kVで操作して行った。X線回折を、Cu K X線管を備えるPANalytical社のX'Pert MPD回折計を使用し、45kV、40mAのフィラメント電流で操作して行った。0.01°のステップ幅及び25°~95°の2 $\theta$ 、装置のゼロ点シフトを調整するためのシリコンを組み込んでスキャンを行った。次に、得られたスキャンを、続いてリートベルト解析を使用して、Siroquantソフトウェアを使用して解析した。

40

## 【0059】

50

モーダル構造は、50mm厚さを有する合金1のスラブ内に凝固後に形成された。モーダル構造(構造#1)は、いくつかの相から構成される樹枝状構造により表される。図6aでは、後方散乱SEM画像は、マトリックス相が明るいコントラストである一方、暗いコントラストで示される樹枝を示す。SEM顕微鏡写真において表示されるように(黒い穴)、小さい鑄造孔が見出されることに留意されたい。TEM研究は、マトリックス相が積層欠陥を伴う主にオーステナイト(ガンマ-Fe)であることを示す(図6b)。積層欠陥の存在は、面心立方構造(オーステナイト)を示す。TEMはまた、モーダル構造内に他の相が形成され得ることも示唆している。図6cに示されるように、制限電子線回折パターンに基づいて、体心立方構造(アルファ-Fe)を有するフェライト相として確認される暗い相が見出される。X線回折解析は、合金1のモーダル構造がオーステナイト、フェライト、鉄マンガ化合物及びいくつかのマルテンサイトを含むことを示す(図7)。一般に、オーステナイトは、合金1のモーダル構造における主要相であるが、商業的生産中の冷却速度等の他の因子が、体積分率の変動を伴うマルテンサイト等の第2の相の形成に影響を及ぼし得る。

【0060】

【表11】

Table 11 合金1に関する凝固後のX線回折データ  
(モーダル構造)

確認された相	相の詳細
$\gamma$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=3.583 Å
$\alpha$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:229(Im3m) LP:a=2.876 Å
マルテンサイト	構造:正方晶系 空間群#:139(I4/mmm) LP: a=2.898 Å c=3.018 Å
鉄マンガ化合物	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=4.093 Å

【0061】

モーダル構造(構造#1、図1A)を有する合金1の昇温での変形は、モーダル構造の均質化及び微細化を誘起する。この場合は熱間圧延を適用したが、熱間プレス、熱間鍛造、熱間押出を含むが、これらに限定されない他のプロセスが同様の効果を達成し得る。熱間圧延中に、モーダル構造中の樹枝状結晶は分解かつ微細化され、最初に均質化モーダル構造(構造#1a、図1A)形成へとつながる。熱間圧延中の微細化は、ナノ相微細化(機構#1、図1A)を通して、動的再結晶と共に起きる。均質化モーダル構造は、熱間圧延を繰り返し適用することにより次第に微細化され、ナノモーダル構造(構造#2、図1A)の形成へとつながり得る。図8aは、1250 °Cで50mm~約1.7mmに熱間圧延された後の合金1の後方散乱SEM顕微鏡写真を示す。大きさが数十マイクロメートルの塊が熱間圧延中に動的再結晶から得られ、結晶粒の内部は相対的に滑らかな面であり、欠陥がほとんどないことを表していることが分

かる。図8bに示されるように、TEMは更に、大きさが数百ナノメートル未満の副結晶粒が形成されることを明らかにする。図9及びTable 12(表12)に示されるように、X線回折解析は、熱間圧延後の合金1のナノモーダル構造は、フェライト及び鉄マンガ化合物等の他の相を伴い、主にオーステナイトを含有することを示す。

【 0 0 6 2 】

【 表 1 2 】

Table 12 合金1に関する熱間圧延後のX線回折データ

(ナノモーダル構造)

確認された相	相の詳細
$\gamma$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=3.595 Å
$\alpha$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:229(Im3m) LP:a=2.896 Å
鉄マンガ化合物	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=4.113 Å

10

20

30

40

【 0 0 6 3 】

ナノモーダル構造を有する合金1の周囲温度における更なる変形(すなわち、冷間変形)により、動的ナノ相強化(機構#2、図1A)を通して、高強度ナノモーダル構造(構造#3、図1A)への変態が起きる。冷間変形は、冷間圧延及び、引張り変形、又は打ち抜き、押出、スタンピング等の他のタイプの変形により達成され得る。冷間変形中に、合金化学成分に応じて、ナノモーダル構造中の大部分のオーステナイトは、結晶粒微細化を伴いフェライトに変態する。図10aは、冷間圧延された合金1の後方散乱SEM顕微鏡写真を示す。熱間圧延後のナノモーダル構造中の滑らかな結晶粒と比較して、冷間変形した結晶粒は粗く、結晶粒内の激しい塑性変形を表している。図10aに示されるように、合金化学成分に応じて、特に冷間圧延により、一部の合金内に変形双晶が生成され得る。図10bは、冷間圧延された合金1の微細構造のTEM顕微鏡写真を示す。変形により生み出された転位に加えて、相変態に起因する微細化結晶粒もまた見出されることが分かる。帯状構造は冷間圧延により起きた変形双晶に関連し、図10aにおける構造に相当する。図11及びTable 13(表13)に示されるように、X線回折は、冷間圧延後の合金1の高強度ナノモーダル構造が、残留オーステナイト及び鉄マンガ化合物に加えてかなりの量のフェライト相を含有することを示す。

【 0 0 6 4 】

## 【表 13】

Table 13 合金 1 に関する冷間圧延後の X 線回折データ  
(高強度ナノモーダル構造)

確認された相	相の詳細
$\gamma$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=3.588 Å
$\alpha$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:229(Im3m) LP:a=2.871 Å
鉄マンガ化合物	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=4.102 Å

10

20

## 【0065】

再結晶は、高強度ナノモーダル構造(構造#3、図1A及び図1B)を有する、冷間変形した合金1の加熱処理時に起こり、再結晶モーダル構造(構造#4、図1B)に変態する。焼きなまし後の合金1のTEM画像を図12に示す。図から分かるように、鋭く直線的な境界を有する等軸結晶粒が構造内に存在し、結晶粒は、再結晶の独特な特徴である転位を持たない。焼きなまし温度に応じて、再結晶した結晶粒の大きさは0.5~50  $\mu\text{m}$ の範囲であり得る。加えて、電子線回折に示されるように、再結晶後にオーステナイトが主要相であることが示される。焼きなまし双晶が結晶粒内に時々見出されるが、積層欠陥が最も多く見られる。TEM画像に示される積層欠陥の形成は、オーステナイトの面心立方結晶構造に典型的である。図13における後方散乱SEM顕微鏡写真は、TEMと一致して、10  $\mu\text{m}$ 未満の大きさの等軸再結晶した結晶粒を示す。SEM画像に見られる異なるコントラストの結晶粒(暗い又は明るい)は、この場合のコントラストが主に結晶粒配向から生じるため、結晶粒の結晶配向が不規則であることを示唆している。結果として、事前の冷間変形により形成されたあらゆる集合組織(texture)は排除される。図14及びTable 14(表14)に示されるように、X線回折は、焼きなまし後の合金1の再結晶モーダル構造が、少量のフェライト及び鉄マンガ化合物を伴い主にオーステナイト相を含有することを示す。

30

## 【0066】

## 【表 1 4】

Table 14 合金 1 に関する焼きなまし後の X 線回折データ  
(再結晶モデル構造)

確認された相	相の詳細
$\gamma$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=3.597 Å
$\alpha$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:229(Im3m) LP:a=2.884 Å
鉄マンガ化合物	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=4.103 Å

10

20

## 【 0 0 6 7】

再結晶モデル構造(構造#4、図1B)を有する合金1に周囲温度で変形を施すと、ナノ相微細化及び強化(機構#4、図1B)が作動し、微細化高強度ナノモデル構造(構造#5、図1B)の形成へとつながる。この場合、変形は引張り試験の結果であり、試験後の引張り試料のゲージ部分を解析した。図15は、変形した合金1の微細構造の明視野TEM顕微鏡写真を示す。再結晶モデル構造内で焼きなまし後に最初はほとんど転位がなかったマトリックス結晶粒と比較して、応力の適用によりマトリックス結晶粒内に高密度の転位が生み出される。引張り変形(50%超の引張り伸びを伴う)の最後に、マトリックス結晶粒内に多数の転位の蓄積が観察される。図15aに示されるように、一部の領域(例えば図15aの下部領域)において、転位は気泡構造を形成し、マトリックスはオーステナイトのままである。他の領域では、転位密度がかなり高く、変態がオーステナイトからフェライトへと誘起され(例えば図15aの上部及び右部)、実質的な構造微細化をもたらす。図15bは、変態し微細化された微細構造の局所的「ポケット」を示し、制限視野電子線回折パターンはフェライトに相当する。不規則に分散した「ポケット」内の微細化高強度ナノモデル構造(構造#5、図1B)への構造変態は、本明細書の鋼合金の独特な特徴である。図16は、微細化高強度ナノモデル構造の後方散乱SEM画像を示す。再結晶モデル構造と比較して、マトリックス結晶粒の境界は明白ではなくなり、マトリックスは明らかに変形している。変形した結晶粒の詳細はSEMにより明確にはされないが、TEM画像により実証された再結晶モデル構造と比較して、変形により起きた変化は非常に大きい。X線回折は、合金1の引張り変形後の微細化高強度ナノモデル構造が、かなりの量のフェライト及びオーステナイト相を含有することを示す。フェライト相(アルファ-Fe)の非常に幅広いピークがXRDパターンに見られ、相のかなりの微細化を示唆している。鉄マンガ化合物もまた存在する。加えて、図17及びTable 15(表15)に示されるように、空間群#186(P6<sub>3</sub>mc)を有する六方晶相が、引張り試料のゲージ部分に確認された。

30

40

## 【 0 0 6 8】



【表 15】

Table 15 合金1に関する引張り変形後の X線回折データ  
(微細化高強度ナノモーダル構造)

確認された相	相の詳細
$\gamma$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=3.586 Å
$\alpha$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:229(Im3m) LP:a=2.873 Å
鉄マンガン化合物	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=4.159 Å
六方晶相 1	構造:六方晶系 空間群#:186(P6 <sub>3</sub> mc) LP:a =3.013 Å、c=6.183 Å

10

20

## 【0069】

本実施例は、合金1を含むTable 2(表2)に列記した合金が、図1A及び図1Bに示される新規な可能機構を伴う構造発達経路を呈し、ナノスケール特色を有する独自の微細構造へとつながることを実証している。

## 【0070】

(実施例2)

合金2における構造発達経路

50mm厚さを有する実験用スラブを合金2から铸造し、次に、本出願の本文に記載したように、熱間圧延、冷間圧延及び850 °Cで10分間の焼きなましによる実験的加工を行った。合金の微細構造を、SEM、TEM及びX線解析により加工の各工程で調べた。

## 【0071】

SEM研究用に、スラブ試料の横断面を低砥粒を有するSiC紙やすり上で研削し、次にダイヤモンドペーストを用いて1 $\mu$ mに至るまで次第に研磨した。0.02 $\mu$ m砥粒のSiO<sub>2</sub>溶液を用いて最終研磨を行った。微細構造を、Carl Zeiss SMT Inc.社製造のEVO-MA10走査電子顕微鏡を使用してSEMにより調べた。TEM被験体を調製するために、試料を最初にEDMを用いて切断し、次に毎回、低砥粒のパッドを用いて研削により薄化した。それぞれ9 $\mu$ m、3 $\mu$ m及び1 $\mu$ mのダイヤモンド懸濁溶液を用いた研磨により、約60 $\mu$ m厚さまでの箔を作製するために更なる薄化を行った。直径3mmの円板を箔から打ち抜き、ツイングジェット式研磨機を使用して電解研磨で最終研磨を終えた。使用した化学溶液は、メタノールベースに混合した30%硝酸であった。TEM観察には不十分な薄さ領域の場合は、TEM被験体をGatan社の精密イオン研磨システム(PIPS)を使用してイオンミリングしてもよい。イオンミリングは、通例、4.5keVで行われ、傾斜角は、4°から2°へと低減され、薄領域を拡大した。TEM研究を、JEOL 2100高分解能顕微鏡を使用して200kVで操作し行った。X線回折を、Cu K $\alpha$  X線管を備えるPanalytical社のX'Pert MPD回折計を使用し、45kV、40mAのフィラメント電流で操作して行った。0.01°のステップ幅及び25°~95°の2 $\theta$ 、装置のゼロ点シフトを調整するためのシリコンを組み込んでスキャンを行った。次に、得られたスキャンは、

30

40

50

続いてリートベルト解析を使用して、Siroquantソフトウェアを使用して解析した。

【0072】

樹枝状構造を特徴とするモーダル構造(構造#1、図1A)は、50mm厚さに鋳造された合金2のスラブ内に形成される。ホウ化物相( $M_2B$ )の存在に起因して、樹枝状構造が、ホウ化物が存在しない合金1におけるより明白である。図18aは、境界部にホウ化物を伴い(暗いコントラスト内)、樹枝状マトリックス(明るいコントラスト内)を呈するモーダル構造の後方散乱SEMを示す。TEM研究は、マトリックス相が積層欠陥を伴い、オーステナイト(ガンマ-Fe)から構成されることを示す(図18b)。合金1と同様に、積層欠陥の存在は、マトリックス相がオーステナイトであることを表す。図18bではオーステナイトマトリックス相の境界部で暗く見えるホウ化物相が、TEMにおいても示される。図19及びTable 16(表16)におけるX線回折解析データは、モーダル構造がオーステナイト、 $M_2B$ 、フェライト、及び鉄マンガ化合物を含有することを示す。合金1と同様に、オーステナイトは合金2のモーダル構造内の主要相であるが、合金化学成分に応じて、他の相が存在し得る。

【0073】

【表16】

Table 16 合金2に関する凝固後のX線回折データ  
(モーダル構造)

確認された相	相の詳細
$\gamma$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=3.577 Å
$\alpha$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:229(Im3m) LP:a=2.850 Å
$M_2B$	構造:正方晶系 空間群#:140(I4/mcm) LP:a=5.115 Å、c=4.226 Å
鉄マンガ化合物	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=4.116 Å

【0074】

図1Aのフローチャートに従い、モーダル構造(構造#1、図1A)を有する合金2の昇温時の変形は、モーダル構造の均質化及び微細化を誘起する。この場合は熱間圧延を適用したが、熱間プレス、熱間鍛造、熱間押出を含むが、これらに限定されない他のプロセスが同様の効果を達成し得る。熱間圧延中に、モーダル構造中の樹枝状結晶は分解かつ微細化され、最初に均質化モーダル構造(構造#1a、図1A)形成へとつながる。熱間圧延中の微細化は、ナノ相微細化(機構#1、図1A)を通して、動的再結晶と共に起きる。均質化モーダル構造は、熱間圧延を繰り返し適用することにより次第に微細化され、ナノモーダル構造(構造#2、図1A)の形成へとつながり得る。図20aは、熱間圧延された合金2の後方散乱SEM顕微鏡写真を示す。合金1と同様に、ホウ化物相がマトリックス中に不規則に分散する一方、樹枝状モーダル構造は均質化される。図20bに示されるように、TEMは、熱間圧延中の動的再結晶の結果として、マトリックス相が部分的に再結晶されることを示す。マトリックス結

晶粒は約500nmであり、ホウ化物のピンニング効果に起因して、合金1におけるより細かい。図21及びTable 17(表17)に示されるように、X線回折解析は、熱間圧延後の合金2のナノモーダル構造は、フェライト及び鉄マンガ化合物等の他の相を伴い、主にオーステナイト相及び $M_2B$ を含有することを示す。

【 0 0 7 5 】

【 表 1 7 】

Table 17 合金2に関する熱間圧延後のX線回折データ  
(ナノモーダル構造)

確認された相	相の詳細
$\gamma$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=3.598 Å
$\alpha$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:229(Im3m) LP:a=2.853 Å
$M_2B$	構造:正方晶系 空間群#:140(I4/mcm) LP:a=5.123 Å、c=4.182 Å
鉄マンガ化合物	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=4.180 Å

10

20

30

40

【 0 0 7 6 】

ナノモーダル構造を有する合金2の変形は、周囲温度においてであるが(すなわち、冷間変形)、動的ナノ相強化(機構#2、図1A)を通して、高強度ナノモーダル構造(構造#3、図1A)の形成へとつながる。冷間変形は、冷間圧延、引張り変形、又は打ち抜き、押出、スタンピング等の他のタイプの変形により達成され得る。冷間変形中の合金2におけると同様に、ナノモーダル構造中の大部分のオーステナイトは、結晶粒微細化を伴いフェライトに変態する。図22aは、冷間圧延された合金2の微細構造の後方散乱SEM顕微鏡写真を示す。変形は、ホウ化物相周辺のマトリックス相内に集中する。図22bは、冷間圧延された合金2のTEM顕微鏡写真を示す。微細化結晶粒は、相変態に起因して見出され得る。変形双晶はSEM画像において明白ではないが、TEMは、変形双晶は合金1と同様に冷間圧延後に生み出されることを示す。図23及びTable 18(表18)に示されるように、X線回折は、冷間圧延後の合金2の高強度ナノモーダル構造は、 $M_2B$ 、残留オーステナイト及び空間群#186( $P6_{3mc}$ )を有する新六方晶相に加えて、かなりの量のフェライト相を含有することを示す。

【 0 0 7 7 】

## 【表 18】

Table 18 合金2に関する冷間圧延後の X 線回折データ  
(高強度ナノモーダル構造)

確認された相	相の詳細
$\gamma$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=3.551 Å
$\alpha$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:229(Im3m) LP:a=2.874 Å
$M_2B$	構造:正方晶系 空間群#:140(I4/mcm) LP:a=5.125 Å、c=4.203 Å
六方晶相	構造:六方晶系 空間群#:186(P6 <sub>3</sub> mc) LP:a=2.962 Å、c=6.272 Å

10

20

## 【0078】

再結晶は、高強度ナノモーダル構造(構造#3、図1A及び図1B)を有する、冷間変形した合金2の焼きなまし時に起こり、再結晶モーダル構造(構造#4、図1B)に変態する。焼きなまし後の合金2の再結晶微細構造を、図24にTEM画像により示す。図から分かるように、鋭く直線的な境界を有する等軸結晶粒が構造内に存在し、結晶粒は、再結晶の特徴的な特色である転位を持たない。再結晶した結晶粒の大きさは、ホウ化物相のピンニング効果に起因して一般に5  $\mu$ m未満であるが、より高い焼きなまし温度で大結晶粒が可能である。その上、図24bに示されるように、電子線回折は、再結晶後にオーステナイトが主要相であり、積層欠陥がオーステナイト中に存在することを示す。積層欠陥の形成もまた、面心立方オーステナイト相の形成を示す。図25における後方散乱SEM顕微鏡写真は、ホウ化物相が不規則に分散し、5  $\mu$ m未満の大きさの等軸再結晶した結晶粒を示す。SEM画像に見られる異なるコントラストの結晶粒(暗い又は明るい)は、この場合のコントラストが主に結晶粒配向から生じるため、結晶粒の結晶配向が不規則であることを示唆している。結果として、事前の冷間変形により形成されたあらゆる集合組織は排除される。図26及びTable 19(表19)に示されるように、X線回折は、焼きなまし後の合金2の再結晶モーダル構造は、 $M_2B$ 、少量のフェライト及び空間群#186(P6<sub>3</sub>mc)を有する六方晶相を伴い、主にオーステナイト

30

40

## 【0079】

## 【表 19】

Table 19 合金2に関する焼きなまし後のX線回折データ  
(再結晶モデル構造)

確認された相	相の詳細
$\gamma$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=3.597 Å
$\alpha$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:229(Im3m) LP:a=2.878 Å
M <sub>2</sub> B	構造:正方晶系 空間群#:140(I4/mcm) LP:a=5.153 Å、c=4.170 Å
六方晶相	構造:六方晶系 空間群#:186(P6 <sub>3</sub> mc) LP:a=2.965 Å、c=6.270 Å

10

20

## 【0080】

再結晶モデル構造(構造#4、図1B)の変形は、ナノ相微細化及び強化(機構#4、図1B)を通して、微細化高強度ナノモデル構造(構造#5、図1B)の形成へとつながる。この場合、変形は引張り試験の結果であり、試験後の引張り試料のゲージ部分を解析した。図27は、変形した合金2の微細構造の顕微鏡写真を示す。合金1と同様に、焼きなまし後の再結晶モデル構造中における、最初は転位がないマトリックス結晶粒は、応力印加時に高密度の転位で満たされ、一部の結晶粒内の転位の蓄積により、オーステナイトからフェライトへの相変態が作動し実質的の微細化へとつながる。図27aに示されるように、100~300nmの大きさの微細化結晶粒が、オーステナイトからフェライトへの変態が起きた局所的「ポケット」内に示される。マトリックス結晶粒の「ポケット」内の微細化高強度ナノモデル構造(構造#5、図1B)への構造変態は、本明細書の鋼合金の独特な特徴である。図27bは、微細化高強度ナノモデル構造の後方散乱SEM画像を示す。同様に、マトリックスの変形後に、マトリックス結晶粒の境界は明白ではなくなる。X線回折は、再結晶モデル構造内に4相がそのまま残留しているが、フェライトに変態したかなりの量のオーステナイトを示す。変態は、合金2の引張り変形後の微細化高強度ナノモデル構造の形成をもたらした。フェライト相( $\alpha$ -Fe)の非常に幅広いピークがXRDパターンに見られ、相のかなりの微細化を示唆している。図28及びTable 20(表20)に示されるように、合金1におけるように、空間群#186(P6<sub>3</sub>mc)を有する新六方晶相が、引張り試料のゲージ部分に確認された。

30

40

## 【0081】

## 【表 2 0】

Table 20 合金 2 に関する引張り変形後の X 線回折データ  
(微細化高強度ナノモールド構造)

確認された相	相の詳細
$\gamma$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:225(Fm3m) LP:a=3.597 Å
$\alpha$ -Fe	構造:立方晶系 空間群#:229(Im3m) LP:a=2.898 Å
M <sub>2</sub> B	構造:正方晶系 空間群#:140(I4/mcm) LP:a=5.149 Å、c=4.181 Å
六方晶相	構造:六方晶系 空間群#:186(P6 <sub>3</sub> mc) LP:a=2.961 Å、c=6.271 Å

10

20

## 【 0 0 8 2】

本実施例は、合金2を含むTable 2(表2)に列記した合金が、図1A及び図1Bに示される機構を伴う構造発達経路を呈し、ナノスケール特色を有する独自の微細構造へとつながることを実証している。

## 【 0 0 8 3】

(実施例3)

加工の各工程での引張り特性

50mm厚さを有するスラブを、Table 21(表21)に列記した合金から、Table 2(表2)に提供した原子比率に基づいて実験的に铸造し、本出願の本文に記載したように、熱間圧延、冷間圧延及び850 °Cで10分間の焼きなましによる実験的加工を行った。引張り特性を、加工の各工程で、Instron 3369機械的試験用フレームで、Instron社のBluehill制御ソフトウェアを使用して測定した。全試験を、室温で、下部をつかみ具で固定し、上部を上方に0.012mm/秒の速度で移動するつかみ具に取り付けて実行した。歪みデータを、Instron社の先進ビデオ伸び計を使用して収集した。

30

## 【 0 0 8 4】

Table 2(表2)の原子比率に基づいて、既知の化学成分及び不純含有物を有する市販の鉄添加粉末を使用して、合金を量り分けて3,000~3,400グラムの範囲の装入物とした。装入物を、ジルコニア被覆シリカるつぼ内に入れ、これをIndutherm VTC800V真空傾斜式铸造機内に置いた。次に、铸造機は、融解物の酸化を防止するために、铸造前に数回、铸造チャンパー及び融解チャンパーを真空引きしてアルゴンを充填して大気圧まで戻した。融解物を14kHz RF誘導コイルを用いて、合金組成及び装入物重量に応じて、完全融解するまで、およそ5.25~6.5分間加熱した。最後の固体の融解を確認した後、更に30~45秒間加熱し、過熱状態を提供し、かつ融解物の均質性を確実にすることが可能であった。次に铸造機は、融解チャンパー及び铸造チャンパーを真空引きして、るつぼを傾斜させ、水冷式銅ダイ中の厚さ50mm、幅75~80mm、及び深さ125mmの経路に融解物を流し込んだ。融解物を、チャンパーがアルゴンで大気圧まで充填される前に、真空下で200秒間放冷した。引張

40

50

り被験体を鋳放しスラブからワイヤEDMにより切断し、引張り試験を行った。引張り試験の結果をTable 21(表21)に示す。表から分かるように、本明細書の合金の鋳放し状態における最大引張り強度は、411~907MPaに変動する。引張り伸びは3.7~24.4%に変動する。降伏応力は、144~514MPaの範囲と測定される。

#### 【0085】

熱間圧延の前に、実験的鋳造スラブをLucifer EHS3GT-B18炉に入れ、加熱した。炉設定ポイントは、合金の融点に応じて1000°C~1250°Cの間で変化する。スラブを、熱間圧延の前に40分間均熱しておき、確実に目的とする温度に到達させた。熱間圧延パスの間に、スラブを4分間炉に戻し、スラブを再加熱しておいた。予熱したスラブを、トンネル炉からFenn Model 061二段圧延機へと押出した。50mm鋳造物を、空冷をする前に圧延機を通して、熱間圧延の第1のキャンペーン(campaign)として規定される5~8パスの熱間圧延を行った。このキャンペーン後、スラブ厚さは80.4~87.4%の間に低減した。冷却後、得られた板試料を長さ190mmに分割した。これらの分割片を、圧延機を通して更に3パス熱間圧延を行い、73.1~79.9%の間の低減を伴い、2.1~1.6mmの間の最終厚さとなった。本明細書の各合金に関する熱間圧延条件の詳細情報をTable 22(表22)に提供する。引張り被験体を熱間圧延板からワイヤEDMにより切断し、引張り試験を行った。引張り試験の結果をTable 22(表22)に示す。熱間圧延後、本明細書の合金の最大引張り強度は921~1413MPaに変動する。引張り伸びは12.0~77.7%に変動する。降伏応力は、264~574MPaの範囲と測定される。図1Aの構造2を参照されたい。

10

#### 【0086】

熱間圧延後に、得られた板を酸化アルミニウムでメディアブラストし、スケールを除去し、次にFenn Model 061二段圧延機で冷間圧延した。冷間圧延を複数パス行い、板の厚さを一般に1.2mmの目的とする厚さまで低減する。熱間圧延された板を、最小ロールギャップに到達するまでギャップを着実に減少させて、圧延機内に供給した。材料が目的とするゲージにまだ到達しない場合は、目的とする厚さに到達するまで、最小ロールギャップでのパスを更に使用した。本明細書の各合金に関するパス数と共に冷間圧延条件をTable 23(表23)に列記する。引張り被験体を冷間圧延板からワイヤEDMにより切断し、引張り試験を行った。引張り試験の結果をTable 23(表23)に示す。冷間圧延は、1356~1831MPaの範囲の最大引張り強度を伴う重大な強化へとつながる。冷間圧延状態における本明細書の合金の引張り伸びは、1.6~32.1%に変動する。降伏応力は、793~1645MPaの範囲と測定される。我々の場合では実験用圧延機能力により制限される、より大きい冷間圧延低減(40%超)によって、より高い最大引張り強度及び降伏応力が本明細書の合金において達成され得ることが予想される。より大きい圧延力を用いて、最大引張り強度が少なくとも2000MPaまで、降伏強さが少なくとも1800MPaまで増加し得ることが予想される。

20

30

#### 【0087】

引張り被験体を冷間圧延板試料からワイヤEDMにより切断し、Lucifer 7HT-K12箱形炉内で850°Cで10分間焼きなましを行った。試料をサイクルの最後に炉から取り出し、空気中で室温まで放冷した。引張り試験の結果をTable 24(表24)に示す。表から分かるように、本明細書の合金の焼きなまし中の再結晶は、939~1424MPaの範囲の最大引張り強度及び15.8~77.0%の引張り伸びを有する特性組み合わせをもたらす。降伏応力は、420~574MPaの範囲と測定される。図29~図31は、それぞれ合金1、合金13、及び合金17に関する各加工工程でのプロットデータを示す。

40

#### 【0088】

【表 2 1】

Table 21 鋳放し状態における合金の引張り特性

合金	降伏応力 (MPa)	最大引張り強度 (MPa)	引張り伸び (%)
合金 1	289	527	10.4
	288	548	9.3
	260	494	8.4
合金 2	244	539	10.4
	251	592	11.6
	249	602	13.1
合金 13	144	459	4.6
	156	411	4.5
	163	471	5.7
合金 17	223	562	24.4
	234	554	20.7
	235	585	23.3
合金 24	396	765	8.3
	362	662	5.7
	404	704	7.0
合金 25	282	668	5.1
	329	753	5.0
	288	731	5.5
合金 25	471	788	4.1
	514	907	6.0
	483	815	3.7
合金 27	277	771	3.7
	278	900	4.9
	267	798	4.5
合金 34	152	572	11.1
	168	519	11.6
	187	545	12.9
合金 35	164	566	15.9
	172	618	16.6
	162	569	16.4

10

20

30

40



【表 2 2】

Table 22 熱間圧延状態における合金の引張り特性

合金	状態	第1のキャン ペーン 低減	第2のキャン ペーン 低減	降伏応力 (MPa)	最大引張 り強度 (MPa)	引張り伸 び (%)
合金 1	熱間圧延 95.2%	80.5%, 6パス	75.1%, 3パス	273	1217	50.0
				264	1216	52.1
				285	1238	52.7
合金 2	熱間圧延 96.6%	87.4%, 7パス	73.1%, 3パス	480	1236	45.3
				454	1277	41.9
				459	1219	48.2
合金 13	熱間圧延 96.0%	81.1%, 6パス	79.8%, 3パス	287	1116	18.8
				274	921	15.3
				293	1081	19.3
合金 17	熱間圧延 96.1%	81.2%, 6パス	79.1%, 3パス	392	947	73.3
				363	949	74.8
				383	944	77.7
合金 24	熱間圧延, 96.2%	81.1%, 6パス	79.9%, 3パス	519	1176	21.4
				521	1088	18.2
				508	1086	17.9
合金 25	熱間圧延 96.1%	81.0%, 6パス	79.4%, 3パス	502	1105	12.4
				524	1100	12.3
				574	1077	12.0
合金 27	熱間圧延, 95.9%	80.4%, 6パス	78.9%, 3パス	508	1401	20.9
				534	1405	22.4
				529	1413	19.7
合金 34	熱間圧延, 96.2%	80.7%, 6パス	80.1%, 3パス	346	1188	56.5
				323	1248	58.7
				303	1230	53.4
合金 35	熱間圧延, 96.1%	80.8%, 6パス	79.9%, 3パス	327	1178	63.3
				317	1170	61.2
				305	1215	59.6

10

20

30

40

【表 2 3】

Table 23 冷間圧延状態における合金の引張り特性

合金	状態	降伏応力 (MPa)	最大引張り強度 (MPa)	引張り伸び (%)
合金 1	冷間圧延 20.3%, 4 パス	798	1492	28.5
		793	1482	32.1
	冷間圧延 39.6%, 29 パス	1109	1712	21.4
		1142	1726	23.0
		1203	1729	21.2
合金 2	冷間圧延 28.5%, 5 パス	966	1613	13.4
		998	1615	15.4
		1053	1611	20.6
	冷間圧延 39.1%, 19 パス	1122	1735	20.3
		1270	1744	18.3
合金 13	冷間圧延 36.0%, 24 パス	1511	1824	9.5
		1424	1803	7.7
		1361	1763	5.1
合金 17	冷間圧延 38.5%, 8 パス	1020	1357	24.2
		1007	1356	24.9
		1071	1357	24.9
合金 24	冷間圧延 38.2%, 23 パス	1363	1584	1.9
		1295	1601	2.5
		1299	1599	3.0
合金 25	冷間圧延 38.0%, 42 パス	1619	1761	1.9
		1634	1741	1.7
		1540	1749	1.6
合金 27	冷間圧延 39.4%, 40 パス	1632	1802	2.7
		1431	1804	4.1
		1645	1831	4.1
合金 34	冷間圧延 35.%, 14 パス	1099	1640	14.7
		840	1636	17.5
		1021	1661	18.5
合金 35	冷間圧延 35.5%, 12 パス	996	1617	23.8
		1012	1614	24.5
		1020	1616	23.3

10

20

30

40

【表 2 4】

Table 24 焼きなまし状態における合金の引張り特性

合金	降伏応力 (MPa)	最大引張り強度 (MPa)	引張り伸び (%)
合金 1	436	1221	54.9
	443	1217	56.0
	431	1216	59.7
合金 2	438	1232	49.7
	431	1228	49.8
	431	1231	49.4
	484	1278	48.3
	485	1264	45.5
	479	1261	48.7
合金 13	441	1424	41.7
	440	1412	41.4
	429	1417	42.7
合金 17	420	946	74.6
	421	939	77.0
	425	961	74.9
合金 24	554	1151	23.5
	538	1142	24.3
	562	1151	24.3
合金 25	500	1274	16.0
	502	1271	15.8
	483	1280	16.3
合金 27	538	1385	20.6
	574	1397	20.9
	544	1388	21.8
合金 27	467	1227	56.7
	476	1232	52.7
	462	1217	51.6
合金 27	439	1166	56.3
	438	1166	59.0
	440	1177	58.3

10

20

30

40

## 【 0 0 9 2 】

本実施例は、図1A及び図1Bに示される独自の機構及び構造経路に起因して、本明細書の鋼合金における構造及び得られた特性は広く変動し、第3世代AHSSの発達へとつながり得ることを実証している。

50

## 【 0 0 9 3 】

## (実施例4)

## 冷間圧延及び再結晶中のサイクル可逆性

50mm厚さのスラブを、合金1及び合金2からTable 2(表2)に提供された原子比率に基づいて実験的に鑄造し、合金1板に関して2.31mm及び合金2板に関して2.35mmの最終厚さを有する板状に熱間圧延した。鑄造及び熱間圧延の手順は、本出願の本文に記載されている。各合金から得られた熱間圧延板を、冷間圧延/焼きなましのサイクルを通して、サイクルの構造/特性の可逆性を実証するために使用した。

## 【 0 0 9 4 】

各合金からの熱間圧延板に、冷間圧延及び焼きなましの3サイクルを施した。各サイクルでの熱間圧延及び冷間圧延低減の前及び後の板厚さをTable 25(表25)に列記した。850で10分間の焼きなましを各冷間圧延後に適用した。引張り被験体を最初の熱間圧延状態及びサイクルの各工程において板から切断した。引張り特性を、Instron 3369機械的試験用フレームで、Instron社のBluehill制御ソフトウェアを使用して測定した。全試験を、室温で、下部をつかみ具で固定し、上部を上方に0.012mm/秒の速度で移動するつかみ具に取り付けて実行した。歪みデータを、Instron社の先進ビデオ伸び計を使用して収集した。

10

## 【 0 0 9 5 】

引張り試験の結果を合金1及び合金2に関して図32にプロットし、冷間圧延が、合金1において1500MPa及び合金2において1580MPaの平均最大引張り強度を有する、各サイクルでの両方の合金のかなりの強化をもたらすことを示している。両方の冷間圧延合金は、熱間圧延状態と比較して、延性における損失を示す。しかしながら、各サイクルでの冷間圧延後の焼きなましは、高延性を有する同一レベルまでの引張り特性の回復をもたらす。

20

## 【 0 0 9 6 】

各試験試料に関する引張り特性を、それぞれ合金1及び合金2に関して、Table 26(表26)及びTable 27(表27)に列記する。表から分かるように、合金1は、熱間圧延状態において50.0~52.7%の延性及び264~285MPaの降伏応力を伴い、1216~1238MPaの最大引張り強度を有する。冷間圧延状態では、最大引張り強度は、各サイクルで1482~1517MPaの範囲と測定された。延性は、熱間圧延状態における延性と比較して、718~830MPaのかなり高い降伏応力を伴い、一貫して28.5~32.8%の範囲で見出された。各サイクルでの焼きなましは、1216~1270MPaの最大引張り強度を伴い、47.7~59.7%の範囲までの延性の復活をもたらした。冷間圧延及び焼きなまし後の降伏応力は、冷間圧延後の降伏応力より低く、しかしながら最初の熱間圧延状態における降伏応力より高い431~515MPaの範囲と測定された。

30

## 【 0 0 9 7 】

サイクルを通して冷間圧延と焼きなましとの間の材料の特性可逆性を有する同様の結果が、合金2に関して観察された(図32b)。最初の熱間圧延状態では、合金2は、熱間圧延状態において41.9~48.2%の延性及び454~480MPaの降伏応力を伴い、1219~1277MPaの最大引張り強度を有する。各サイクルでの冷間圧延は、20.3~24.1%の範囲への延性低減を伴い、1553~1598MPaの最大引張り強度への材料強化をもたらす。降伏応力は、912~1126MPaと測定された。各サイクルでの焼きなまし後、合金2は、46.9~53.5%の延性を伴い、1231~1281のMPa最大引張り強度を有する。各サイクルでの冷間圧延及び焼きなまし後の合金2における降伏応力は、熱間圧延状態における降伏応力と同様であり、454~521MPaに変動する。

40

## 【 0 0 9 8 】

【表 2 5】

Table 25 冷間圧延工程での試料厚さ及びサイクル低減

合金	圧延サイクル	初期厚さ (mm)	最終厚さ (mm)	サイクル低減 (%)
合金 1	1	2.35	1.74	26.0
	2	1.74	1.32	24.1
	3	1.32	1.02	22.7
合金 2	1	2.31	1.85	19.9
	2	1.85	1.51	18.4
	3	1.51	1.22	19.2

10

【 0 0 9 9 】

【表 2 6】

Table 26 冷間圧延/焼きなましサイクルを通した合金 1 の引張り特性

特性	熱間圧延	第 1 のサイクル		第 2 のサイクル		第 3 のサイクル	
		冷間圧延	焼きなまし	冷間圧延	焼きなまし	冷間圧延	焼きなまし
最大引張り強度 (MPa)	1217	1492	1221	1497	1239	1517	1270
	1216	1482	1217	1507	1269	1507	1262
	1238	*	1216	1503	1260	1507	1253
降伏応力 (MPa)	273	798	436	775	487	820	508
	264	793	443	718	466	796	501
	285	*	431	830	488	809	515
引張り伸び (%)	50.0	28.5	54.9	32.8	57.5	32.1	50.5
	52.1	32.1	56.0	29.4	52.5	30.2	47.7
	52.7	*	59.7	30.9	55.8	30.5	55.5

20

30

\* つかみ具内で滑った被験体/データは得られない

【 0 1 0 0 】

【表 27】

Table 27 冷間圧延/焼きなましサイクルを通した合金2の引張り特性

特性	熱間圧延	第1のサイクル		第2のサイクル		第3のサイクル	
		冷間圧延	焼きなまし	冷間圧延	焼きなまし	冷間圧延	焼きなまし
最大引張り強度 (MPa)	1236	1579	1250	1553	1243	1596	1231
	1277	*	1270	1568	1255	1589	1281
	1219	*	1240	1566	1242	1598	1269
降伏応力 (MPa)	480	1126	466	983	481	1006	475
	454	*	468	969	521	978	507
	459	*	454	912	497	1011	518
引張り伸び (%)	45.3	20.3	53.0	24.1	51.1	22.3	46.9
	41.9	*	51.2	23.1	52.3	23.2	53.5
	48.2	*	51.1	21.6	49.9	21.0	47.9

\* つかみ具内で滑った被験体/データは得られない

## 【0101】

本実施例は、Table 2(表2)に列記した合金内に、冷間圧延後に形成する高強度ナノモダ構造(構造#3、図1A)は、焼きなましを適用することにより再結晶し、再結晶モダ構造(構造#4、図1B)を生み出し得ることを実証している。再結晶モダ構造は、冷間圧延又は他の冷間変形手法を通して更に変形し得て、ナノ相微細化及び強化(機構#4、図1B)を経て、微細化高強度ナノモダ構造(構造#5、図1B)の形成へとつながる。微細化高強度ナノモダ構造(構造#5、図1B)は次々に再結晶され得て、本方法は、複数のサイクルを通して全体の構造/特性の可逆性を伴い、再び最初から始めることができる。該機構が可逆的であるという能力は、変形により起きたあらゆる損傷後の特性回復と同様に、AHSSを使用する際の重量軽減のために重要である、より細かいゲージの製造を可能にする。

## 【0102】

(実施例5)  
曲げ能力

50mm厚さを有するスラブを、Table 28(表28)に列記した選択された合金からTable 2(表2)に提供した原子比率に基づいて実験的に鑄造し、本出願の本文に記載したように、熱間圧延、冷間圧延及び850℃で10分間の焼きなましによる実験的加工を行った。約1.2mmの最終厚さ及び再結晶モダ構造(構造#4、図1B)を有する各合金から得られた板を使用して、本明細書の合金の曲げ応答を調べた。

## 【0103】

曲げ試験を、Instron W-6810ガイド曲げ試験支持具を備えるInstron 5984引張り試験プラットフォームを使用して、ISO 7438国際標準化金属材料-曲げ試験で概要を述べている規定(International Organization for Standardization,2005)に準拠して実施した。試験体を、20mm×55mm×板厚さの寸法にワイヤEDMにより切断した。試料に対して特殊な端部調製は行わなかった。曲げ試験を、Instron W-6810ガイド曲げ試験支持具を備えるInstron 5984引張り試験プラットフォームを使用して実施した。曲げ試験を、ISO 7438国際標準化金属材料-曲げ試験で概要を述べている規定(International Organization for Standardization,2005)に準拠して実施した。

## 【0104】

図33に示されるように、試験体を支持具支え上に置き、押金具で押すことにより試験を

実施した。

【0105】

支え間の距離、 $l$ 、を、ISO7438に準拠して、試験の間、式1に固定した：

【0106】

【数1】

$$l = (D + 3a) \pm \frac{a}{2} \quad \text{式1}$$

10

【0107】

曲げの前に、試験支持具との摩擦を低減するために、3 in 1オイルを用いて被験体の両側に潤滑油を塗った。本試験を、直径1mmの押金具を用いて実施した。押金具を、支えの中央で、180°までの異なる角度までか、又は亀裂が現れるまで、下方に押した。曲げ力をゆっくりと適用し、材料の自由塑性流動を可能にした。変位速度を、一定した角速度を有するように各試験のスパンギャップに基づいて計算し、それに従って適用した。

【0108】

拡大手段の使用を伴わず視認できる亀裂が存在しないことが、試験片が曲げ試験に持ちこたえた証拠と考えられた。亀裂が検出された場合は、曲げの底部でデジタルプロテクターを用いて、曲げ角度を手作業で測定した。次に、試験体を支持具から取り外し、曲げ半径の外側の亀裂を調べた。亀裂の発生は、力-変位曲線から確実に決定され得ず、代わりに、閃光灯からの照明を用いて直接観察により容易に決定された。

20

【0109】

本明細書の合金の曲げ応答の結果を、最初の板厚さ、押金具半径の板厚さに対する比( $r/t$ )及び亀裂前の最大曲げ角度を含み、Table 28(表28)に列記する。Table 28(表28)に列記した全ての合金が、90°の曲げ角度で亀裂を示したわけではない。本明細書の合金の大多数は、亀裂を伴わず180°の角度に曲げられる能力を有する。180°の曲げ試験後の合金1からの試料の例を図34に示す。

【0110】

【表 28 A】

Table 28 選択された合金に関する曲げ試験結果

合金	押金具直径 (mm)	厚さ (mm)	r/t	最大曲げ角度(°)
合金 1	0.95	1.185	0.401	180
		1.200	0.396	180
		1.213	0.392	180
		1.223	0.388	180
		1.181	0.402	180
		1.187	0.400	180
		1.189	0.399	180
		1.206	0.394	180
合金 2	0.95	1.225	0.388	180
		1.230	0.386	180
		1.215	0.391	180
		1.215	0.391	180
		1.215	0.391	180
		1.224	0.388	180
		1.208	0.393	180
		1.208	0.393	180
合金 3	0.95	1.212	0.392	180
		1.186	0.401	180
		1.201	0.396	180
合金 4	0.95	1.227	0.387	180
		1.185	0.401	180
		1.187	0.400	180
合金 5	0.95	1.199	0.396	110
		1.196	0.397	90
合金 6	0.95	1.259	0.377	160
		1.202	0.395	165
		1.206	0.394	142
合金 7	0.95	1.237	0.384	104
		1.236	0.384	90

10

20

30

40

【 0 1 1 1 】



【表 2 8 B】

合金 9	0.95	1.278	0.372	180
		1.197	0.397	180
		1.191	0.399	180
合金 10	0.95	1.226	0.387	180
		1.208	0.393	100
		1.208	0.393	180
		1.205	0.394	180
合金 11	0.95	1.240	0.383	180
		1.214	0.391	180
		1.205	0.394	180
合金 12	0.95	1.244	0.382	180
		1.215	0.391	180
		1.205	0.394	180
合金 13	0.95	1.222	0.389	180
		1.191	0.399	180
		1.188	0.400	180
合金 14	0.95	1.239	0.383	180
		1.220	0.389	180
		1.214	0.391	180
合金 15	0.95	1.247	0.381	180
		1.224	0.388	180
		1.224	0.388	180
合金 16	0.95	1.244	0.382	180
		1.224	0.388	180
		1.199	0.396	180
合金 17	0.95	1.233	0.385	180
		1.213	0.392	180
		1.203	0.395	180
合金 18	0.95	1.222	0.389	160
		1.218	0.390	135
合金 19	0.95	1.266	0.375	180
		1.243	0.382	180
		1.242	0.382	180

10

20

30

40

【表 2 8 C】

合金 20	0.95	1.242	0.382	180
		1.222	0.389	180
		1.220	0.389	180
合金 21	0.95	1.255	0.378	180
		1.228	0.387	180
		1.229	0.386	180
合金 22	0.95	1.240	0.383	180
		1.190	0.399	180
		1.190	0.399	180
合金 23	0.95	1.190	0.399	180
		1.199	0.396	180
		1.193	0.398	180
合金 28	0.95	1.222	0.389	180
		1.206	0.394	180
		1.204	0.395	180
合金 29	0.95	1.219	0.390	180
		1.217	0.390	180
		1.206	0.394	180
合金 30	0.95	1.215	0.391	180
		1.212	0.392	175
		1.200	0.396	180
合金 31	0.95	1.211	0.392	150
		1.209	0.393	131
合金 32	0.95	1.222	0.389	180
		1.221	0.389	180
		1.210	0.393	180

## 【 0 1 1 3 】

自動車及び他の使用のための複雑な部品へと作製するために、AHSSは、バルク板形成能と端部板形成能の両方を呈する必要がある。本実施例は、曲げ試験を通して、Table 2(表2)の合金の良好なバルク板形成能を実証している。

## 【 0 1 1 4 】

(実施例6)

打ち抜き端部対EDM切断の引張り特性

50mm厚さを有するスラブを、Table 29(表29)に列記した選択された合金からTable 2(表2)に提供した原子比率に基づいて実験的に铸造し、本明細書に記載したように、熱間圧延、冷間圧延及び850 で10分間の焼きなましによる実験的加工を行った。1.2mmの最終厚さ及び再結晶モーダル構造(構造#4、図1B)を有する各合金から得られた板を使用して、ワイ

ワイヤ放電加工(ワイヤ-EDM)により引張り被験体を切断することにより(これは機械的特性を損なうことなく制御状態又は相対的にせん断及び端部形成が欠如していることを表す)、かつ、打ち抜きにより(せん断に起因する機械的特性の損失を特定するために)合金特性に対する端部損傷の効果を評価した。本明細書では、せん断(材料横断面と同一平面上の応力を課すこと)は、ピアシング、小穴抜き、切断又はクロッピング(所与の金属部分の端部の切断)等のいくつかの加工選択肢により起こり得ることを理解されたい。

【 0 1 1 5 】

ワイヤEDM切断及び打ち抜きの両方を使用して、ASTM E8幾何学形状の引張り被験体を調製した。引張り特性を、Instron 5984機械的試験用フレームで、Instron社のBluehill制御ソフトウェアを使用して測定した。全試験を、室温で、下部をつかみ具で固定し、上部を上方に0.012mm/秒の速度で移動するつかみ具に取り付けて実行した。歪みデータを、Instron社の先進ビデオ伸び計を使用して収集した。選択された合金に関して、引張りデータをTable 29(表29)に示し、かつ図35aに表す。試験を行った全ての合金に関して、特性の減少が観察されるが、この減少レベルは合金の化学成分に応じてかなり変動する。Table 30(表30)は、ワイヤEDM切断試料における延性と比較した、打ち抜き試料における延性の比較を要約する。図35bでは、選択された合金に関する対応する引張り曲線を示し、オーステナイトの安定性の関数としての機械的挙動を実証している。本明細書の選択された合金に関して、オーステナイトの安定性は、高延性を示す合金12において最も高く、高強度を示す合金13において最も低い。その結果、合金12は、打ち抜き被験体対EDM切断(29.7%対60.5%、Table 30(表30))で、延性の最低損失を実証し、一方、合金13は、打ち抜き被験体対EDM切断(5.2%対39.1%、Table 30(表30))で、延性の最高損失を実証した。より低いオーステナイトの安定性を有する合金からの打ち抜き被験体において、高い端部損傷が起きる。

10

20

【 0 1 1 6 】

【表 29 A】

Table 29 選択された合金からの打ち抜き対 EDM 切断被験体の引張り特性

合金	切断方法	降伏応力 (MPa)	最大引張り強 度(MPa)	引張り伸び(%)
合金 1	EDM 切断	392	1310	46.7
		397	1318	45.1
		400	1304	49.7
	打ち抜き	431	699	9.3
		430	680	8.1
		422	656	6.9
合金 2	EDM 切断	434	1213	46.4
		452	1207	46.8
		444	1199	49.1
	打ち抜き	491	823	14.4
		518	792	11.3
		508	796	11.9
合金 9	EDM 切断	468	1166	56.1
		480	1177	52.4
		475	1169	56.9
	打ち抜き	508	1018	29.2
		507	1007	28.6
		490	945	23.3
合金 11	EDM 切断	474	1115	64.4
		464	1165	62.5
		495	1127	62.7
	打ち抜き	503	924	24.6
		508	964	28.0
		490	921	25.7
合金 12	EDM 切断	481	1094	54.4
		479	1128	64.7
		495	1126	62.4
	打ち抜き	521	954	27.1
		468	978	30.7
		506	975	31.2

10

20

30

40

【表 2 9 B】

合金 13	EDM 切断	454	1444	39.5
		450	1455	38.7
	打ち抜き	486	620	5.0
		469	599	6.3
		483	616	4.5
合金 14	EDM 切断	484	1170	58.7
		489	1182	61.2
		468	1188	59.0
	打ち抜き	536	846	17.0
		480	816	18.4
		563	870	17.5
合金 18	EDM 切断	445	1505	37.8
		422	1494	37.5
	打ち抜き	478	579	2.4
		469	561	2.6
		463	582	2.9
合金 21	EDM 切断	464	1210	57.6
		499	1244	49.0
		516	1220	54.5
	打ち抜き	527	801	11.3
		511	806	12.6
		545	860	15.2
合金 24	EDM 切断	440	1166	31.0
		443	1167	32.0
		455	1176	31.0
	打ち抜き	496	696	5.0
		463	688	5.0
		440	684	4.0
合金 25	EDM 切断	474	1183	15.8
		470	1204	17.0
		485	1223	17.4
	打ち抜き	503	589	2.1
		517	579	0.8
		497	583	2.1

10

20

30

40

【表 29C】

合金 26	EDM 切断	735	1133	20.8
		742	1109	19.0
	打ち抜き	722	898	3.4
		747	894	2.9
		764	894	3.1
合金 27	EDM 切断	537	1329	19.3
		513	1323	21.4
		480	1341	20.8
	打ち抜き	563	624	4.3
		568	614	3.3
		539	637	4.3
合金 34	EDM 切断	460	1209	54.7
		441	1199	54.1
		475	1216	52.9
	打ち抜き	489	828	15.4
		486	811	14.6
		499	813	14.8
合金 35	EDM 切断	431	1196	50.6
		437	1186	52.0
		420	1172	54.7
	打ち抜き	471	826	19.9
		452	828	19.7
		482	854	19.7

10

20

30

【0119】

【表 30】

Table 30 異なる切断方法を用いる被験体における引張り伸び

合金	平均引張り伸び(%)		引張り伸びにおける損失 (E2/E1)	
	EDM 切断(E1)	打ち抜き(E2)	最小値	最大値
合金 1	47.2	8.1	0.14	0.21
合金 2	47.4	12.5	0.23	0.31
合金 9	55.1	27.0	0.41	0.56
合金 11	63.2	26.1	0.38	0.45
合金 12	60.5	29.7	0.42	0.57
合金 13	39.1	5.2	0.11	0.16
合金 14	59.7	17.7	0.28	0.31
合金 18	37.6	2.6	0.06	0.08
合金 21	53.7	13.0	0.20	0.31
合金 24	31.3	4.7	0.13	0.16
合金 25	16.7	1.7	0.05	0.13
合金 26	31.3	4.7	0.14	0.18
合金 27	20.5	4.0	0.15	0.22
合金 34	53.9	14.9	0.27	0.29
合金 35	52.4	19.8	0.36	0.39

10

20

30

## 【 0 1 2 0 】

Table 30(表30)から分かるように、EDM切断は、せん断端部を伴わず、かつ構造#4(再結晶モールド構造)と推測される点まで加工され、確認された合金の最適の機械的特性の典型であると考えられる。したがって、打ち抜きに起因するせん断端部を有する試料は、ASTM E8幾何学形状を有する打ち抜き試料の引張り伸び測定により反映された、延性のかなりの低下を示す。合金1に関して、引張り伸びは最初は47.2%であり、次に、8.1%まで低下し、低下自体は82.8%である。打ち抜きからEDM切断までの延性における低下(E2/E1)は、0.57~0.05に変動する。

## 【 0 1 2 1 】

打ち抜き及びEDM切断後の端部状態を、Carl Zeiss SMT Inc.社製造のEVO-MA10走査電子顕微鏡を使用して、SEMにより解析した。EDM切断後の被験体端部の典型的な外観を、合金1に関して図36aに示す。EDM切断方法は、切断端部の損傷を最小化し、有害な端部影響を伴わず、材料の引張り特性を測定可能にする。ワイヤ-EDM切断では、材料は一連の迅速に繰り返し起きる電流放電/火花放電により端部から取り除かれ、この経路により、端部は実質的な変形又は端部損傷を伴わず形成される。打ち抜き後のせん断端部の外観を図36bに示す。端部のかなりの損傷は、打ち抜き中に重度の変形を受ける破砕域に起き、せん断影響域における限定された延性を伴う微細化高強度ナノモールド構造(図37b)への構造変態へとつながり、一方、再結晶モールド構造がEDM切断端部付近に観察された(図37a)。

40

## 【 0 1 2 2 】

本実施例は、ワイヤ-EDM切断の場合は、引張り特性は、打ち抜き後の切断引張り特性と

50

比較して、相対的に高いレベルで測定されることを実証している。EDM切断と対照的に、引張り被験体の打ち抜きは、かなりの端部損傷を生み出し、引張り特性低下をもたらす。本明細書の板合金の、打ち抜き中の相対的に過度の塑性変形は、低減した延性を伴う微細化高強度ナノモダル構造(構造#5、図1B)への構造変態へとつながり、端部の早期亀裂及び相対的に低い特性(例えば、伸び及び引張り強度における低減)へとつながる。引張り特性におけるこの低下の大きさはまた、合金の化学成分に応じて、オーステナイトの安定性と相関して観察された。

#### 【0123】

(実施例7)

打ち抜き端部対EDM切断の引張り特性及び回復

10

50mm厚さを有するスラブを、Table 31(表31)に列記した選択された合金からTable 2(表2)に提供した原子比率に基づいて実験的に鑄造し、本明細書に記載したように、熱間圧延、冷間圧延及び850 °Cで10分間の焼きなましによる実験的加工を行った。約1.2mmの最終厚さ及び再結晶モダル構造(構造#4、図1B)を有する各合金から得られた板を使用して、打ち抜き引張り被験体の焼きなましによる端部損傷回復を実証した。本発明の幅広い文脈において、焼きなましは、炉加熱処理、誘導加熱処理及び/又はレーザー加熱処理を含むが、これらに限定されない、様々な方法により達成され得る。

#### 【0124】

ワイヤEDM切断及び打ち抜きの両方を使用して、ASTM E8幾何学形状の引張り被験体を調製した。次に、打ち抜き引張り被験体の一部に、850 °Cで10分間の回復焼きなましを行い、続いて空冷し、打ち抜き及びせん断損傷により失われた特性を回復する能力を確認した。引張り特性を、Instron 5984機械的試験用フレームで、Instron社のBluehill制御ソフトウェアを使用して測定した。全試験を、室温で、下部をつかみ具で固定し、上部を上方に0.012mm/秒の速度で移動するつかみ具に取り付けて実行した。歪みデータを、Instron社の先進ビデオ伸び計を使用して収集した。選択された合金に関して、引張り試験結果をTable 31(表31)に提供し、かつ図38に示し、打ち抜き試料における焼きなまし後の実質的な機械的特性回復を示す。

20

#### 【0125】

例えば、示された合金1の場合は、引張り試験試料内をEDM切断すると、引張り伸びの平均値は約47.2%である。上述のように、打ち抜きされ、それによりせん断端部を含有すると、このような端部を有する試料の引張り試験は、機構#4及び微細化高強度ナノモダル構造(構造#5、図1B)の形成に起因する、伸び値におけるかなりの低下、すなわち約8.1%のみの平均値を示し、これはせん断が起きた端部分に多量に存在するが一方、それにもかかわらず引張り試験のバルク特性測定に反映される。しかしながら、図1Bの機構#3の典型であり、かつ構造#4(再結晶モダル構造、図1B)への転換である焼きなまし時に、引張り伸び特性は復活する。合金1の場合は、引張り伸びは、約46.2%の平均値に戻る。焼きなましを伴う及び伴わない、合金1からの打ち抜き被験体に関する引張り応力-歪み曲線の例を、図39に示す。Table 32(表32)では、平均引張り特性並びに引張り伸びにおける平均損失及び平均利得の要約を提供する。個々の損失及び利得は、平均損失より大きく広がることに留意されたい。したがって、本開示の文脈において、引張り伸びの初期値( $E_1$ )を有する本明細書の合金は、せん断されると、伸び特性において $E_2$ 値までの低下を示し得て、 $E_2=(0.057\sim 0.05)(E_1)$ である。次に、合金化学成分に応じて、450 °C、 $T_m$ までの温度範囲で、加熱/焼きなましにより達成されることが好ましい機構#3の適用時に、 $E_2$ 値は伸び値 $E_3=(0.48\sim 1.21)(E_1)$ まで回復する。

30

40

#### 【0126】



【表 3 1 A】

Table 31 選択された合金からの打ち抜き及び焼きなまし被験体の引張り特性

合金	切断方法	降伏応力 (MPa)	最大引張り強度 (MPa)	引張り伸び(%)
合金 1	EDM 切断	392	1310	46.7
		397	1318	45.1
		400	1304	49.7
	打ち抜き	431	699	9.3
		430	680	8.1
		422	656	6.9
	打ち抜き及び焼 きなまし	364	1305	43.6
		364	1315	47.6
		370	1305	47.3
合金 2	EDM 切断	434	1213	46.4
		452	1207	46.8
		444	1199	49.1
	打ち抜き	491	823	14.4
		518	792	11.3
		508	796	11.9
	打ち抜き及び焼 きなまし	432	1205	50.4
		426	1191	50.7
		438	1188	49.3
合金 9	EDM 切断	468	1166	56.1
		480	1177	52.4
		475	1169	56.9
	打ち抜き	508	1018	29.2
		507	1007	28.6
		490	945	23.3
	打ち抜き及び焼 きなまし	411	1166	59.0
		409	1174	52.7
		418	1181	55.6

10

20

30

40

【 0 1 2 7 】

【表 3 1 B】

合金 11	EDM 切断	474	1115	64.4
		464	1165	62.5
		495	1127	62.7
	打ち抜き	503	924	24.6
		508	964	28.0
		490	921	25.7
	打ち抜き及び焼きなまし	425	1128	64.5
		429	1117	57.1
		423	1140	54.3
合金 12	EDM 切断	481	1094	54.4
		479	1128	64.7
		495	1126	62.4
	打ち抜き	521	954	27.1
		468	978	30.7
		506	975	31.2
	打ち抜き及び焼きなまし	419	1086	65.7
		423	1085	63.0
		415	1100	53.8
合金 13	EDM 切断	454	1444	39.5
		450	1455	38.7
	打ち抜き	486	620	5.0
		469	599	6.3
		483	616	4.5
	打ち抜き及び焼きなまし	397	1432	41.4
		397	1437	37.4
		404	1439	40.3
	合金 14	EDM 切断	484	1170
489			1182	61.2
468			1188	59.0
打ち抜き		536	846	17.0
		480	816	18.4
		563	870	17.5
打ち抜き及び焼きなまし		423	1163	58.3
		412	1168	55.9
		415	1177	51.5

10

20

30

40

【表 3 1 C】

合金 18	EDM 切断	445	1505	37.8
		422	1494	37.5
	打ち抜き	478	579	2.4
		469	561	2.6
		463	582	2.9
	打ち抜き及び焼 きなまし	398	1506	36.3
		400	1502	40.3
		392	1518	35.4
	合金 21	EDM 切断	464	1210
499			1244	49.0
516			1220	54.5
打ち抜き		527	801	11.3
		511	806	12.6
		545	860	15.2
打ち抜き及び焼 きなまし		409	1195	47.7
		418	1214	53.8
		403	1194	51.8
合金 24	EDM 切断	440	1166	31.0
		443	1167	32.0
		455	1176	31.0
	打ち抜き	496	696	5.0
		463	688	5.0
		440	684	4.0
	打ち抜き及び焼 きなまし	559	1100	22.3
		581	1113	22.0
		561	1100	22.3
合金 25	EDM 切断	474	1183	15.8
		470	1204	17.0
		485	1223	17.4
	打ち抜き	503	589	2.1
		517	579	0.8
		497	583	2.1
	打ち抜き及び焼 きなまし	457	1143	15.4
		477	1159	14.6
		423	1178	16.3

10

20

30

40

【表 3 1 D】

合金 26	EDM 切断	735	1133	20.8
		742	1109	19.0
	打ち抜き	722	898	3.4
		747	894	2.9
		764	894	3.1
	打ち抜き及び焼 きなまし	715	1112	18.8
		713	1098	17.8
		709	931	10.0
	合金 27	EDM 切断	537	1329
513			1323	21.4
480			1341	20.8
打ち抜き		563	624	4.3
		568	614	3.3
		539	637	4.3
打ち抜き及び焼 きなまし		505	1324	19.7
		514	1325	20.0
		539	1325	19.4
合金 29	EDM 切断	460	1209	54.7
		441	1199	54.1
		475	1216	52.9
	打ち抜き	489	828	15.4
		486	811	14.6
		499	813	14.8
	打ち抜き及び焼 きなまし	410	1204	53.9
		410	1220	53.2
		408	1214	52.3
合金 32	EDM 切断	431	1196	50.6
		437	1186	52.0
		420	1172	54.7
	打ち抜き	471	826	19.9
		452	828	19.7
		482	854	19.7
	打ち抜き及び焼 きなまし	406	1169	58.1
		403	1170	51.4
		405	1176	57.7

10

20

30

40

【 0 1 3 0 】

【表 3 2】

Table 32 引張り特性の要約;損失(E2/E1)及び利得(E3/E1)

合金	引張り伸びにおける損失 (E2/E1)		引張り伸びにおける利得 (E3/E1)	
	最小値	最大値	最小値	最大値
合金 1	0.14	0.21	0.88	1.06
合金 2	0.23	0.31	1.00	1.09
合金 9	0.41	0.56	0.93	1.13
合金 11	0.38	0.45	0.84	1.03
合金 12	0.42	0.57	0.83	1.21
合金 13	0.11	0.16	0.95	1.07
合金 14	0.28	0.31	0.84	0.99
合金 18	0.06	0.08	0.94	1.07
合金 21	0.20	0.31	0.83	1.10
合金 24	0.13	0.16	0.69	0.72
合金 25	0.05	0.13	0.89	1.03
合金 26	0.14	0.18	0.48	0.99
合金 27	0.15	0.22	0.91	1.04
合金 29	0.27	0.29	0.97	1.02
合金 32	0.36	0.39	0.94	1.15

10

20

30

40

50

## 【0131】

引張り被験体の打ち抜きは、材料の端部損傷及び引張り特性の低下をもたらす。本明細書の板合金の、打ち抜き中の塑性変形は、低減した延性を伴う微細化高強度ナノモダル構造(構造#5、図1B)への構造変態へとつながり、端部の早期亀裂及び相対的に低い特性(例えば、伸び及び引張り強度における低減)へとつながる。本実施例は、独自の構造可逆性に起因して、Table 2(表2)に列記した合金における端部損傷は、合金化学成分及び加工に応じて、焼きなましにより実質的に回復可能であり、全体的又は部分的な特性復活を伴い、再結晶モダル構造(構造#4、図1B)の形成へと戻ることにつながることを実証している。例えば、合金1により例示されるように、打ち抜き及びせん断並びにせん断端部の作製により、引張り強度が約1310MPa(せん断/損傷端部を伴わないEDM切断試料)の平均値から、678MPaの平均値に低減し、45~50%の間の低下が観察される。焼きなまし時に、引張り強度は約1308MPaの平均値に回復し、これは元の値の1310MPaの95%以上の範囲である。同様に、引張り伸びは、最初は約47.1%の平均値であり、8.1%の平均値に低下し、約80~85%までの減少であり、焼きなまし時に、かつ図1Bに機構#3として示される機構を経ると、引張り伸びは、46.1%の平均値まで回復し、47.1%の伸び値の90%以上の値の回復である。

## 【0132】

(実施例8)

回復及び再結晶に対する温度効果

50mm厚さのスラブを、合金1から実験的に鑄造し、熱間圧延により2mmの厚さまで薄くし、およそ40%の低減を伴う冷間圧延により、実験的加工を行った。ASTM E8幾何学形状の引張り被験体を、冷間圧延板からワイヤEDM切断により調製した。引張り被験体の一部に、1

0分間450～850 の範囲の異なる温度で焼きなましを行い、続いて空冷した。引張り特性を、Instron 5984機械的試験用フレームで、Instron社のBluehill制御ソフトウェアを使用して測定した。全試験を、室温で、下部をつかみ具で固定し、上部を上方に0.012mm/秒の速度で移動するつかみ具に取り付けて実行した。歪みデータを、Instron社の先進ビデオ伸び計を使用して収集した。焼きなまし温度に応じて、変形挙動における推移を実証する引張り試験結果を図40に示す。冷間圧延のプロセス中に、動的ナノ相強化(機構#2、図1A)又はナノ相微細化及び強化(機構#4、図1B)が起こり、これには、歪み増加を伴い降伏応力をいったん超過すると、オーステナイトの、フェライトに加えて1つ又は複数のタイプのナノスケール六方晶相への連続変態が含まれる。この変態と同時に、変態の前及び後にマトリックス結晶粒内に転位機構による変形もまた起きる。結果は、微細構造におけるナノモダル構造(構造#2、図1A)から高強度ナノモダル構造(構造#3、図1A)への変化又は再結晶モダル構造(構造#4、図1B)から微細化高強度ナノモダル構造(構造#5、図1B)への変化である。冷間変形中に起きる構造及び特性の変化は、図40aの引張り曲線に見られるように、焼きなましパラメータに応じて、焼きなましにより様々な程度で逆進し得る。図40bでは、引張り曲線からの対応する降伏強さは、加熱処理温度の関数として提供される。焼きなましを伴わない冷間圧延後の降伏強さは、1141MPaと測定される。図示されるように、材料がどのように焼きなましを受けるかに応じて、これは部分的及び全体的回復並びに部分的及び全体的再結晶を含み得て、降伏強さは、500 における焼きなましでの1372MPaから、850 における焼きなましでの458MPaまで低下し、広く変動し得る。

10

20

30

40

50

#### 【0133】

焼きなまし時の引張り特性に基づいて、微細構造的回復を示すために、異なる温度で焼きなましを受けた選択された試料に関して、TEM研究を行った。比較のために、冷間圧延板を本明細書の基準として含めた。50mm厚さの実験的に鑄造した合金1スラブを使用して、スラブを、1250 で80.8%及び78.3%のおよそ2mm厚さまで2工程により熱間圧延し、次に、37%で1.2mm厚さの板まで冷間圧延した。冷間圧延板を、それぞれ450、600、650及び700 で10分間焼きなましを行った。図41は、冷間圧延したままの合金1試料の微細構造を示す。典型的な高強度ナノモダル構造は、冷間圧延後に形成され、ここでは高密度の転位が、強度集合組織の存在と共に生み出されることが分かる。450 で10分間の焼きなましでは、微細構造が冷間圧延構造の微細構造と同様のままであり、かつ圧延集合組織が変化しないままであるため、再結晶及び高強度ナノモダル構造の形成へとつながらない(図42)。冷間圧延試料に、600 で10分間焼きなましを行うと、TEM解析は、再結晶開始の徴候である非常に小さい孤立した結晶粒を示す。図43に示されるように、100nm程度の孤立した結晶粒が焼きなまし後に生成され、一方、転位の網目構造を伴う変形構造領域もまた存在する。650 で10分間の焼きなましでは、より大きい再結晶した結晶粒を示し、再結晶の進行を示唆している。図44に示されるように、変形領域の分率は低減するけれども、変形構造は継続して見られる。図45により表されるように、700 で10分間の焼きなましでは、より大きく、より不純物のない再結晶した結晶粒を示す。制限電子線回折は、これらの再結晶した結晶粒が、オーステナイト相のものであることを示す。より低い温度で焼きなましを受けた試料と比較して、変形構造の領域は小さい。全試料にわたる調査により、およそ10%～20%の領域が変形構造に占められていることが示唆される。より低い温度からより高い温度で焼きなましを受けた試料中の、TEMにより示される再結晶の進行は、図40に示される引張り特性の変化に見事に対応する。これらの低い温度で焼きなましを受けた試料(600 未満等)は、大部分は高強度ナノモダル構造を維持しており、延性の低減へとつながる。再結晶した試料(700 における等)は、850

で全体的に再結晶した試料と比較して、伸びの大部分を回復する。これらの温度の間での焼きなましは、部分的に延性を回復する。

#### 【0134】

変形挙動における回復及び推移の違いの背後にある1つの理由は、図46のモデルTTT図により例証される。既に記載したように、冷間作業中に形成されたフェライトの非常に細かい/ナノスケールの結晶粒は、焼きなまし中にオーステナイトへと再結晶し、いくらかの

分率のナノ沈殿物は再溶解する。同時に、歪み硬化の効果を、転位網目構造及びもつれ、双晶境界、並びに小角境界を、様々な既知の機構により消滅させ、排除する。図46において、モデル温度、時間変態(TTT)図の加熱曲線Aにより示されるように、低い温度では(詳細には合金1に関して650 未満)、再結晶を伴わず、回復のみが起こり得る(すなわち、転位密度における低減に関連する回復)。

【0135】

言い換えれば、本発明の幅広い文脈において、図46に示されるように、せん断及びせん断端部の形成の効果、並びにそれに関連する機械的特性に対する悪影響は、450、650までの温度で少なくとも部分的に回復し得る。加えて、650 かつ合金の $T_m$ 未満まで、再結晶は起こり得て、これはせん断端部の形成に起因する機械的強度損失の復活にも寄与する。

10

【0136】

したがって、本実施例は、冷間圧延中の変形時に、動的歪み硬化及び相変態を含む同時発生の方法が、転位に基づいた機構と共に、独自の機構#2又は機構#3(図1A)を通して起きることを実証している。加熱時に、微細構造は、再結晶モーダル構造(構造#4、図1B)に戻り得る。しかしながら、低い温度で、転位回復のみが起きると、この可逆的方法は起こり得ない。したがって、Table 2(表2)の合金の独自の機構に起因して、様々な外部加熱処理が使用され得て、打ち抜き/スタンピングからの端部損傷を解決する。

【0137】

(実施例9)

打ち抜き端部回復の温度効果

50mm厚さを有するスラブを、Table 33(表33)に列記した選択された合金からTable 2(表2)に提供した原子比率に基づいて実験的に鑄造し、本出願の本文に記載したように、熱間圧延、冷間圧延及び850 度で10分間の焼きなましによる実験的加工を行った。1.2mmの最終厚さ及び再結晶モーダル構造(構造#4、図1B)を有する各合金から得られた板を使用して、焼きなまし後の打ち抜き端部損傷回復を温度の関数として実証した。

20

【0138】

ASTM E8幾何学形状の引張り被験体を打ち抜きにより調製した。次に、選択された合金からの打ち抜き引張り被験体の一部に、10分間450~850 度の範囲の異なる温度で回復焼きなましを行い、続いて空冷した。引張り特性を、Instron 5984機械的試験用フレームで、Instron社のBluehill制御ソフトウェアを使用して測定した。全試験を、室温で、下部をつかみ具で固定し、上部を上方に0.012mm/秒の速度で移動するつかみ具に取り付けて実行した。歪みデータを、Instron社の先進ビデオ伸び計を使用して収集した。

30

【0139】

引張り試験結果を、Table 32(表32)及び図47に示す。表及び図から分かるように、650 以上の温度での焼きなまし後に達成された全体的又はほぼ全体的な特性の回復は、打ち抜き後の損傷端部において、構造が全体的又はほぼ全体的に再結晶したこと(すなわち、図1Bにおける構造#5から構造#4への構造変化)を示唆している。例えば、損傷端部における再結晶のレベルは、焼きなまし温度が650、 $T_m$ までの範囲である時、90%以上のレベルであると考えられる。実施例8に記載され、図46に示されるように、より低い焼きなまし温度(例えば、650 未満の温度)は、全体的再結晶をもたらすことはなく、部分的回復につながる(すなわち、転位密度の減少)。

40

【0140】

合金1における、異なる温度での打ち抜き及び焼きなましの結果としてのせん断端部での微細構造変化を、SEMにより調べた。図48に示されるように、横断面試料を、せん断端部付近で打ち抜きのままの状態、かつ650 ~700 度の焼きなまし後に、ASTM E8打ち抜き引張り被験体から切断した。

【0141】

SEM研究用に、横断面試料を低砥粒を有するSiC紙やすり上で研削し、次にダイヤモンドメディアペーストを用いて1 $\mu$ mに至るまで次第に研磨した。0.02 $\mu$ m砥粒のSiO<sub>2</sub>溶液を用

50

いて最終研磨を行った。微細構造を、Carl Zeiss SMT Inc.社製造のEVO-MA10走査電子顕微鏡を使用してSEMにより調べた。

【0142】

図49は、打ち抜きのままの状態の端部における微細構造の後方散乱SEM画像を示す。微細構造が、せん断影響域から離れた領域にある再結晶した微細構造と対照的に、せん断影響域(すなわち、端部に近接した白いコントラストの三角形)で変形かつ変態していることが分かる。引張り変形と同様に、打ち抜きにより起きたせん断影響域における変形は、ナノ相微細化及び強化機構を通して、微細化高強度ナノモーダル構造(構造#5、図1B)を生み出す。しかしながら、焼きなましは、焼きなまし中のせん断影響域における微細構造変化と関連する、打ち抜きASTM E8被験体の引張り特性を回復する。図50は、650 で10分間の焼きなましを行った試料の微細構造を示す。打ち抜きのままの試料と比較して、せん断影響域はコントラストがほとんどない状態で小さくなっており、せん断影響域における微細構造が、試料の中心の微細構造に向かって徐々に発達していることを示唆している。高倍率SEM画像は、いくらかの非常に小さい結晶粒が核となるが、せん断影響域にわたり再結晶は大きくは起きないことを示している。再結晶は、大部分の転位が消滅した状態で、初期段階にあることが考えられる。構造は完全には再結晶していないけれども、引張り特性は実質的に回復している(Table 32(表32)及び図47a)。700 で10分間の焼きなましは、せん断影響域の全体的な再結晶へとつながる。図51に示されるように、せん断影響域におけるコントラストは、かなり減少している。高倍率画像は、明瞭な結晶粒界を有する等軸結晶粒がせん断影響域に形成され、全体的な再結晶を表していることを示す。粒度は、試料の中心における粒度より小さい。中心における結晶粒は、850 で10分間の焼きなまし後で、被験体の打ち抜き前の再結晶から得られることに留意されたい。Table 32(表32)及び図47aに示されるように、せん断影響域が全体的に再結晶した状態で、引張り特性は、完全に回復している。

10

20

【0143】

引張り被験体の打ち抜きは、材料の引張り特性を低下させる端部損傷をもたらす。本明細書の板合金の、打ち抜き中の塑性変形は、低減した延性を伴い微細化高強度ナノモーダル構造(構造#5、図1B)への構造変態へとつながり、端部の早期亀裂へとつながる。本実施例は、この端部損傷は、広範囲の産業用温度にわたる異なる焼きなましにより、部分的/全体的に回復可能であることを実証している。

30

【0144】



【表 3 3 A】

Table 33 異なる温度での打ち抜き及び焼きなまし後の引張り特性

合金	焼きなまし温度(°C)	降伏応力(MPa)	最大引張り強度(MPa)	引張り伸び(%)
合金 1	打ち抜きのまま	494	798	12.6
		487	829	14.3
		474	792	15.3
	450	481	937	21.5
		469	934	20.9
		485	852	19.3
	600	464	1055	27.3
		472	1103	30.5
		453	984	23.7
	650	442	1281	51.5
		454	1270	45.4
		445	1264	51.1
	700	436	1255	50.1
		442	1277	52.1
		462	1298	51.6
	850	407	1248	52.0
		406	1260	47.8
		412	1258	48.5

10

20

30

【 0 1 4 5 】

【表 3 3 B】

合金 9	打ち抜きのまま	508	1018	29.2	
		507	1007	28.6	
		490	945	23.3	
	600	461	992	28.5	10
		462	942	24.8	
		471	968	25.6	
	650	460	1055	33.0	
		470	1166	48.3	
		473	1177	49.3	
	700	457	1208	57.5	
		455	1169	50.3	
		454	1171	61.6	
	850	411	1166	59.0	20
		409	1174	52.7	
		418	1181	55.6	
合金 12	打ち抜きのまま	521	954	27.1	
		468	978	30.7	
		506	975	31.2	
	600	462	1067	44.9	
		446	1013	41.3	
		471	1053	41.1	30
	650	452	1093	61.5	
		449	1126	57.8	
		505	1123	55.4	
	700	480	1112	59.6	
		460	1117	61.8	
		468	1096	61.5	
	850	419	1086	65.7	40
		423	1085	63.0	
		415	1100	53.8	

【 0 1 4 6 】

(実施例10)

打ち抜き端部特性の可逆性に対する打ち抜き速度の効果

50mm厚さを有するスラブを、Table 34(表34)に列記した選択された合金からTable 2(表2)に提供した原子比率に基づいて実験的に鑄造し、本明細書に記載したように、熱間圧延、冷間圧延及び850 で10分間の焼きなましによる実験的加工を行った。1.2mmの最終厚さ

及び再結晶モーダル構造(構造#4、図1B)を有する各合金から得られた板を使用して、端部損傷回復を打ち抜き速度の関数として実証した。

【 0 1 4 7 】

ASTM E8幾何学形状の引張り被験体を、28mm/秒、114mm/秒、及び228mm/秒の3種の異なる速度で打ち抜きにより調製した。同一の材料からのワイヤEDM切断被験体を、参照用に使用した。次に、選択された合金からの打ち抜き引張り被験体の一部に、10分間850 で回復焼きなましを行い、続いて空冷した。引張り特性を、Instron 5984機械的試験用フレームで、Instron社のBluehill制御ソフトウェアを使用して測定した。全試験を、室温で、下部をつかみ具で固定し、上部をつかみ具に取り付けて、上方に0.012mm/秒の速度で移動させて実行した。歪みデータを、Instron社の先進ビデオ伸び計を使用して収集した。引張り試験結果をTable 34(表34)に列記し、選択された合金に関して、引張り特性を打ち抜き速度の関数として図52に示す。引張り特性は、打ち抜き試料において、ワイヤEDM切断の引張り特性と比較してかなり低下することが分かる。28mm/秒から228mm/秒への打ち抜き速度の増加は、3種の選択された合金全ての特性の上昇へとつながる。穴又はせん断端部の打ち抜き中の局在発熱は、打ち抜き速度の増加に伴い増加することが知られており、高速での打ち抜き被験体における端部損傷回復の一要因であり得る。熱のみでは端部損傷回復を起こさないが、発生した熱への材料応答により可能となることに留意されたい。本出願のTable 2(表2)に含まれる合金に関する応答における、市販の鋼試料に対するこの違いは、実施例15及び実施例17で明確に例証される。

10

【 0 1 4 8 】

20

【表 3 4 A】

Table 34 異なる速度での打ち抜き対 EDM 切断された被験体の引張り特性

合金	試料調製方法	降伏応力 (MPa)	引張り強度(MPa)	引張り伸び(%)
合金 1	EDM	459	1255	51.2
		443	1271	46.4
		441	1248	52.7
		453	1251	55.0
		467	1259	51.3
	228mm/秒 打ち抜き	474	952	21.8
		498	941	21.6
		493	956	21.6
	114mm/秒 打ち抜き	494	798	13.4
		487	829	15.1
		474	792	14.1
	28mm/秒 打ち抜き	464	770	12.8
		479	797	13.7
		465	755	12.1
	合金 9	EDM	468	1166
480			1177	52.4
475			1169	56.9
228mm/秒 打ち抜き		500	1067	35.1
		493	999	28.8
		470	1042	31.8
114mm/秒 打ち抜き		508	1018	29.2
		507	1007	28.6
		490	945	23.3
28mm/秒 打ち抜き		473	851	19.7
		472	841	16.4
		494	846	18.9

10

20

30

40

【表 3 4 B】

合金 12	EDM	481	1094	54.4
		479	1128	64.7
		495	1126	62.4
	228mm/秒 打ち抜き	495	1124	53.8
		484	1123	53.0
	114mm/秒 打ち抜き	521	954	27.1
		468	978	30.7
		506	975	31.2
	28mm/秒 打ち抜き	488	912	23.6
		472	900	21.7
		507	928	22.9

10

## 【 0 1 5 0】

本実施例は、打ち抜き速度は、本明細書の鋼合金において、得られる引張り特性に対してかなりの効果を及ぼし得ることを実証している。打ち抜き中の局在発熱は、端部付近の構造回復における一要因であり、特性改善へとつながり得る。

20

## 【 0 1 5 1】

(実施例11)

穴打ち抜き及び穴広げ中の端部構造変態

50mm厚さを有するスラブを、合金1から実験的に鑄造し、本明細書に記載したように、熱間圧延、冷間圧延及び850 で10分間の焼きなましによる実験的加工を行った。1.2mmの最終厚さ及び再結晶モダル構造(構造#4、図1B)を有する得られた板を、穴広げ率(HER)試験用に使用した。

## 【 0 1 5 2】

89×89mmの大きさを有する試験用の被験体を、板からワイヤEDM切断した。10mm直径を有する穴を、2種の方法を利用することにより被験体の中央に切断した:打ち抜き及び端部ミリングを用いるドリル加工。穴打ち抜きを、Instron Model 5985 Universal Testing Systemで、0.25mm/秒の固定速度を使用して16%のクリアランスを用いて行った。穴広げ率(HER)試験を、SP-225水圧プレスで、穴を半径方向外向きに均一に広げる円錐パンチをゆっくり引き上げる構成で実施した。デジタル画像カメラシステムを、円錐パンチに焦点を合わせ、穴端部を、亀裂形成及び亀裂拡大の証拠を探すため監視した。亀裂が被験体厚さを通して拡大しているのが観察されるまで、円錐パンチを連続的に引き上げた。この時点で試験を停止し、穴広げ率を、試験開始前に測定された最初の穴直径の百分率として計算した。

30

40

## 【 0 1 5 3】

HER試験の結果を図53に示し、穴を打ち抜きにより調製した場合の試料に関して、ミリング加工と比較して、かなり低値を実証している:それぞれ、5.1%HER対73.6%HER。SEM解析及び微小硬度測定用に、図54に示されるように両方の試験試料から試料を切断した。

## 【 0 1 5 4】

微小硬度を、合金1に関して穴広げプロセスの全ての適切な段階で測定した。微小硬度測定を、焼きなましされ(打ち抜き及びHER試験の前)、打ち抜きのままで、かつHER試験の状態において、板試料の横断面に沿って行った。参照用に、合金1からの冷間圧延板においても微小硬度を測定した。測定プロファイルは、試料端部から80マイクロメートルの距離で開始し、このような測定を10回行うまで、120マイクロメートル毎に更に測定を行っ

50

た。この時点後、全試料の長さの少なくとも5mmを測定するまで、500マイクロメートル毎に更に測定を行った。HER試験試料における微小硬度測定位置の略図を図55に示す。微小硬度測定後の打ち抜き及びHER試験試料のSEM画像を図56に示す。

#### 【0155】

図57に示されるように、打ち抜きプロセスは、打ち抜き端部のすぐ付近の全体的に変態した40%冷間圧延材料において観察された硬度手法により立証されたように、打ち抜き端部に最も近い材料が全体的又はほぼ全体的のいずれかに変態した状態で、打ち抜き端部にすぐ近接しているおよそ500マイクロメートルの変態域を生み出す。各試料に関する微小硬度プロファイルを、図58に示す。図から分かるように、ミリング加工の場合は、微小硬度は穴端部に向かって徐々に増加し、一方、打ち抜き穴の場合は、微小硬度増加は穴端部に近接した非常に狭い領域で観察された。図58に示されるように、両方の場合においてTEM試料を同じ距離で切断した。

#### 【0156】

TEM被験体を調製するために、HER試験試料を最初にワイヤEDMにより分割し、穴端部分を有する試験片を低砥粒のパッドを用いて研削により薄化した。それぞれ9 $\mu\text{m}$ 、3 $\mu\text{m}$ 及び1 $\mu\text{m}$ のダイヤモンド懸濁溶液を用いた研磨により、約60 $\mu\text{m}$ 厚さまでの更なる薄化を行う。直径3mmの円板を穴の端部付近で箔から打ち抜き、ツイングジェット式研磨機を使用して電解研磨で最終研磨を完了した。使用した化学溶液は、メタノールベースに混合した30%硝酸であった。TEM観察には不十分な薄さ領域の場合は、TEM被験体をGatan社の精密イオン研磨システム(PIPS)を使用してイオンミリングしてもよい。イオンミリングは、通例、4.5keVで行われ、傾斜角は、4°から2°へと低減され、薄領域を拡大する。TEM研究を、J EOL 2100高分解能顕微鏡を使用し、200kVで操作して行った。TEM研究の位置は円板の中心であるため、観察された微細構造は、穴端部から約1.5mmくらいである。

#### 【0157】

再結晶モーダル構造(構造#4、図1B)を表している、試験前の合金1板の最初の微細構造を図59に示す。図60aは、打ち抜き穴を有するHER試験試料の、試験後(HER=5.1%)の、穴端部から1.5mmの位置の異なる領域における微細構造のTEM顕微鏡写真を示す。主に再結晶した微細構造が、部分的に変態した「ポケット」を有する小領域を伴い(図60b)、試料中に残留している(図60a)ことが見出され、HER試験において、試料の制限された体積(約1500 $\mu\text{m}$ 深さ)が変形に関与したことを表している。図61に示されるように、ミリング加工穴(HER=73.6%)を有するHER試料では、多量の変態した「ポケット」及び高密度の転位( $10^8 \sim 10^{10} \text{mm}^{-2}$ )により示されるように、試料中に多量の変形がある。

#### 【0158】

打ち抜き穴を有する試料中の劣ったHER性能の原因となる理由のより詳細を解析するために、集束イオンビーム(FIB)技術を利用して、TEM被験体を打ち抜き穴の正に端部で作製した。図62に示されるように、TEM被験体を端部から約10 $\mu\text{m}$ において切断した。FIBによりTEM被験体を調製するために、切断される被験体を保護するために、白金薄層を領域上に積層した。次に、くさび型の被験体を切抜き、タングステン針により引き上げた。更にイオンミリングを実施して、被験体を薄化した。最後に、薄化した被験体を移動させ、TEM観察用に銅グリッドに溶接した。図63は、打ち抜き穴端部から約10マイクロメートルの距離における合金1板の微細構造を示し、これは打ち抜き前の合金1板の微細構造と比較して、かなりの微細化及び変態を受けている。打ち抜きが穴端部に重度の変形を起こし、その結果、打ち抜き穴端部に近接した領域にナノ相微細化及び強化(機構#4、図1B)が起こり、微細化高強度ナノモーダル構造(構造#5、図1B)の形成へとつながったことが示唆される。微細化高強度ナノモーダル構造は、Table 1(表1)の再結晶モーダル構造と比較して相対的に低い延性を有し、端部における早期亀裂及び低HER値をもたらす。本実施例は、Table 2(表2)の合金は、確認されたナノ相微細化及び強化(機構#4、図1B)を通して、再結晶モーダル構造(構造#4、図1B)から微細化高強度ナノモーダル構造(構造#5、図1B)へと変態する独自の能力を呈することを実証している。打ち抜きで穴端部での変形に起因して起きる構造変態は、冷間圧延変形中に起きる変態及び引張り試験変形中に観察される変態と本来

は同様であると思われる。

【 0 1 5 9 】

(実施例12)

焼きなましを伴う及び伴わない、HER試験結果

50mm厚さを有するスラブを、Table 35(表35)に列記した選択された合金からTable 2(表2)に提供した原子比率に基づいて実験的に鑄造し、本明細書に記載したように、熱間圧延、冷間圧延及び850 で10分間の焼きなましによる実験的加工を行った。1.2mmの最終厚さ及び再結晶モーダル構造(構造#4、図1B)を有する得られた板を、穴広げ率(HER)試験用に使用した。

【 0 1 6 0 】

89×89mmの試験体を、より大きい分割片からの板からワイヤEDM切断した。10mm直径の穴を、被験体の中心に、Instron Model 5985 Universal Testing Systemで、0.25mm/秒の固定速度を使用して16%の打ち抜きクリアランスを用いて打ち抜きにより作製した。打ち抜き穴を伴い調製した被験体の半分を、HER試験前に、個々にステンレス鋼箔で包み850 で10分間焼きなましを行った。穴広げ率(HER)試験を、SP-225水圧プレスで、穴を半径方向外向きに均一に広げる円錐パンチをゆっくり引き上げる構成で実施した。デジタル画像カメラシステムを、円錐パンチに焦点を合わせ、穴端部を、亀裂形成及び亀裂拡大の証拠を探すため監視した。円錐パンチを、亀裂が全体的被験体厚さを通して拡大しているのが観察されるまで、連続的に引き上げた。この時点で試験を停止し、穴広げ率を、試験開始前に測定された最初の穴直径の百分率として計算した。

10

20

【 0 1 6 1 】

焼きなましを伴う及び伴わない、穴打ち抜き後の被験体に関する穴広げ率測定の結果をTable 35(表35)に示す。それぞれ合金1、合金9、合金12、合金13、及び合金17に関して、図64、図65、図66、図67及び図68に示されるように、焼きなましを伴う打ち抜き穴を用いて測定された穴広げ率は、焼きなましを伴わない打ち抜き穴における穴広げ率より一般に大きい。したがって、確認された本明細書の合金に関して、焼きなましを伴う穴広げ率増加は、実績HERにおける約25%~90%の増加へとつながる。

【 0 1 6 2 】

【表 3 5 A】

Table 35 選択された合金に関する焼きなましを伴う及び伴わない穴広げ率結果

材料	状態	打ち抜き クリアラン ス(%)	測定された穴広げ 率(%)	平均穴広げ率(%)
合金 1	焼きなまし を伴わない	16	3.00	3.20
			3.90	
			2.70	
	焼きなまし を伴う	16	105.89	93.10
			81.32	
			92.11	
合金 9	焼きなまし を伴わない	16	3.09	3.19
			3.19	
			3.29	
	焼きなまし を伴う	16	78.52	87.84
			97.60	
			87.40	

10

20

【 0 1 6 3 】



【表 3 5 B】

合金 12	焼きなまし を伴わない	16	4.61	4.91
			5.21	
	焼きなまし を伴う	16	69.11	77.60
83.60				
80.08				
合金 13	焼きなまし を伴わない	16	1.70	1.53
			1.40	
			1.50	
焼きなまし を伴う	16	32.37	31.12	
		29.00		
		32.00		
合金 17	焼きなまし を伴わない	16	12.89	21.46
			28.70	
			22.80	
焼きなまし を伴う	16	104.21	103.74	
		80.42		
		126.58		

10

20

30

40

50

## 【0164】

本実施例は、HER試験中に実証された端部形成能は、Table 2(表2)に列記した合金における独自の機構の結果として、打ち抜き操作中の端部損傷に起因する劣った結果を生じ得ることを実証している。Table 6(表6)からTable 10(表10)に示されるように、全体的に加工した後の合金は、非常に高い歪み硬化及びネッキングに対する抵抗力と一体となり、障害の近くまで、非常に高い引張り延性を呈する。したがって、材料は、かなりの程度まで壊滅的障害に抵抗するが、打ち抜き中に、人工的な壊滅的障害が、打ち抜き端部付近で発生させられる。確認された機構の独自の可逆性に起因して、ナノ相微細化及び強化(機構#3、図1A)並びに構造変態の結果としてのこの有害な端部損傷は、焼きなましにより逆進し得て、高HER結果をもたらす。したがって、打ち抜き穴の場合は、続く焼きなましを伴い高穴広げ率値を得ることができ、引張り特性とそれに関連するバルク形成能との例外的な組み合わせを保持している。

## 【0165】

加えて、構造#4(再結晶モーダル構造)の形態にあるような合金を提供する加工経路を経た本明細書の合金は、せん断端部を含めて、せん断により形成された穴に関して第1の穴広げ率( $HER_1$ )を示し、かつ加熱時に該合金は第2の穴広げ率( $HER_2$ )を有し、 $HER_2 > HER_1$ であることを理解されたい。

## 【0166】

より詳細には、構造#4(再結晶モーダル構造)の形態にあるような合金を提供する加工経路を経た本明細書の合金は、形成のために主としてせん断に依存しない穴に関して第1の

穴広げ率( $HER_1$ )を示し、この値自体は30~130%の範囲になり得ることも理解されたい。しかしながら、同一の合金が、せん断により形成された穴を含むと、第2の穴広げ率が観察され( $HER_2$ )、 $HER_2=(0.01\sim 0.30)(HER_1)$ である。しかしながら、次に合金に本明細書の加熱処理が施される場合は、 $HER_2$ が、 $HER_3=(0.60\sim 1.0)HER_1$ まで回復することが観察される。

【0167】

(実施例13)

合金特性に対する端部状態効果

50mm厚さを有するスラブを、合金1から、Table 2(表2)に提供した原子比率に基づいて実験的に鑄造し、本明細書に記載したように、熱間圧延、冷間圧延及び850℃で10分間の焼きなましによる実験的加工を行った。1.2mmの最終厚さ及び再結晶モーダル構造(構造#4、図1B)を有する合金1から得られた板を使用して、端部状態が合金1の引張り特性及び穴広げ特性に対して及ぼす効果を実証した。

10

【0168】

ASTM E8幾何学形状の引張り被験体を、2種の方法を使用して作製した:打ち抜き及びワイヤEDM切断。打ち抜き引張り被験体を、市販のプレスを使用して作製した。打ち抜き引張り被験体の小集団に、850℃で10分間の加熱処理を行い、打ち抜き次に焼きなましを行った端部状態を有する試料を作製した。

【0169】

ASTM E8被験体の引張り特性を、Instron 5984機械的試験用フレームで、Instron社のBluehill制御ソフトウェアを使用して測定した。全試験を、室温で、下部をつかみ具で固定し、上部をつかみ具に取り付けて、最初の0.5%伸びの間は0.025mm/秒の速度で、その時点後は0.125mm/秒の速度で、上方に移動させて実行した。歪みデータを、Instron社の先進ビデオ伸び計を使用して収集した。打ち抜き、EDM切断、及び打ち抜き次に焼きなましを行った端部状態を有する合金1の引張り特性をTable 36(表36)に示す。異なる端部状態を有する合金1の引張り特性を図69に示す。

20

【0170】

【表 3 6】

Table 36 異なる端部状態を有する合金 1 の引張り特性

端部状態	引張り伸び (%)	最大引張り強度 (MPa)
打ち抜き	12.6	798
	14.3	829
	15.3	792
EDM 切断	50.5	1252
	51.2	1255
	52.7	1248
	55.0	1251
	51.3	1259
	50.5	1265
打ち抜き、次に焼きなまし	52.0	1248
	47.8	1260
	48.5	1258

10

20

30

40

## 【0171】

89×89mmの大きさを有する穴広げ率試験用の被験体を、板からワイヤEDM切断した。10mm直径を有する穴を、2種の方法により調製した:打ち抜き及びワイヤEDMによる切断。10mm直径を有する打ち抜き穴を、Instron 5985 Universal Testing Systemで、16%の打ち抜きクリアランスを用いて、かつ平面打ち抜きプロファイル幾何学形状を使用して、0.25mm/秒で打ち抜きを行うことにより作製した。穴広げ率試験用の打ち抜き試料の小集団に、打ち抜き後に850℃で10分間の加熱処理を用いて焼きなましを行った。

## 【0172】

穴広げ率(HER)試験を、SP-225水圧プレスで、穴を半径方向外向きに均一に広げる円錐パンチをゆっくり引き上げる構成で実施した。デジタル画像カメラシステムを、円錐パンチに焦点を合わせ、穴端部を、亀裂形成及び亀裂拡大の証拠を探すため監視した。円錐パンチを、亀裂が被験体厚さを通して拡大しているのが観察されるまで、連続的に引き上げた。この時点で試験を停止し、穴広げ率を、試験開始前に測定された最初の穴直径の百分率として計算した。

## 【0173】

穴広げ率試験の結果をTable 37(表37)に示す。各端部状態に関する平均穴広げ率値も示す。各端部状態に関する平均穴広げ率を図70にプロットする。EDM切断及び打ち抜き次に焼きなましを行った端部状態を有する試料に関して、端部形成能(すなわち、HER応答)が優れているのに対して、打ち抜き端部状態にある穴を有する試料は、かなり低い端部形成能を有することが分かる。

## 【0174】

【表 37】

Table 37 異なる端部状態を有する合金 1 の穴広げ率

端部状態	測定された穴広げ率(%)	平均穴広げ率(%)
打ち抜き	3.00	3.20
	3.90	
	2.70	
EDM 切断	92.88	82.43
	67.94	
	86.47	
打ち抜き、次に焼きなまし	105.90	93.10
	81.30	
	92.10	

10

20

## 【0175】

本実施例は、合金1の端部状態は、引張り特性及び端部形成能(すなわち、HER応答)に対して明瞭な効果を及ぼすことを実証している。打ち抜き端部状態を伴い試験を行った引張り試験は、ワイヤEDM切断及び打ち抜きとそれに続く焼きなまし後の両方と比較すると、低下した特性を有する。EDM切断及び打ち抜き次に焼きなましを行った端部状態は、それぞれ82.43%及び93.10%の穴広げ率を有するのに対して、打ち抜き端部状態を有する試験は、平均して3.20%の穴広げ率を有する。端部状態の比較は、端部作製(すなわち、打ち抜きを介する)に関連する損傷は、本明細書の合金の端部形成能に対して少なからぬ効果を及ぼすことも実証している。

30

## 【0176】

(実施例14)

穴打ち抜き速度の関数としてのHER結果

50mm厚さを有するスラブを、Table 38(表38)に列記した選択された合金からTable 2(表2)に提供した原子比率に基づいて実験的に鑄造し、本明細書に記載したように、熱間圧延、冷間圧延及び850 で10分間の焼きなましによる実験的加工を行った。1.2mmの最終厚さ及び再結晶モーダル構造(構造#4、図1B)を有する各合金から得られた板を使用して、穴打ち抜き速度のHER結果に対する効果を実証した。

40

## 【0177】

89×89mmの大きさを有する試験用の被験体を、板からワイヤEDM切断した。10mm直径を有する穴を、異なる速度で2種の異なる機械で打ち抜くが、被験体の全てを、16%の打ち抜きクリアランスを用いて、かつ同一の打ち抜きプロファイル幾何学形状を用いて打ち抜いた。低速度打ち抜き穴(0.25mm/秒、8mm/秒)を、Instron 5985 Universal Testing Systemを使用して打ち抜き、高速度打ち抜き穴(28mm/秒、114mm/秒、228mm/秒)を、市販の打ち抜きプレスで打ち抜いた。全ての穴を、平面打ち抜き幾何学形状を使用して打ち抜いた。

## 【0178】

穴広げ率(HER)試験を、SP-225水圧プレスで、穴を半径方向外向きに均一に広げる円錐パンチをゆっくり引き上げる構成で実施した。デジタル画像カメラシステムを、円錐パン

50

チに焦点を合わせ、穴端部を、亀裂形成及び亀裂拡大の証拠を探すため監視した。円錐パンチを、亀裂が全体的被験体厚さを通して拡大しているのが観察されるまで、連続的に引き上げた。この時点で試験を停止し、穴広げ率を、試験開始前に測定された最初の穴直径の百分率として計算した。

【0179】

穴広げ率の試験値をTable 37(表37)に示す。平均穴広げ値を、各速度及び16%の打ち抜きクリアランスで試験を行った合金に関して示す。打ち抜き速度の関数としての平均穴広げ率を、それぞれ合金1、合金9、及び合金12に関して、図71、図72及び図73に示す。穴広げ率の増加により実証されるように、打ち抜き速度が増加するにつれて、試験を行った全ての合金は、明確な端部形成能応答を有することが分かる。この増加の理由は、以下の効果に関連すると考えられる。より高い打ち抜き速度により、せん断端部で生み出される熱量が増加することが予期され、局在する温度スパイクが焼きなまし効果(すなわち、in-situ焼きなまし)をもたらし得る。或いは、打ち抜き速度の増加により、再結晶モーダル構造(すなわち、図1Bにおける構造#4)から微細化高強度ナノモーダル構造(すなわち、図1Bにおける構造#5)へ変態する材料量の低減があり得る。同時に、微細化高強度ナノモーダル構造(すなわち、図1Bにおける構造#5)の量が、局在した再結晶(すなわち、図1Bにおける機構#3)を可能にする温度スパイクに起因して低減し得る。

【0180】

【表38A】

Table 38 異なる打ち抜き速度での穴広げ率

材料	打ち抜き速度 (mm/秒)	測定された穴広げ 率(%)	平均穴広げ率 (%)
合金 1	0.25	3.00	3.20
	0.25	3.90	
	0.25	2.70	
	8	4.49	3.82
	8	3.49	
	8	3.49	
	28	8.18	7.74
	28	8.08	
	28	6.97	
	114	17.03	17.53
	114	19.62	
	114	15.94	
	228	20.44	21.70
	228	21.24	
	228	23.41	

【 0 1 8 1 】  
【 表 3 8 B 】

合金 9	0.25	3.09	3.19
	0.25	3.19	
	0.25	3.29	
	8	6.80	6.93
	8	7.39	
	8	6.59	
	28	21.04	19.11
	28	17.35	
	28	18.94	
	114	24.80	24.29
	114	19.74	
	114	28.34	
	228	26.00	30.57
	228	35.16	
	228	30.55	

10

20

30

【 0 1 8 2 】

【表 3 8 C】

合金 12	0.25	4.61	4.91
	0.25	5.21	
	8	7.62	11.28
	8	14.61	
	8	11.62	
	28	29.38	31.59
	28	33.70	
	28	31.70	
	114	40.08	45.50
	114	48.11	
	114	48.31	
	228	50.00	49.36
	228	40.56	
	228	57.51	

10

20

## 【0183】

本実施例は、穴広げにより測定されるように、端部形成能の打ち抜き速度への依存を実証している。打ち抜き速度が増加するにつれて、試験を行った合金に関して、穴広げ率は一般に増加する。打ち抜き速度の増加に伴い、端部の性質が変化し、その結果、端部形成能(すなわち、HER応答)の改善が達成される。測定された打ち抜き速度より速い打ち抜き速度では、端部形成能は、より高い穴広げ率値にさえ向かって改善され続けることが予期される。

30

## 【0184】

(実施例15)

穴打ち抜き速度の関数としてのDP980におけるHER

商業的に製造され加工された二相980鋼を購入し、穴広げ率試験を実施した。全ての被験体を、現状のままの(商業的に加工された)状態で試験を行った。

## 【0185】

89×89mmの大きさを有する試験用の被験体を、板からワイヤEDM切断した。10mm直径を有する穴を、市販の打ち抜きプレスを使用して、異なる速度で2種の異なる機械で打ち抜くが、被験体の全てを、16%の打ち抜きクリアランスを用いて、かつ同一の打ち抜きプロフィール幾何学形状を用いて打ち抜いた。低速度打ち抜き穴(0.25mm/秒)を、Instron 598 5 Universal Testing Systemを使用して打ち抜き、高速度打ち抜き穴(28mm/秒、114mm/秒、228mm/秒)を、市販の打ち抜きプレスで打ち抜いた。全ての穴を、平面打ち抜き幾何学形状を使用して打ち抜いた。

40

## 【0186】

穴広げ率(HER)試験を、SP-225水圧プレスで、穴を半径方向外向きに均一に広げる円錐パンチをゆっくり引き上げる構成で実施した。デジタル画像カメラシステムを、円錐パン

50

チに焦点を合わせ、穴端部を、亀裂形成及び亀裂拡大の証拠を探すため監視した。円錐パンチを、亀裂が全体的被験体厚さを通して拡大しているのが観察されるまで、連続的に引き上げた。この時点で試験を停止し、穴広げ率を、試験開始前に測定された最初の穴直径の百分率として計算した。

【 0 1 8 7 】

穴広げ試験に関する値をTable 39(表39)に示す。各打ち抜き速度に関する平均穴広げ値もまた、16%の打ち抜きクリアランスでの市販の二相980材料に関して示す。図74において、市販の二相980鋼に関して、平均穴広げ値を打ち抜き速度の関数としてプロットする。

【 0 1 8 8 】

【表 3 9】

10

Table 39 異なる打ち抜き速度での二相 980 鋼の穴広げ率

材料	打ち抜き速度 (mm/秒)	測定された穴広げ 率(%)	平均穴広げ率 (%)
市販の二相 980	0.25	23.55	22.45
	0.25	20.96	
	0.25	22.85	
	28	18.95	18.26
	28	17.63	
	28	18.21	
	114	17.40	20.09
	114	23.66	
	114	19.22	
	228	27.21	23.83
	228	24.30	
	228	19.98	

20

30

【 0 1 8 9 】

本実施例は、二相980鋼において、打ち抜き速度に基づいた端部性能効果は測定されないことを実証している。二相980鋼に対して測定された全ての打ち抜き速度に関して、端部性能(すなわち、HER応答)は、一貫して21%±3%の範囲内であり、例えば図1a及び図1bにおけるような、本出願に存在する独自の構造及び機構が存在しないため、予期されるように、従来のAHSSにおける端部性能は、打ち抜き速度により改善されないことを表している。

40

【 0 1 9 0 】

(実施例16)

打ち抜き設計の関数としてのHER結果

50mm厚さを有するスラブを、合金1、合金9、及び合金12から、Table 2(表2)に提供した原子比率に基づいて実験的に鑄造し、本明細書に記載したように、熱間圧延、冷間圧延及び850 で10分間の焼きなましによる実験的加工を行った。1.2mmの最終厚さ及び再結晶モ

50



ーダル構造(構造#4、図1B)を有する各合金から得られた板を使用して、穴打ち抜き速度のHER結果に対する効果を実証した。

【0191】

89×89mmの試験体を、より大きい分割片からワイヤEDM切断した。10mm直径の穴を、被験体の中心に、3種の異なる速度、28mm/秒、114mm/秒、及び228mm/秒で、16%の打ち抜きクリアランスで、かつ市販の打ち抜きプレスを使用して、4種の打ち抜きプロファイル幾何学形状を用いて打ち抜いた。使用されるこれらの打ち抜き幾何学形状は、平面、6°テーパ状、7°円錐体、及び円錐平底であった。6°テーパ状、7°円錐体、及び円錐平底の打ち抜き幾何学形状の略図を図75に示す。

【0192】

穴広げ率(HER)試験を、SP-225水圧プレスで、穴を半径方向外向きに均一に広げる円錐パンチをゆっくり引き上げる構成で実施した。デジタル画像カメラシステムを、円錐パンチに焦点を合わせ、穴端部を、亀裂形成及び亀裂拡大の証拠を探すため監視した。円錐パンチを、亀裂が全体的被験体厚さを通して拡大しているのが観察されるまで、連続的に引き上げた。この時点で試験を停止し、穴広げ率を、試験開始前に測定された最初の穴直径の百分率として計算した。

【0193】

穴広げ率データは、それぞれ、合金1、合金9、及び合金12に関して、4種の打ち抜き幾何学形状で、かつ2種の異なる打ち抜き速度で、Table 40(表40)、Table 41(表41)、及びTable 42(表42)に含まれる。合金1、合金9、及び合金12に関する平均穴広げ値を、それぞれ、図76、図77及び図78に示す。試験を行った全ての合金に関して、7°円錐体打ち抜き幾何学形状が、全ての他の打ち抜き幾何学形状と比較して、最大穴広げ率又は最大穴広げ率に匹敵する値をもたらした。打ち抜き速度の増加はまた、全ての打ち抜き幾何学形状に関して、端部形成能(すなわち、HER応答)を改善することも示される。異なる打ち抜き幾何学形状を伴い増加した打ち抜き速度で、本明細書の合金は、端部において機構#3及びいくらかの量の構造#4の形成を誘発しているような高い打ち抜き相対速度で局在した加熱があり得ると考えられるため、いくらかの量の再結晶(機構#3)を経ることが可能であり得る。

【0194】

10

20

【表 40 A】

Table 40 異なる打ち抜き幾何学形状を有する合金 1 の穴広げ率

打ち抜き幾何学形状	打ち抜き速度 (mm/秒)	測定された穴広げ 率(%)	平均穴広げ率 (%)
平面	28	8.18	7.74
平面	28	8.08	
平面	28	6.97	
平面	114	17.03	17.53
平面	114	19.62	
平面	114	15.94	
平面	228	20.44	21.70
平面	228	21.24	
平面	228	23.41	
6° テーパー状	28	7.87	8.32
6° テーパー状	28	8.77	
6° テーパー状	114	19.84	18.48
6° テーパー状	114	16.55	
6° テーパー状	114	19.04	
7° 円錐体	28	8.37	10.56
7° 円錐体	28	12.05	
7° 円錐体	28	11.25	
7° 円錐体	114	23.41	22.85
7° 円錐体	114	21.14	
7° 円錐体	114	24.00	
7° 円錐体	228	21.71	21.37
7° 円錐体	228	19.50	
7° 円錐体	228	22.91	

10

20

30

40

【 0 1 9 5 】

【表 4 0 B】

円錐平底	28	8.47	11.95
円錐平底	28	13.25	
円錐平底	28	14.14	
円錐平底	114	20.42	19.75
円錐平底	114	19.22	
円錐平底	114	19.62	
円錐平底	228	24.13	22.39
円錐平底	228	23.31	
円錐平底	228	19.72	

10

【 0 1 9 6】

20

【表 4 1 A】

Table 41 異なる打ち抜き幾何学形状を有する合金 9 の穴広げ率

打ち抜き幾何学形状	打ち抜き速度 (mm/秒)	測定された穴広げ率(%)	平均穴広げ率 (%)
平面	28	21.04	19.11
平面	28	17.35	
平面	28	18.94	
平面	114	24.80	24.29
平面	114	19.74	
平面	114	28.34	
平面	228	26.00	30.57
平面	228	35.16	
平面	228	30.55	
6° テーパー状	28	17.35	19.36
6° テーパー状	28	19.06	
6° テーパー状	28	21.66	

30

40

【 0 1 9 7】

【表 4 1 B】

6° テーパー状	114	29.64	31.14
6° テーパー状	114	32.14	
6° テーパー状	114	31.64	
7° 円錐体	28	22.63	24.05
7° 円錐体	28	23.61	
7° 円錐体	28	25.92	
7° 円錐体	114	34.36	32.60
7° 円錐体	114	31.67	
7° 円錐体	114	31.77	
7° 円錐体	228	36.28	36.44
7° 円錐体	228	38.87	
7° 円錐体	228	34.16	
円錐平底	28	27.72	25.59
円錐平底	28	24.63	
円錐平底	28	24.43	
円錐平底	114	30.28	32.64
円錐平底	114	32.87	
円錐平底	114	34.76	
円錐平底	228	32.90	35.45
円錐平底	228	37.45	
円錐平底	228	35.99	

10

20

30

【 0 1 9 8 】

【表 4 2 A】

Table 42 異なる打ち抜き幾何学形状を有する合金 12 の穴広げ率

打ち抜き幾何学形状	打ち抜き速度 (mm/秒)	測定された穴広げ率(%)	平均穴広げ率(%)
平面	28	29.38	31.59
平面	28	33.70	
平面	28	31.70	
平面	114	40.08	45.50
平面	114	48.11	
平面	114	48.31	
平面	228	50.00	49.36
平面	228	40.56	
平面	228	57.51	
6° テーパー状	28	29.91	30.67
6° テーパー状	28	32.50	
6° テーパー状	28	29.61	
6° テーパー状	114	38.42	41.19
6° テーパー状	114	44.37	
6° テーパー状	114	40.78	
7° 円錐体	28	34.90	33.76
7° 円錐体	28	33.00	
7° 円錐体	28	33.37	
7° 円錐体	114	45.72	49.10
7° 円錐体	114	49.30	
7° 円錐体	114	52.29	
7° 円錐体	228	58.90	54.36
7° 円錐体	228	53.43	
7° 円錐体	228	50.75	

10

20

30

40

【表 4 2 B】

円錐平底	28	37.15	34.43
円錐平底	28	31.47	
円錐平底	28	34.66	
円錐平底	114	45.76	46.36
円錐平底	114	45.96	
円錐平底	114	47.36	
円錐平底	228	57.51	54.11
円錐平底	228	53.48	
円錐平底	228	51.34	

10

## 【0200】

20

本実施例は、試験を行った全ての合金に関して、端部形成能に対する打ち抜き幾何学形状の効果があることを実証している。試験を行った全ての合金に関して、円錐打ち抜き形状は最大穴広げ率をもたらし、それにより、打ち抜き幾何学形状を平面打ち抜きから円錐打ち抜き形状に変更することが、打ち抜き端部に起因する材料内の損傷を低減し、かつ端部形成能を改善することを実証している。7°円錐打ち抜き幾何学形状は、試験を行った合金の大多数にわたりわずかに低い穴広げ率を生み出す円錐平底幾何学形状を有する平面打ち抜き幾何学形状と比較すると、最大端部形成能の総体的な増加をもたらした。合金1に関して、打ち抜き幾何学形状の効果は、打ち抜き速度の増加に伴い少なくなり、試験を行った3種の幾何学形状が穴広げ率により測定してほぼ等しい端部形成能をもたらす(図79)。

打ち抜き幾何学形状は、打ち抜き速度の増加と一体となり、材料の端部内の打ち抜きからの残留損傷を大きく低減し、それにより端部形成能を改善していることを実証した。より高い打ち抜き速度により、せん断端部で生み出される熱量が増加することが予期され、局在する温度スパイクが焼きなまし効果(すなわち、in-situ焼きなまし)をもたらす。或いは、打ち抜き速度の増加に伴い、再結晶モーダル構造(すなわち、図1Bにおける構造#4)から微細化高強度ナノモーダル構造(すなわち、図1Bにおける構造#5)へ変態する材料量の低減があり得る。同時に、微細化高強度ナノモーダル構造(すなわち、図1Bにおける構造#5)の量が、局在した再結晶(すなわち、図1Bにおける構造#3)を可能にする温度スパイクに起因して低減し得る。

30

## 【0201】

(実施例17)

40

穴打ち抜き速度の関数としての市販の鋼グレードにおけるHER

穴広げ率試験を、市販の鋼グレード780、980及び1180に関して実施した。全ての被験体を、現状のまま(商業的に加工された)板の状態で行った。

## 【0202】

89×89mmの大きさを有する試験用の被験体を、各グレードの板からワイヤEDM切断した。10mm直径を有する穴を、市販の打ち抜きプレスを使用して、異なる速度で2種の異なる機械で、かつ同一の打ち抜きプロファイル幾何学形状を用いて打ち抜いた。低速度打ち抜き穴(0.25mm/秒)を、Instron 5985 Universal Testing Systemを使用して12%のクリアランスで打ち抜き、高速度打ち抜き穴(28mm/秒、114mm/秒、228mm/秒)を、市販の打ち抜きプレスで16%のクリアランスで打ち抜いた。全ての穴を、平面打ち抜き幾何学形状を使用

50

して打ち抜いた。

【0203】

穴広げ率(HER)試験を、SP-225水圧プレスで、穴を半径方向外向きに均一に広げる円錐パンチをゆっくり引き上げる構成で実施した。デジタル画像カメラシステムを、円錐パンチに焦点を合わせ、穴端部を、亀裂形成及び亀裂拡大の証拠を探すため監視した。パンチを、亀裂が全体的被験体厚さを通して拡大しているのが観察されるまで、連続的に引き上げた。この時点で試験を停止し、穴広げ率を、試験開始前に測定された最初の穴直径の百分率として計算した。

【0204】

穴広げ試験からの結果を、Table 43(表43)からTable 45(表45)に示し、かつ図80に表す。これらから分かるように、穴広げ率は、打ち抜き速度の増加に伴い、試験を行った全てのグレードにおいて改善を示さない。

10

【0205】

【表43】

Table 43 異なる打ち抜き速度での780鋼グレードの穴広げ率

試料#	打ち抜き速度 (mm/秒)	ダイクリアランス(%)	打ち抜き幾何学形状	HER
1	5mm/秒	12%	平面	44.74
2		12%	平面	39.42
3		12%	平面	44.57
1	28mm/秒	16%	平面	35.22
2		16%	平面	28.4
3		16%	平面	36.38
1	114mm/秒	16%	平面	31.58
2		16%	平面	33.9
3		16%	平面	22.29
1	228mm/秒	16%	平面	31.08
2		16%	平面	31.85
3		16%	平面	31.31

20

30

40

【0206】

【表 4 4】

Table 44 異なる打ち抜き速度での 980 鋼グレードの穴広げ率

試料#	打ち抜き速度 (mm/秒)	ダイクリアランス (%)	打ち抜き幾 何学形状	HER
1	5mm/秒	12%	平面	33.73
2		12%	平面	35.02
1	28mm/秒	16%	平面	26.88
2		16%	平面	26.44
3		16%	平面	23.83
1	114mm/秒	16%	平面	26.81
2		16%	平面	30.56
3		16%	平面	29.24
1	228mm/秒	16%	平面	30.06
2		16%	平面	30.98
3		16%	平面	30.62

10

20

【 0 2 0 7 】



【表 4 5】

Table 45 異なる打ち抜き速度での 1180 鋼グレードの穴広げ率

試料#	打ち抜き速度 (mm/秒)	ダイクリアラン ス(%)	打ち抜き幾 何学形状	HER
1	5mm/秒	12%	平面	26.73
2		12%	平面	32.9
3		12%	平面	25.4
1	28mm/秒	16%	平面	35.32
2		16%	平面	32.11
3		16%	平面	36.37
1	114mm/秒	16%	平面	35.15
2		16%	平面	30.92
3		16%	平面	32.27
1	228mm/秒	16%	平面	27.25
2		16%	平面	23.98
3		16%	平面	31.18

## 【0208】

本実施例は、試験を行った市販の鋼グレードにおいて、穴打ち抜き速度に基づいた端部性能効果は測定されないことを実証しており、例えば図1a及び図1bにおけるような、本出願に存在する独自の構造及び機構が存在しないため、予期されるように、従来のAHSSにおける端部性能は、打ち抜き速度により効果を受けないか、又は改善されないことを表している。

## 【0209】

(実施例18)

不均一伸びと穴広げ率との関係

既存の鋼材料は、測定された穴広げ率と材料の不均一伸びとの強い相関関係を呈することが示されてきた。材料の不均一伸びは、引張り試験中の試料の全伸びと、典型的には、引張り試験中の最大引張り強度における均一伸びとの間の差と定義される。単軸引張り試験及び穴広げ率試験を、既存の材料の相関関係との比較のために、合金1及び合金9に関して、およそ1.2mm厚さで板材料について完了した。

## 【0210】

50mm厚さを有するスラブを、Table 2(表2)に提供した原子比率に基づいて合金1及び合金9を実験的に铸造し、本出願の本文に記載したように、熱間圧延、冷間圧延及び850 で10分間の焼きなましによる実験的加工を行った。

## 【0211】

ASTM E8幾何学形状の引張り被験体をワイヤEDMにより調製した。全ての試料の試験を、本文書の本文に記載した標準試験手順に従って行った。各合金に関して均一伸び及び全伸びの平均を使用して、不均一伸びを計算した。合金1及び合金9に関する平均均一伸び、平均全伸び、及び計算された不均一伸びをTable 46(表46)に提供する。

## 【 0 2 1 2 】

89×89mmの大きさを有する穴広げ率試験用の被験体を、合金1及び合金9の板からワイヤEDM切断した。10mm直径の穴を、0.25mm/秒で、Instron 5985 Universal Testing Systemで、12%のクリアランスで打ち抜いた。全ての穴を、平面打ち抜き幾何学形状を使用して打ち抜いた。これらの試験パラメーターを、穴広げ率試験用に産業及び学問的な専門家により一般に使用されるように選択した。

## 【 0 2 1 3 】

穴広げ率(HER)試験を、SP-225水圧プレスで、穴を半径方向外向きに均一に広げる円錐パンチをゆっくり引き上げる構成で実施した。デジタル画像カメラシステムを、円錐パンチに焦点を合わせ、穴端部を、亀裂形成及び亀裂拡大の証拠を探すため監視した。パンチを、亀裂が全体的被験体厚さを通して拡大しているのが観察されるまで、連続的に引き上げた。この時点で試験を停止し、穴広げ率を、試験開始前に測定された最初の穴直径の百分率として計算した。合金1及び合金9に関して、測定された穴広げ率値をTable 46(表46)に提供する。

10

## 【 0 2 1 4 】

## 【表 4 6】

Table 46 合金1及び合金9に関する、単軸引張り及び穴広げのデータ

合金	平均均一伸び	平均全伸び	不均一伸び ( $\epsilon_{pul}$ )	穴広げ率
	(%)	(%)	(%)	(%)
合金1	47.19	49.29	2.10	2.30
合金9	50.83	56.99	6.16	2.83

20

## 【 0 2 1 5 】

[Paul S.K., J Mater Eng Perform 2014; 23:3610.]からの商業用参照データを、比較のためにTable 47(表47)に示す。商業用データに関して、S.K.Paulの予測では、材料の穴広げ率は、不均一伸びの7.5倍に比例すると述べられている(式1を参照されたい)。

30

$$HER = 7.5(\epsilon_{pul}) \quad \text{式1}$$

## 【 0 2 1 6 】

【表 4 7】

Table 47 [Paul S.K.,J Mater Eng Perform 2014;23:3610.]からの参照データ

市販の鋼グレード	均一伸び	全伸び	不均一伸び ( $\epsilon_{pul}$ )	穴広げ率
	(%)	(%)	(%)	(%)
IF-Rephos	22	37.7	15.7	141.73
IF-Rephos	22.2	39.1	16.9	159.21
BH210	19.3	37.8	18.5	151.96
BH300	16.5	29	12.5	66.63
DP 500	18.9	27.5	8.6	55.97
DP600	16.01	23.51	7.5	38.03
TRIP 590	22.933	31.533	8.6	68.4
TRIP 600	19.3	27.3	8	39.98
TWIP940	64	66.4	2.4	39.1
HSLA 350	19.1	30	10.9	86.58
340 R	22.57	36.3	13.73	97.5

10

20

## 【 0 2 1 7 】

市販の合金データ及びS.K.Paulの予測した相関関係を用いて、合金1及び合金9の不均一伸び及び穴広げ率を図81にプロットする。合金1及び合金9に関するデータは、予測された相関線に従わないことに留意されたい。

30

## 【 0 2 1 8 】

本実施例は、本明細書の鋼合金に関して、不均一伸びと穴広げ率との間の相関関係は、市販の鋼グレードに関する相関関係に従わないことを実証している。合金1及び合金9に関して、測定された穴広げ率は、既存の市販の鋼グレードに関する相関関係に基づいた予測値よりかなり小さく、例えば図1a及び図1bに示されるように、本明細書の鋼合金には独自の構造及び機構の効果が存在することを表している。

【図1A】

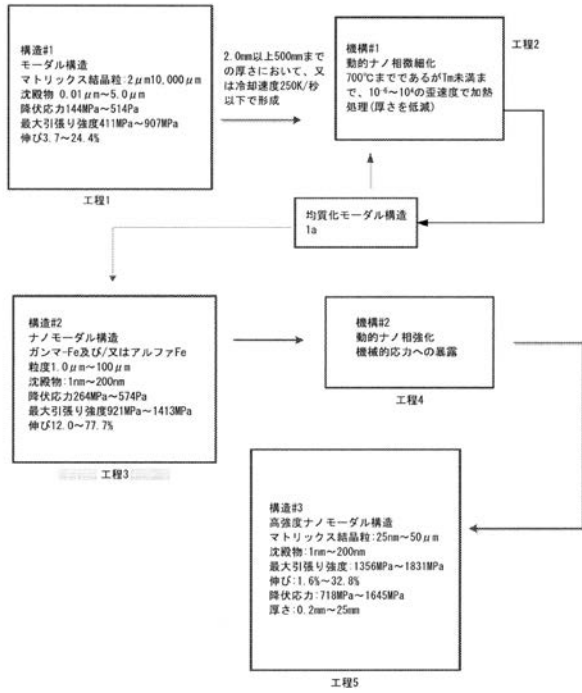


FIG. 1A

【図1B】

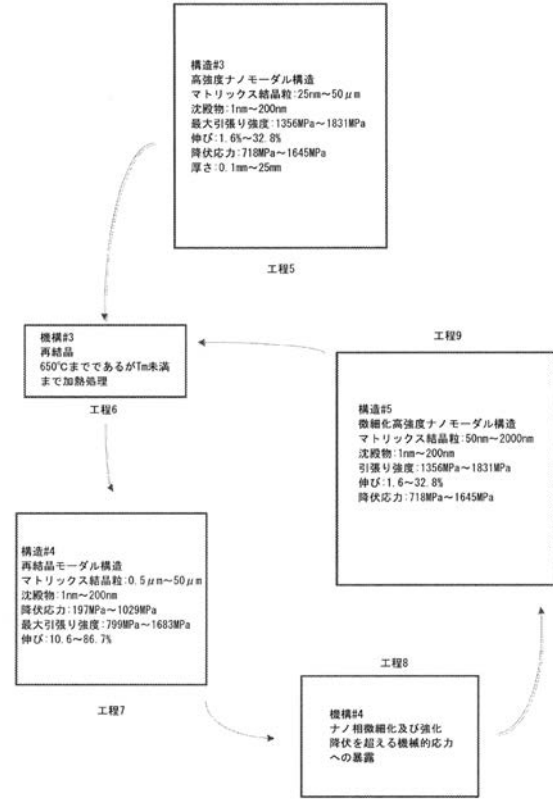


FIG. 1B

【図2】

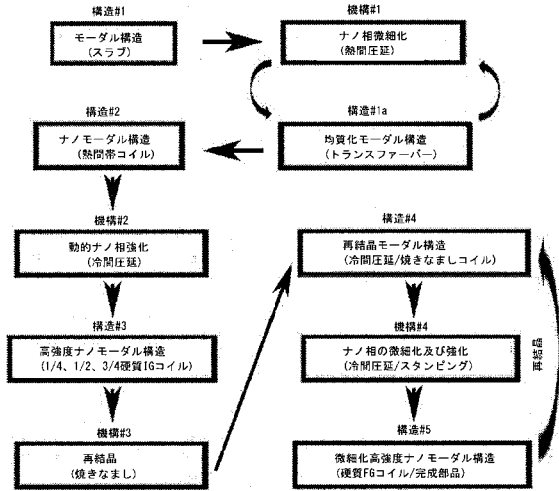


FIG. 2 産業用加工工程に関する微細化高強度ナノモーダル構造の開発に向けた構造経路。

【図3a】

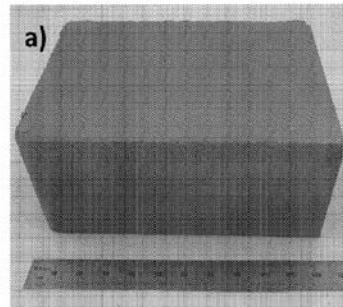


FIG. 3a 合金9からの実験製造50mmスラブの画像。

【図3b】

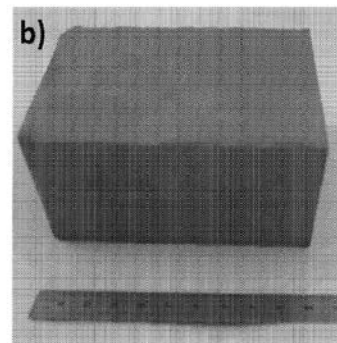


FIG. 3b 合金12からの実験製造50mmスラブの画像。

【 図 4 a 】

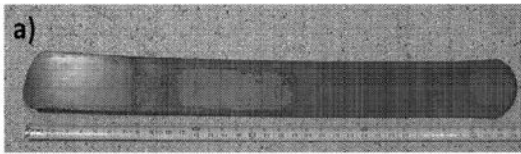


FIG. 4a 合金9からの実験精造後の熱間圧延板の画像。

【 図 5 a 】

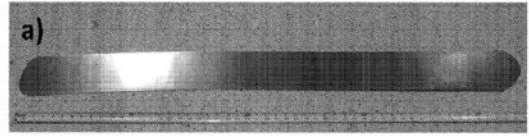


FIG. 5a 合金9からの実験精造及び熱間圧延後の冷間圧延板の画像。

【 図 4 b 】

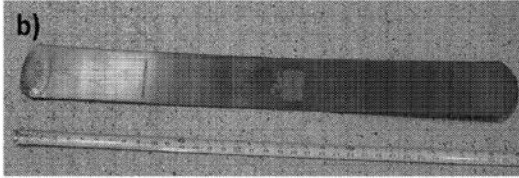


FIG. 4b 合金12からの実験精造後の熱間圧延板の画像。

【 図 5 b 】

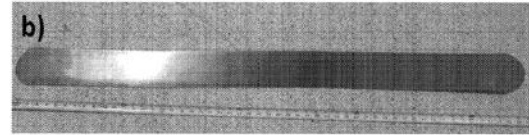


FIG. 5b 合金12からの実験精造及び熱間圧延後の冷間圧延板の画像。

【 図 6 】

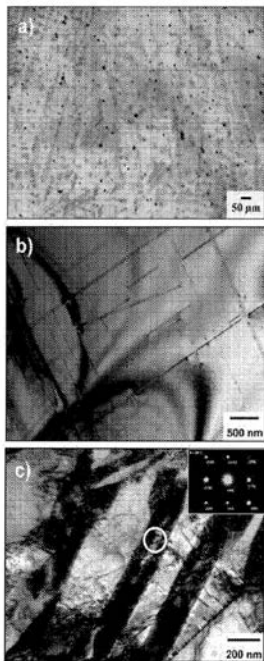


FIG. 6 50mm厚さに精造された凝固合金1の微細構造: a) 精造し状態におけるモーダル構造の樹状性を示す後方散乱SEM顕微鏡写真、b) マトリックス結晶粒の詳細を示す明視野TEM顕微鏡写真、c) モーダル構造におけるフェライト相を呈する選択電子線回折を備える明視野TEM。

【 図 7 】

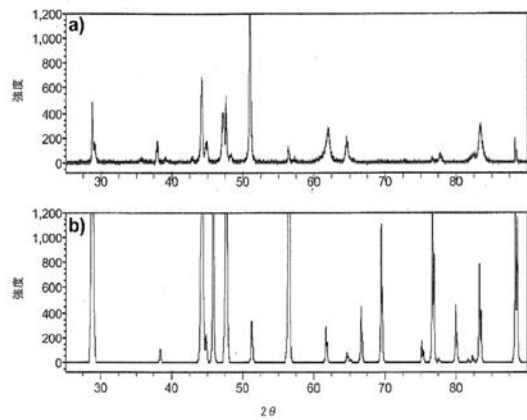


FIG. 7 凝固後の合金1におけるモーダル構造のX線回折パターン: a) 実験データ、b) リートベルト微細化解析。

【 図 8 】

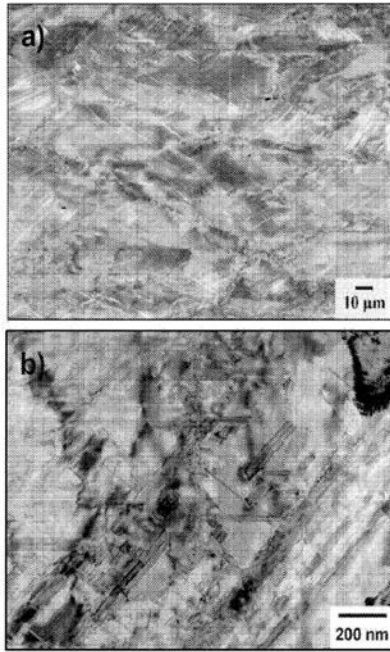


FIG. 8 1.7mm厚さに熱間圧延された後の合金1の微細構造: a)均質化及び微細化されたナノモダル構造を示す後方散乱SEM顕微鏡写真、b)マトリックス結晶粒の詳細を示す明視野TEM顕微鏡写真。

【 図 9 】

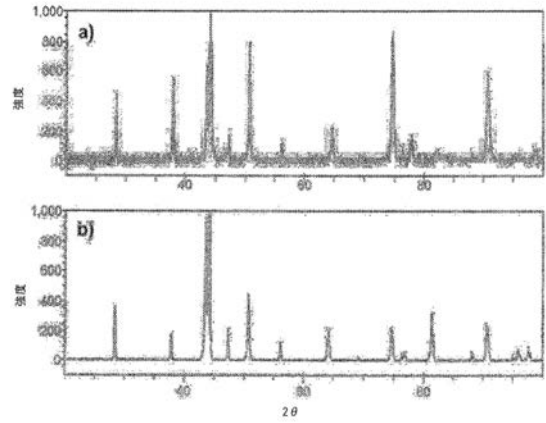


FIG. 9 熱間圧延後の合金1におけるナノモダル構造のX線回折パターン: a)実験データ、b)リートベルト微細化解析。

【 図 1 0 】

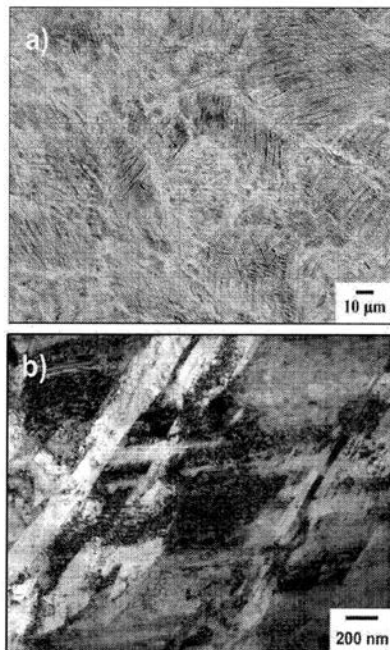


FIG. 10 1.2mm厚さに冷間圧延された後の合金1の微細構造: a)冷間圧延後の高強度ナノモダル構造を示す後方散乱SEM顕微鏡写真、b)マトリックス結晶粒の詳細を示す明視野TEM顕微鏡写真。

【 図 1 1 】

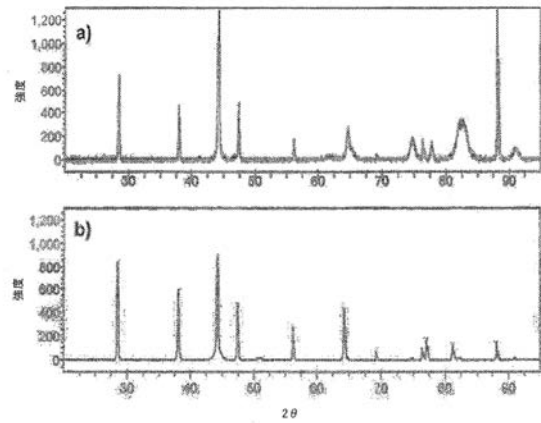


FIG. 11 冷間圧延後の合金1における高強度ナノモダル構造のX線回折パターン: a)実験データ、b)リートベルト微細化解析。

【 図 1 2 】

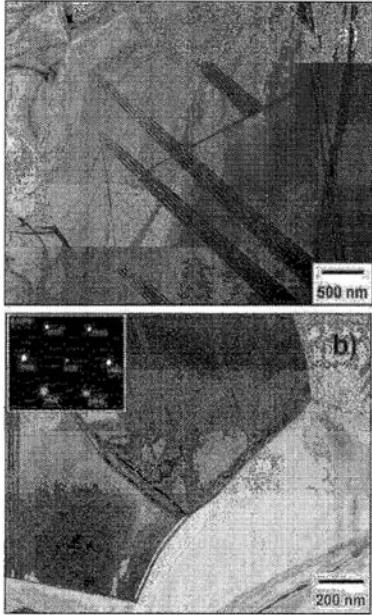


FIG. 12 熱間圧延、冷間圧延及び850℃で5分間の焼きなまし後の、再結晶モデル構造を呈する合金11における微細構造の明視野TEM顕微鏡写真。a) 低倍率画像、b) オーステナイト相の結晶構造を示す選択電子線回折パターンを備える高倍率画像。

【 図 1 3 】

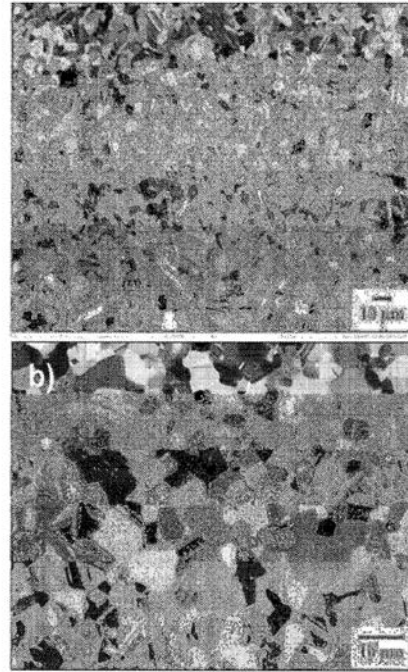


FIG. 13 熱間圧延、冷間圧延及び850℃で5分間の焼きなまし後の、再結晶モデル構造を呈する合金11における微細構造の後方散乱SEM顕微鏡写真。a) 低倍率画像、b) 高倍率画像。

【 図 1 4 】

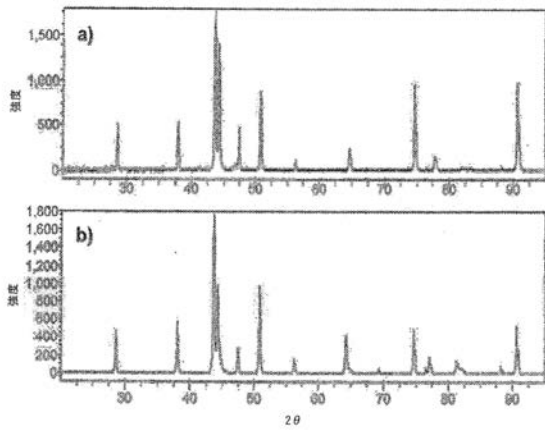


FIG. 14 焼きなまし後の合金11における再結晶モデル構造のX線回折パターン。a) 実験データ、b) リーベルト微細化解析。

【 図 1 5 】

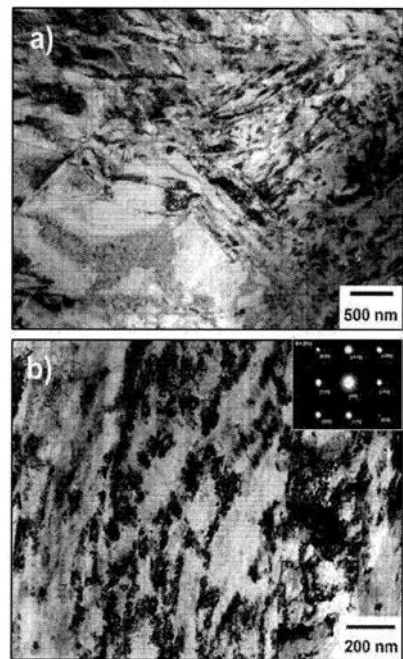


FIG. 15 引張り変形後に形成された微細化高強度ナノモデル構造(混合微視的成分構造)を示す合金11における微細構造の明視野TEM顕微鏡写真。a) 未変態構造の大結晶粒及び微細化結晶粒を有する変態した「ポケット」、b) 「ポケット」内の微細化構造。

【 図 1 6 】

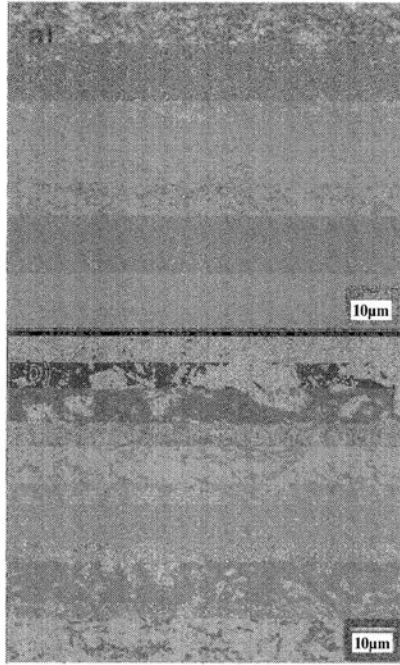


FIG. 16 微細化高強度ナノモダル構造(混合微視的成分構造)を示す合金1における微細構造の後方散乱SEM顕微鏡写真: a) 低倍率画像、b) 高倍率画像。

【 図 1 7 】

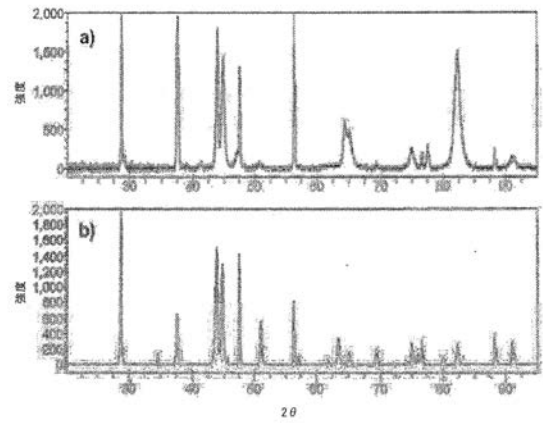


FIG. 17 冷間変形後の合金1における微細化高強度ナノモダル構造のX線回折パターン: a) 実験データ、b) リートベルト微細化解析。

【 図 1 8 】

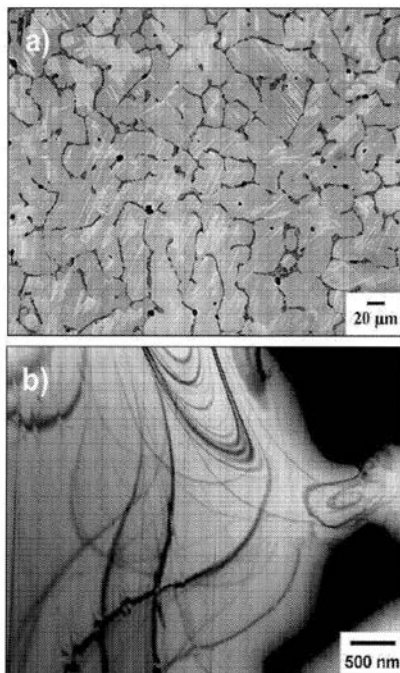


FIG. 18 50nm厚さに誘導された凝固合金2の微細構造: a) 誘放し状態におけるモダル構造の樹枝状性を示す後方散乱SEM顕微鏡写真、b) マトリックス結晶粒の詳細を示す明視野TEM顕微鏡写真。

【 図 1 9 】

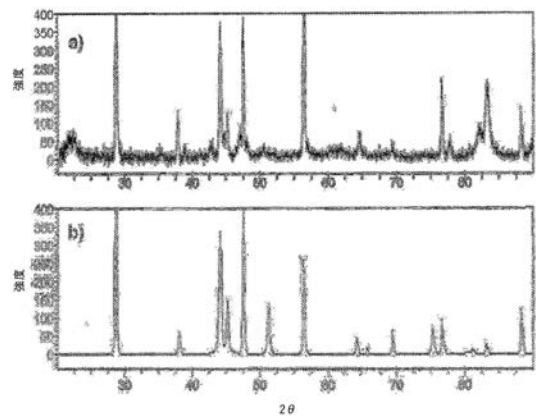


FIG. 19 凝固後の合金2におけるモダル構造のX線回折パターン: a) 実験データ、b) リートベルト微細化解析。



【 図 2 0 】

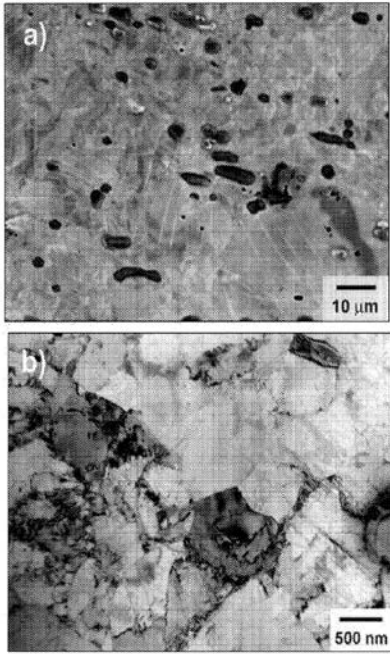


FIG. 20 1.7mm厚さに熱間圧延された後の合金2の微細構造: a) 均質化及び微細化されたナノモジュール構造を示す後方散乱SEM顕微鏡写真。b) マトリックス結晶粒の詳細を示す明視野TEM顕微鏡写真。

【 図 2 1 】

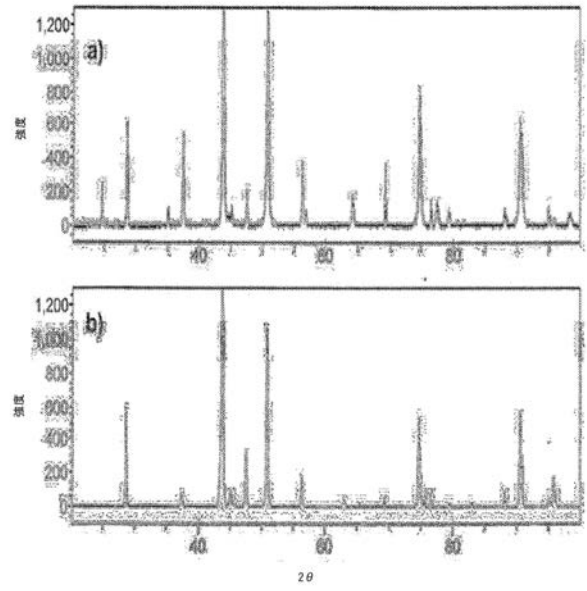


FIG. 21 熱間圧延後の合金2におけるナノモジュール構造のX線回折パターン: a) 実験データ、b) リートベルト微細化解析。

【 図 2 2 】

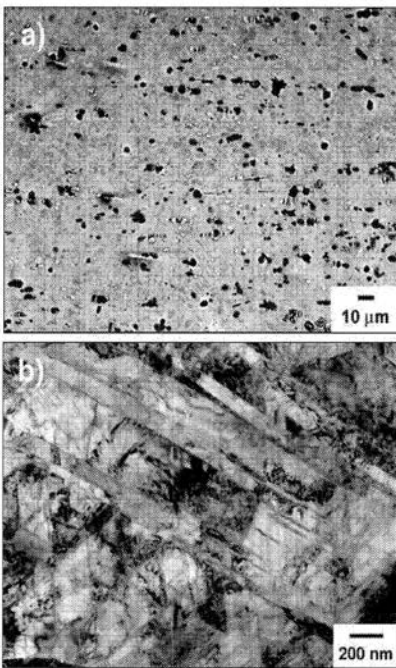


FIG. 22 1.2mm厚さに冷間圧延された後の合金2の微細構造: a) 冷間圧延後の高強度ナノモジュール構造を示す後方散乱SEM顕微鏡写真。b) マトリックス結晶粒の詳細を示す明視野TEM顕微鏡写真。

【 図 2 3 】

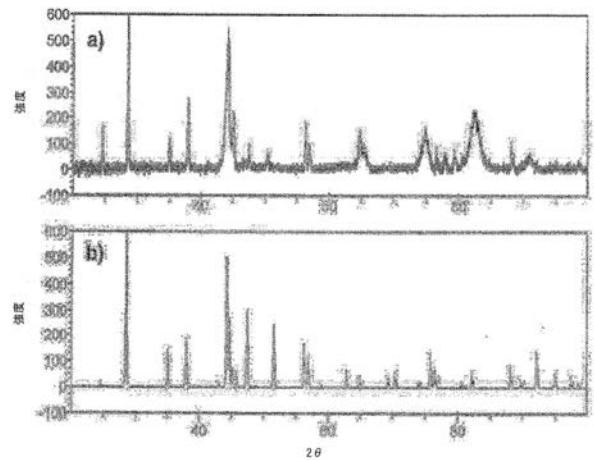


FIG. 23 冷間圧延後の合金2における高強度ナノモジュール構造のX線回折パターン: a) 実験データ、b) リートベルト微細化解析。

【 図 2 4 】

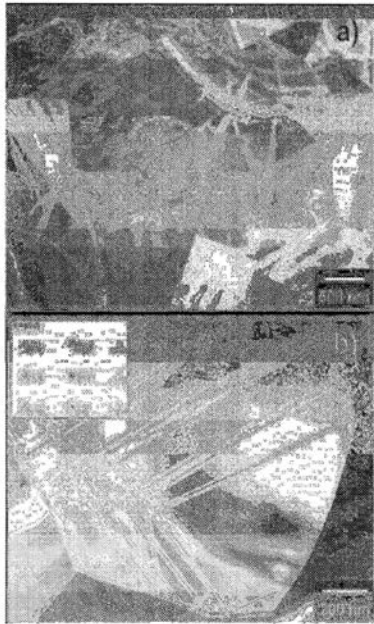


FIG. 24 熱間圧延、冷間圧延及び850℃で10分間の焼きなまし後の、再結晶モード構造を呈する合金2における微細構造の明視野TEM顕微鏡写真 a) 低倍率画像、b) オーステナイト相の結晶構造を示す選択電子線回折パターンを備える高倍率画像。

【 図 2 5 】

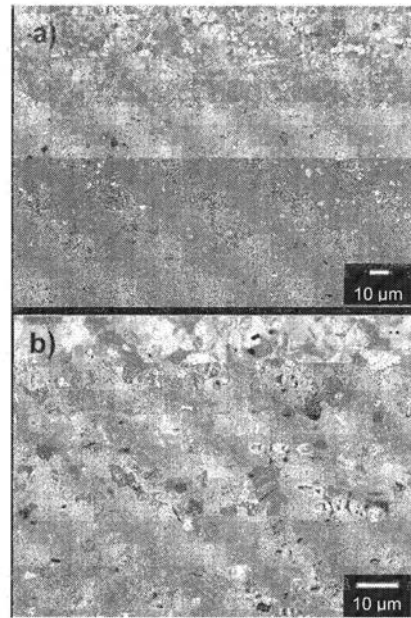


FIG. 25 熱間圧延、冷間圧延及び850℃で10分間の焼きなまし後の、再結晶モード構造を呈する合金2における微細構造の後方散乱SEM顕微鏡写真 a) 低倍率画像、b) 高倍率画像。

【 図 2 6 】

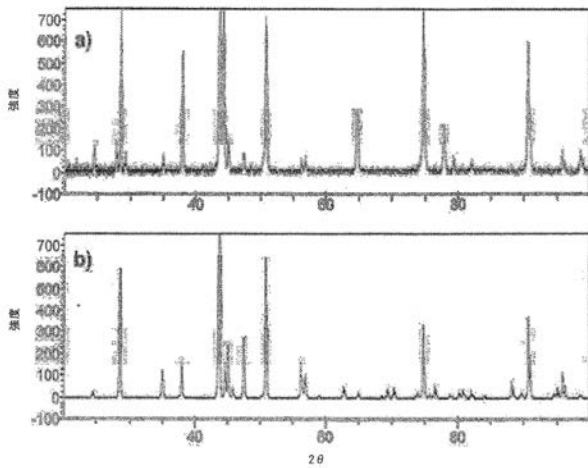


FIG. 26 焼きなまし後の合金2における再結晶モード構造のX線回折パターン a) 実験データ、b) リートベルト微細化解析。

【 図 2 7 】

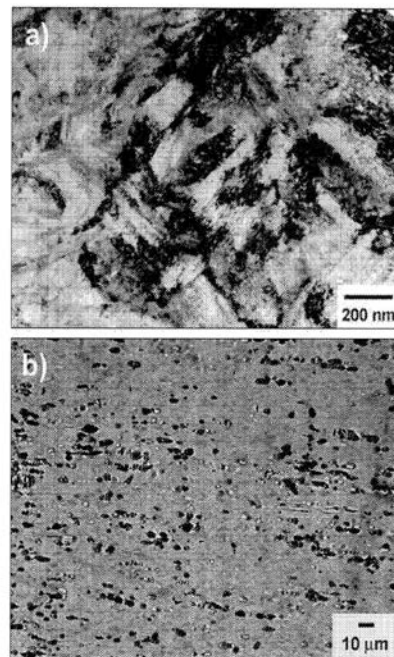


FIG. 27 引張り変形後に形成された微細化高強度ナノモード構造(混合微視的成分構造)を示す合金2における微細構造 a) 微細化結晶粒を有する変形した「ポケット」の明視野TEM顕微鏡写真 b) 微細構造の後方散乱SEM顕微鏡写真。

【 図 2 8 】

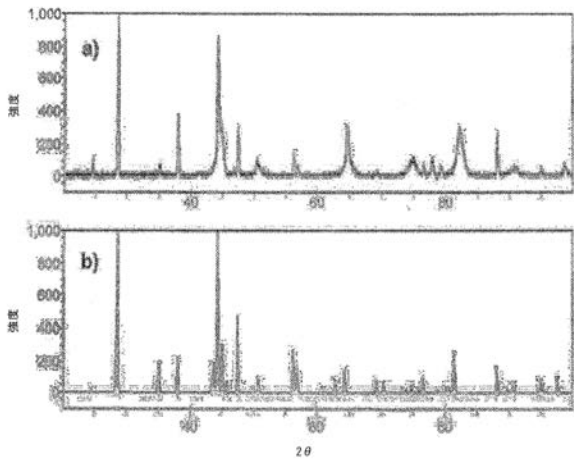


FIG. 28 冷間変形後の合金2における微細化高強度ナノモデル構造のX線回折パターン:a)実験データ、b)リートベルト微細化解析。

【 図 2 9 】

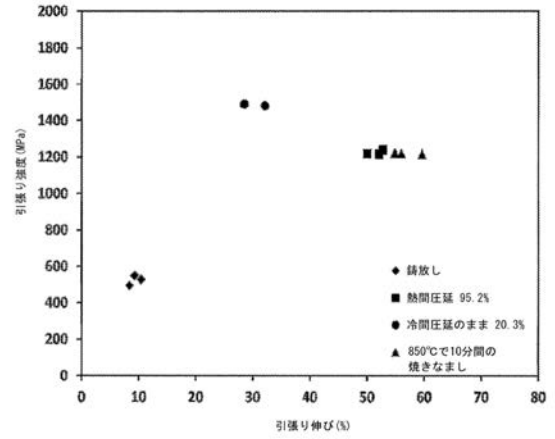


FIG. 29 実験的加工の様々な段階での合金1の引張り特性。

【 図 3 0 】

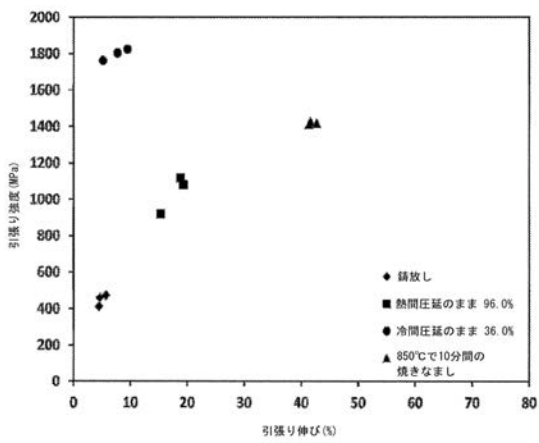


FIG. 30 実験的加工の様々な段階での合金13の引張り結果。

【 図 3 1 】

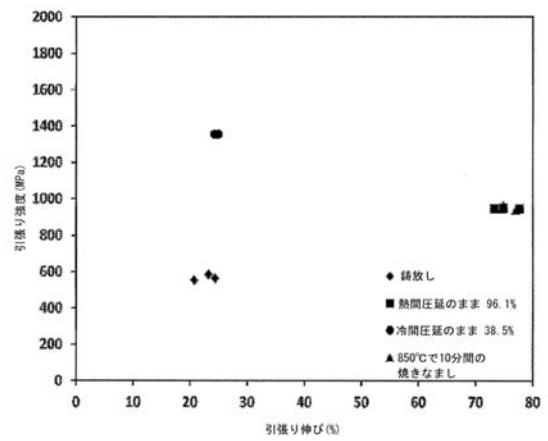


FIG. 31 実験的加工の様々な段階での合金17の引張り結果。

【 図 3 2 】

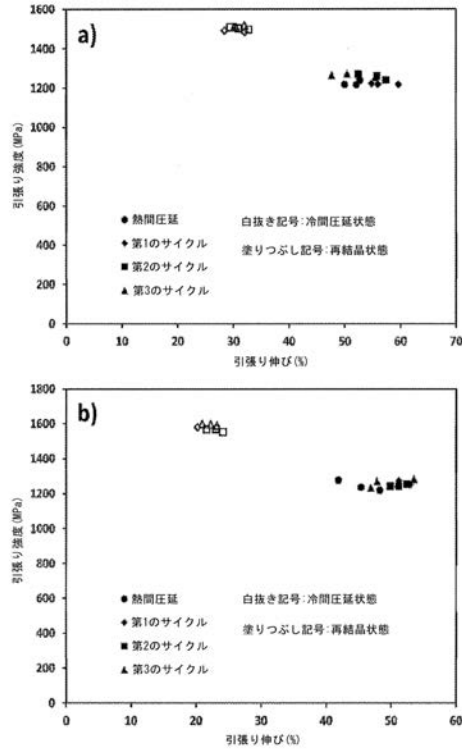


FIG. 32 熱間圧延状態における及び冷間圧延/焼きなましサイクルの各工程後の板の引張り特性、各サイクルでの全特性の可逆性を実証している。a)合金1、b)合金2。

【 図 3 3 】

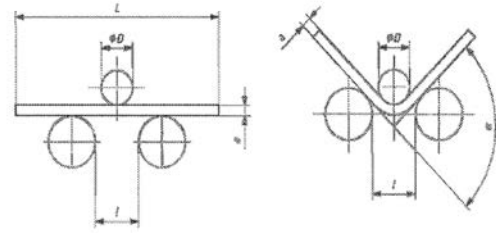


FIG. 33 2個を支え及び1個の押金具を備える曲げ装置を示す曲げ試験略図 (国際標準化機構、2005年)。

【 図 3 4 】

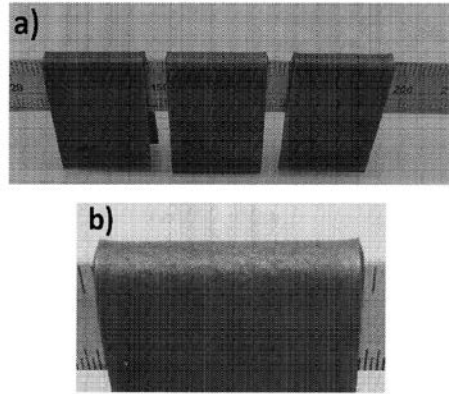


FIG. 34 180°まで試験を行った合金1からの曲げ試験試料の画像。a)亀裂を伴わず180°まで試験を行った試料一式の写真、及びb)試験試料の曲がりの近接撮り画像。

【 図 3 5 】

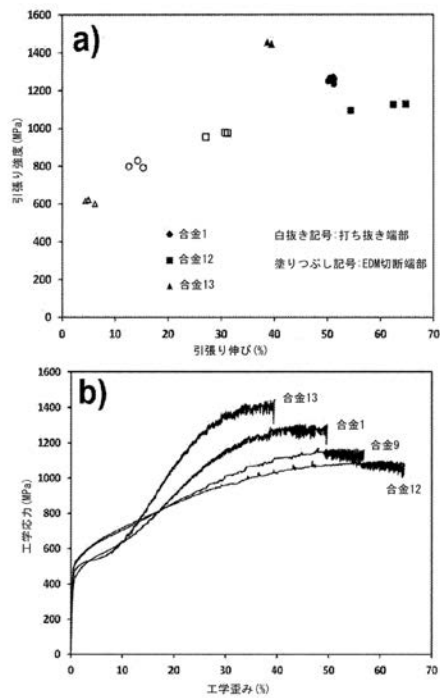


FIG. 35 選択された合金からの打ち抜き、かつEDM切断試験体の引張り特性であり、打ち抜き端部損傷に起因する特性低下を実証している。b) EDM切断試験体用に選択された合金の引張り曲線。

【 図 3 6 】

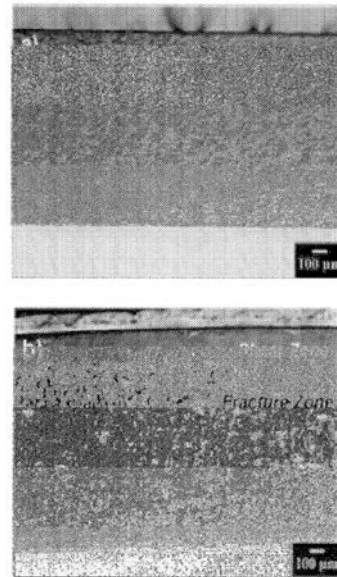


FIG. 36 合金1における被験体端部のSEM画像。a) EDM切断後及び b) 打ち抜き後。

【 図 3 7 】

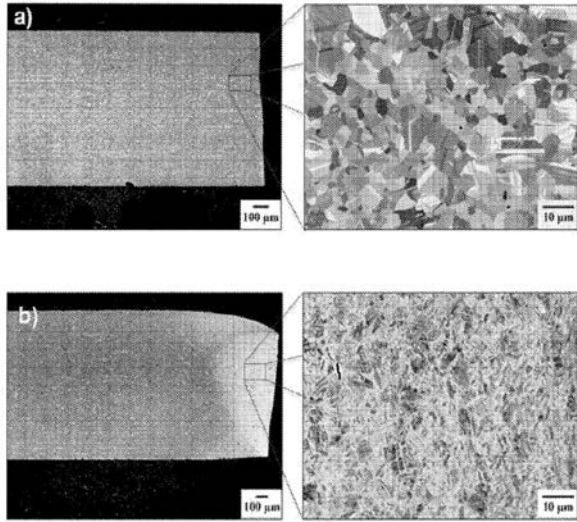


FIG. 37 合金1における端部付近の微細構造のSEM画像：a) EDM切断被験体及び b) 打ち抜き被験体。

【 図 3 8 】

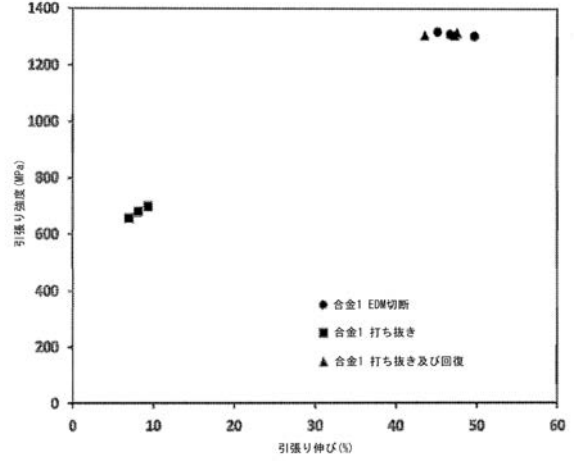


FIG. 38 焼きなましの前及び後の合金1からの打ち抜き被験体の引張り試験結果であり、焼きなましによる端部損傷からの全特性の回復を実証している。同一の合金のEDM切断被験体に関するデータを参照用に表示。

【 図 3 9 】

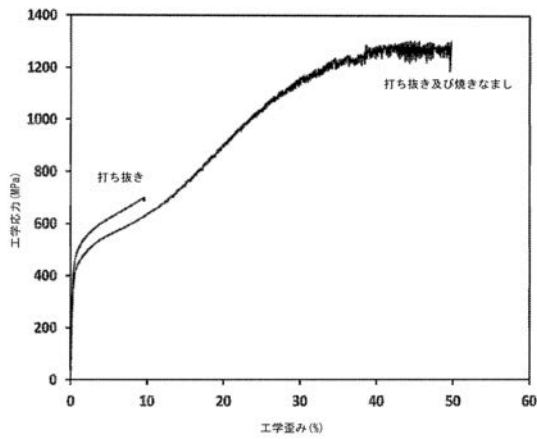


FIG. 39 焼きなましを伴う及び伴わない、合金1からの打ち抜き被験体に関する引張り応力-変み曲線の例。

【 図 4 0 】

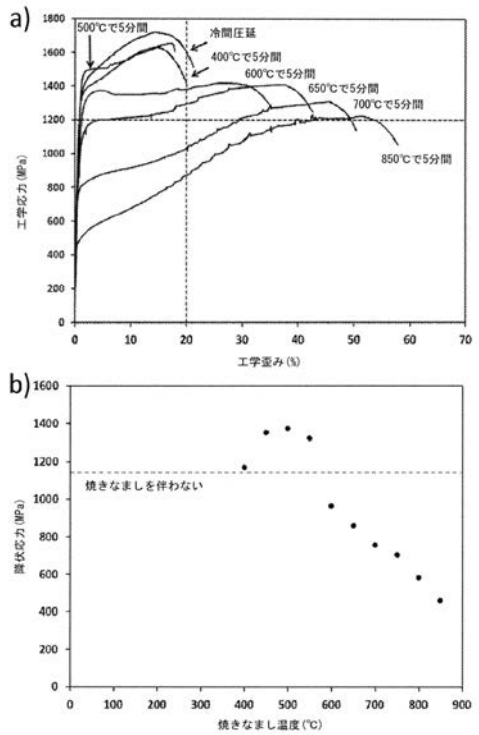


FIG. 40 引張り応力-変み曲線であり、400°C～850°Cの間の範囲における回復温度までの、冷間圧延された合金1の応答を例証している：a) 引張り曲線、b) 降伏強さ。

【 図 4 1 a 】

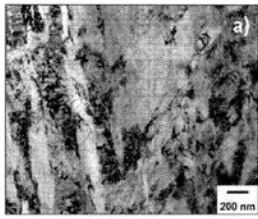


FIG. 41a) 高度に変形され集合組織のある(textured)高強度ナノモダル構造を呈する、冷間圧延された合金1試料の明視野TEM画像・低倍率画像。

【 図 4 2 a 】

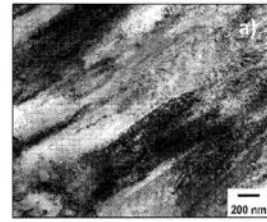


FIG. 42a) 高度に変形され集合組織のある高強度ナノモダル構造を呈し、再結晶が起きていない、450°Cで10分間焼きなましされた合金1試料の明視野TEM画像・低倍率画像。

【 図 4 1 b 】

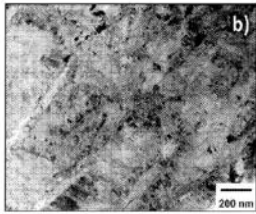


FIG. 41b) 高度に変形され集合組織のある高強度ナノモダル構造を呈する、冷間圧延された合金1試料の明視野TEM画像・高倍率画像。

【 図 4 2 b 】

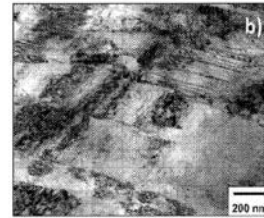


FIG. 42b) 高度に変形され集合組織のある高強度ナノモダル構造を呈し、再結晶が起きていない、450°Cで10分間焼きなましされた合金1試料の明視野TEM画像・高倍率画像。

【 図 4 3 a 】

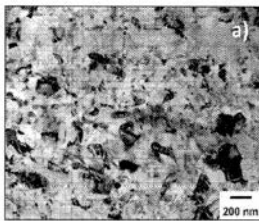


FIG. 43a) 再結晶開始の前兆を示すナノスケール結晶粒を呈する、600°Cで10分間焼きなましされた合金1試料の明視野TEM画像・低倍率画像。

【 図 4 4 a 】



FIG. 44a) 広範囲の再結晶を示す大結晶粒を呈する、650°Cで10分間焼きなましされた合金1試料の明視野TEM画像・低倍率画像。

【 図 4 3 b 】

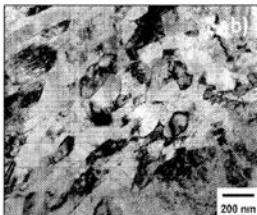


FIG. 43b) 再結晶開始の前兆を示すナノスケール結晶粒を呈する、600°Cで10分間焼きなましされた合金1試料の明視野TEM画像・高倍率画像。

【 図 4 4 b 】

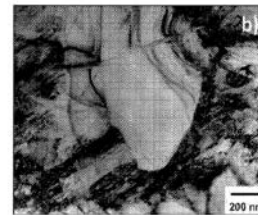


FIG. 44b) 広範囲の再結晶を示す大結晶粒を呈する、650°Cで10分間焼きなましされた合金1試料の明視野TEM画像・高倍率画像。

【 図 4 5 a 】

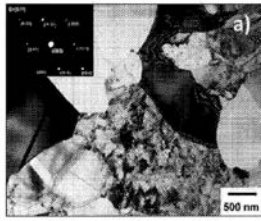


FIG. 45a) 小分子の未変態領域を伴う再結晶した結晶粒を呈する、700℃で10分間焼きなましされた合金1試料の明視野TEM画像であり、電子線回折は再結晶した結晶粒がオーステナイトであることを示す。低倍率画像。

【 図 4 5 b 】

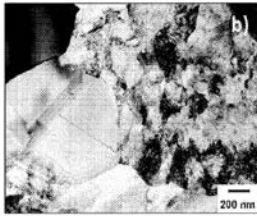


FIG. 45b) 小分子の未変態領域を伴う再結晶した結晶粒を呈する、700℃で10分間焼きなましされた合金1試料の明視野TEM画像であり、電子線回折は再結晶した結晶粒がオーステナイトであることを示す。高倍率画像。

【 図 4 6 】

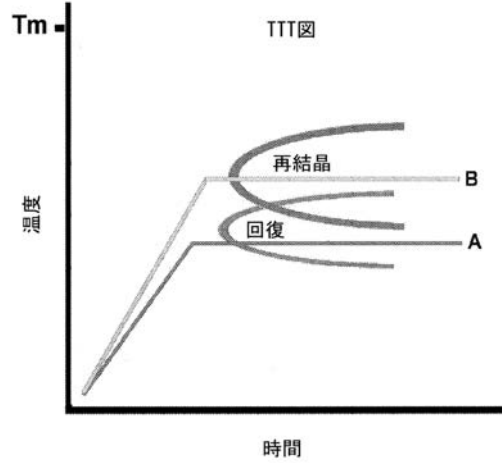


FIG. 46 焼きなまし時の温度に対する本明細書の合金の応答を表す、モデル時間温度変態図。Aとラベル付けされた加熱曲線では、回復機構が作動している。Bとラベル付けされた加熱曲線では、回復及び再結晶の両方の機構が作動している。

【 図 4 7 a 】

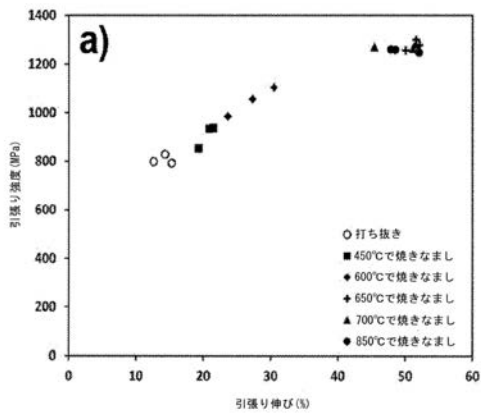


FIG. 47a) 異なる温度における合金1の焼きなましの前及び後の打ち抜き被験体の引張り特性。

【 図 4 7 b 】

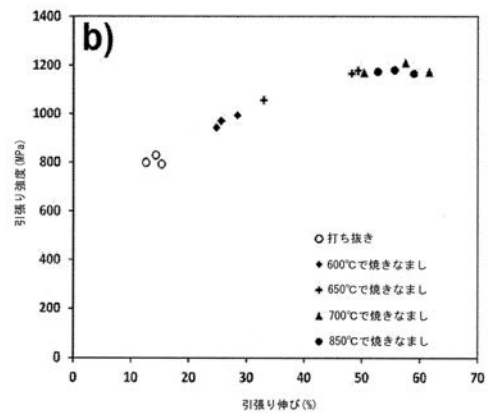


FIG. 47b) 異なる温度における合金9の焼きなましの前及び後の打ち抜き被験体の引張り特性。

【 図 4 7 c 】

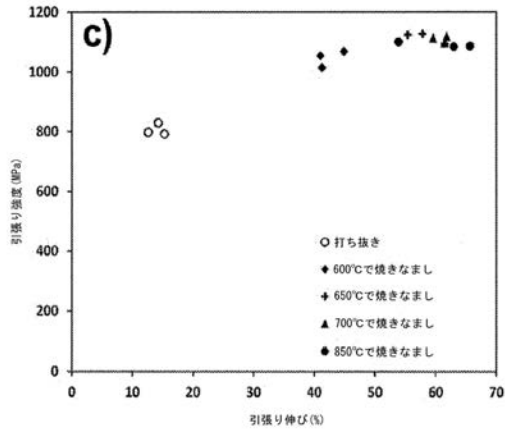


FIG. 47c) 異なる温度における合金12の焼きなましの前及び後の打ち抜き被験体の引張り特性。

【 図 4 8 】

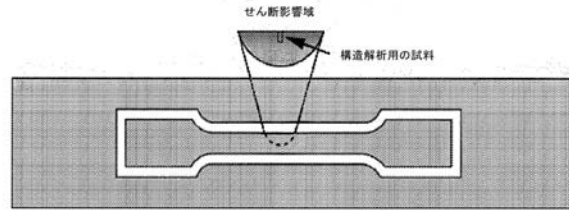


FIG. 48 構造解析用の試料位置の略図。

【 図 4 9 a 】

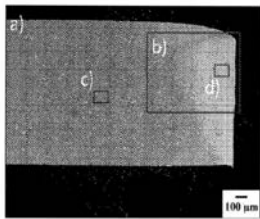


FIG. 49a) 打ち抜きのままの状態における合金1の打ち抜きE8試料: 写真の右側に位置する打ち抜き端部における三角形の変形域を示す低倍率画像。加えて、これに続く顕微鏡写真の近接撮影領域を提供する。

【 図 4 9 c 】

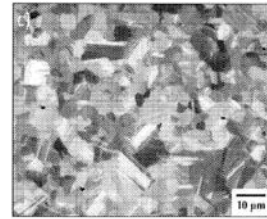


FIG. 49c) 打ち抜きのままの状態における合金1の打ち抜きE8試料: 変形域から遠く離れた再結晶構造を示す高倍率画像。

【 図 4 9 b 】

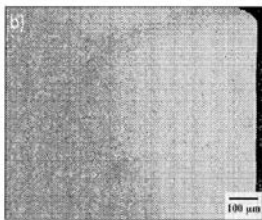


FIG. 49b) 打ち抜きのままの状態における合金1の打ち抜きE8試料: 変形域を示す高倍率画像。

【 図 4 9 d 】

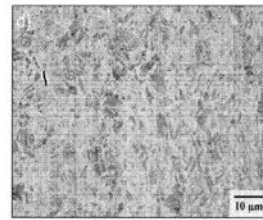


FIG. 49d) 打ち抜きのままの状態における合金1の打ち抜きE8試料: 変形域における変形構造を示す高倍率画像。



【 図 5 0 a 】

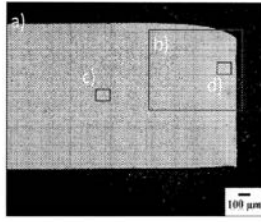


FIG. 50a) 650°Cで10分間の焼きなまし後の合金1の打ち抜きE8試料:垂直方向に打ち抜いた、端部における変形域を示す低倍率画像。加えて、これに続く顕微鏡写真の近接撮影領域を提供する。

【 図 5 0 c 】

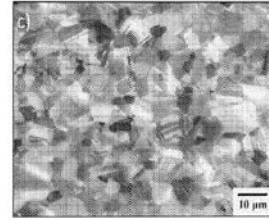


FIG. 50c) 650°Cで10分間の焼きなまし後の合金1の打ち抜きE8試料:変形域から遠く離れた再結晶構造を示す高倍率画像。

【 図 5 0 b 】

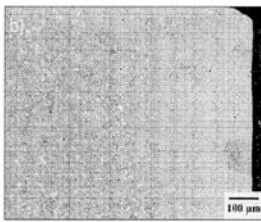


FIG. 50b) 650°Cで10分間の焼きなまし後の合金1の打ち抜きE8試料:変形域を示す高倍率画像。

【 図 5 0 d 】

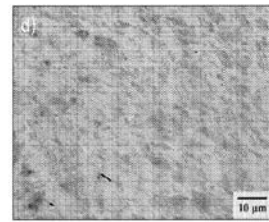


FIG. 50d) 650°Cで10分間の焼きなまし後の合金1の打ち抜きE8試料:変形域における回復構造を示す高倍率画像。

【 図 5 1 a 】

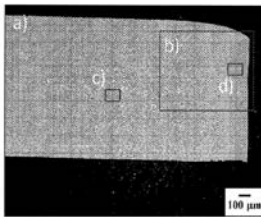


FIG. 51a) 700°Cで10分間の焼きなまし後の合金1の打ち抜きE8試料:垂直方向に打ち抜いた、端部における変形域を示す低倍率画像。加えて、これに続く顕微鏡写真の近接撮影領域を提供する。

【 図 5 1 c 】

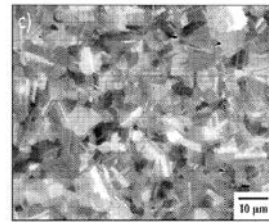


FIG. 51c) 700°Cで10分間の焼きなまし後の合金1の打ち抜きE8試料:変形域から遠く離れた再結晶構造を示す高倍率画像。

【 図 5 1 b 】

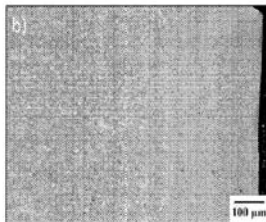


FIG. 51b) 700°Cで10分間の焼きなまし後の合金1の打ち抜きE8試料:変形域を示す高倍率画像。

【 図 5 1 d 】

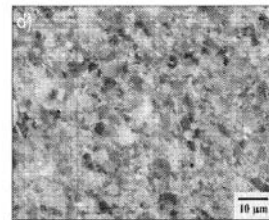


FIG. 51d) 700°Cで10分間の焼きなまし後の合金1の打ち抜きE8試料:変形域における再結晶構造を示す高倍率画像。

【 図 5 2 a 】

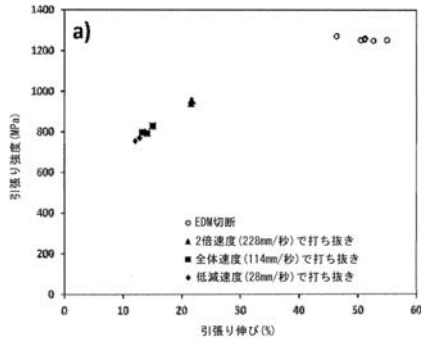


FIG. 52a) 合金11から異なる速度で打ち抜いた被験体の引張り特性。

【 図 5 2 c 】

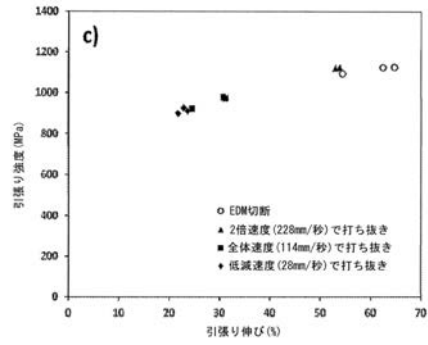


FIG. 52c) 合金12から異なる速度で打ち抜いた被験体の引張り特性。

【 図 5 2 b 】

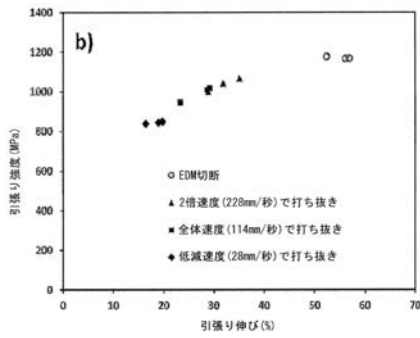


FIG. 52b) 合金9から異なる速度で打ち抜いた被験体の引張り特性。

【 図 5 3 】

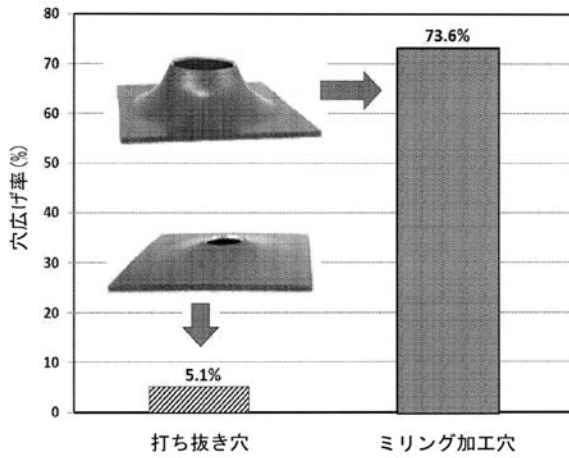


FIG. 53 打ち抜き対ミリング加工の穴の場合における、合金11に関するHER結果。

【 図 5 4 】

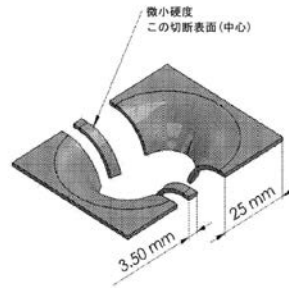


FIG. 54 HER試験の被験体からの、SEM顕微鏡及び微小硬度の測定用試料に関する板取り。

【 図 5 5 】

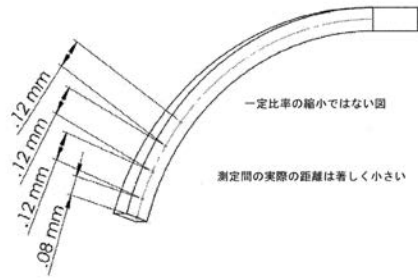


FIG. 55 微小硬度測定位置の略図。

【 図 5 6 a 】

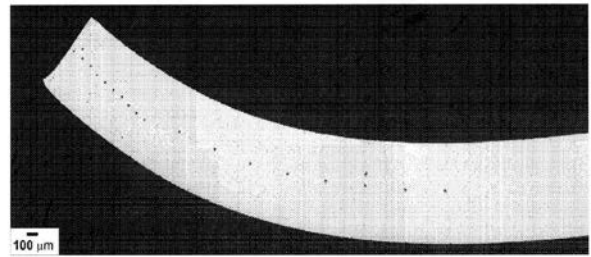


FIG. 56a) EDM切断を伴う合金1のHER試験試料における微小硬度測定プロファイル。

【 図 5 6 b 】

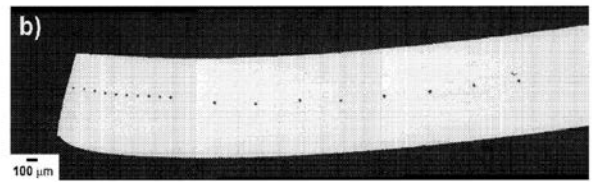


FIG. 56b) 打ち抜き穴を伴う合金1のHER試験試料における微小硬度測定プロファイル。

【 図 5 7 】

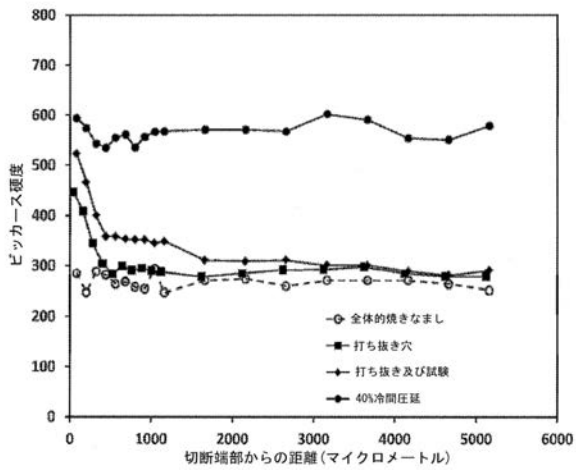


FIG. 57 穴の打ち抜き及び穴広げ中の端部構造変態の進行を表す、加工及び形成の異なる段階における合金1に関する微小硬度プロファイル。

【 図 5 8 】

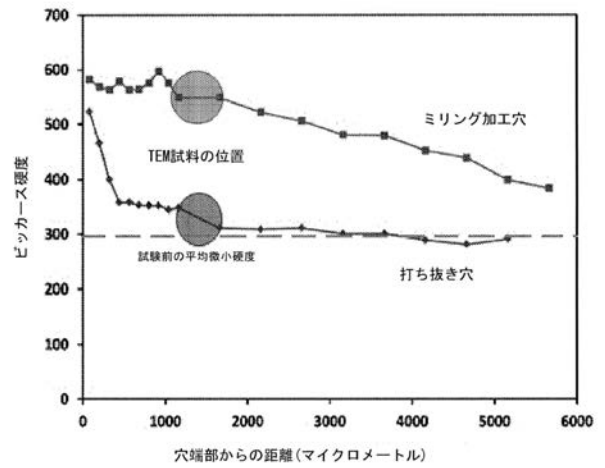


FIG. 58 打ち抜き及びミリング加工の穴を有する合金1からのHER試験試料に関する微小硬度データ。円は、穴端部に関するTEM試料の位置を表す。

【 図 5 9 】

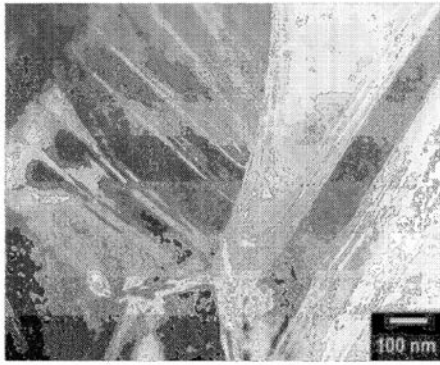


FIG. 59 HER試験前の合金1板試料における微細構造の明視野TEM画像。

【 図 6 0 】

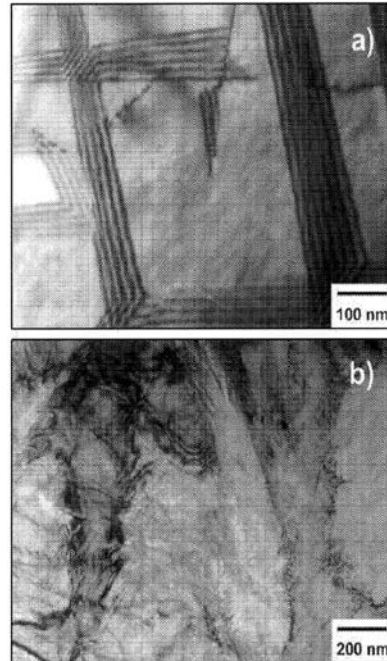


FIG. 60 穴端部から約1.5mmの位置での、打ち抜き穴(HER-5%)を有する合金1からのHER試験試料における微細構造の明視野TEM顕微鏡写真。a) 主要未変態構造、b) 部分的変態構造の「ポケット」。

【 図 6 1 】

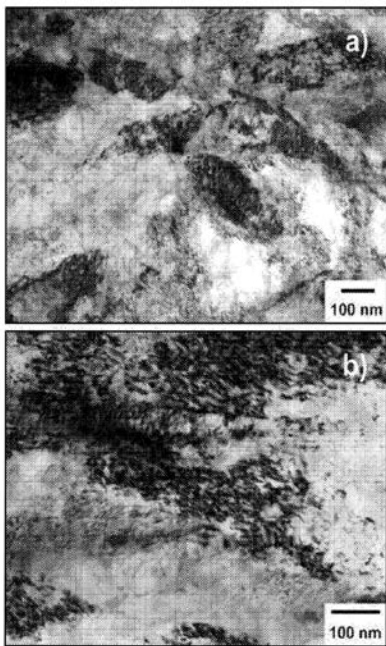


FIG. 61 2つの異なる領域における穴端部から約1.5mmの位置での、ミリング加工穴(HER=73.6%)を有する合金1からのHER試験試料における微細構造の明視野TEM顕微鏡写真。a) 及びb)。

【 図 6 2 】

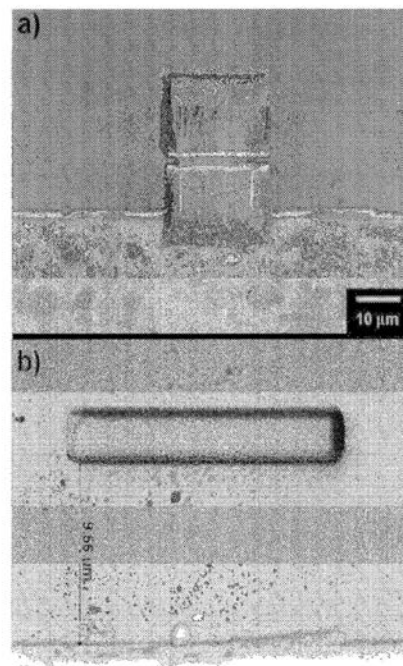


FIG. 62 合金1試料における打ち抜き穴の端部付近の正確な試料用に使用される集束イオンビーム(FIB)技術。a) ミリング加工のTEM試料の一般的試料位置を示すFIB技術。b) 穴端部から表示された位置にある切抜きTEM試料の近接撮像。

【 図 6 3 】

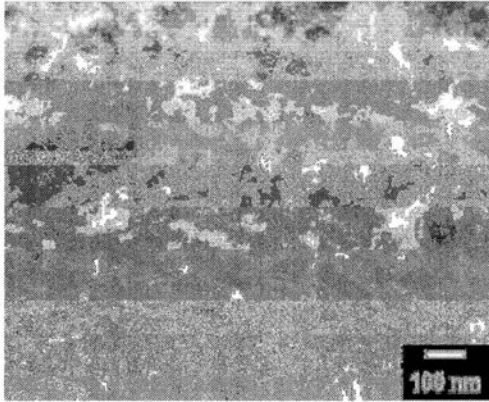


FIG. 63 穴端部から約10マイクロメートルの位置での、打ち抜き穴を有する合金1からの試料における微細構造の明視野TEM顕微鏡写真。

【 図 6 4 】

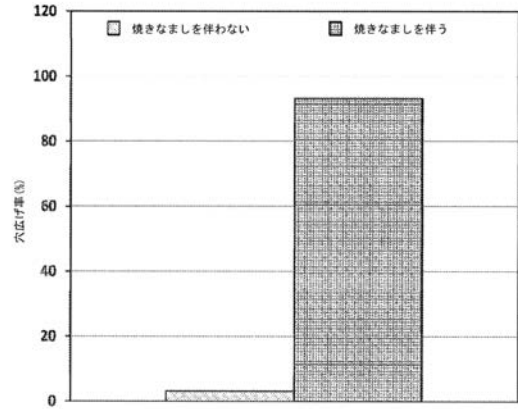


FIG. 64 打ち抜き穴の焼きなましを伴う及び伴わない、合金11に関する穴広げ率測定値。

【 図 6 5 】

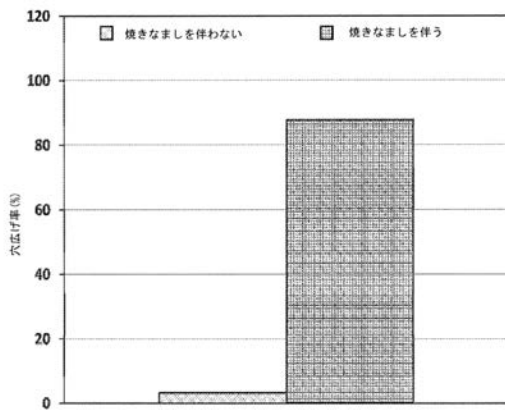


FIG. 65 打ち抜き穴の焼きなましを伴う及び伴わない、合金9に関する穴広げ率測定値。

【 図 6 6 】

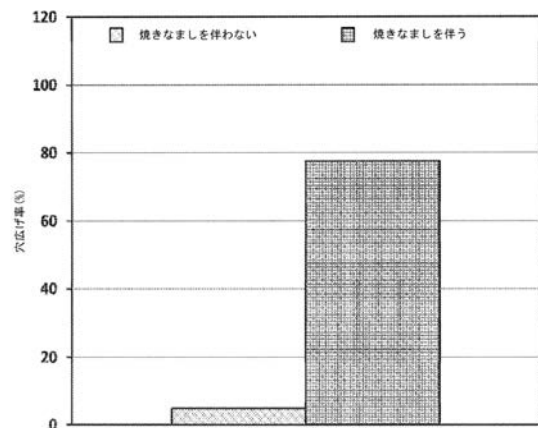


FIG. 66 打ち抜き穴の焼きなましを伴う及び伴わない、合金12に関する穴広げ率測定値。

【 図 6 7 】

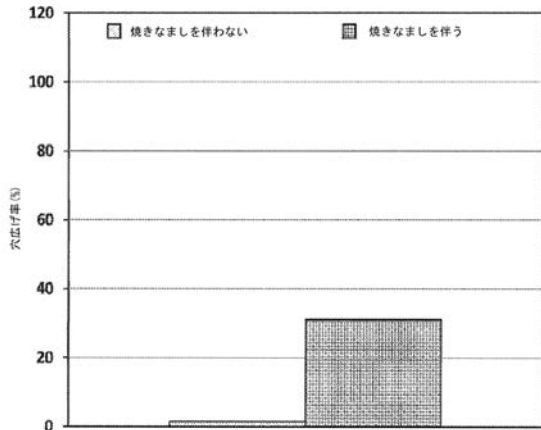


FIG. 67 打ち抜き穴の焼きなましを伴う及び伴わない、合金13に関する穴広げ率測定値。

【 図 6 8 】

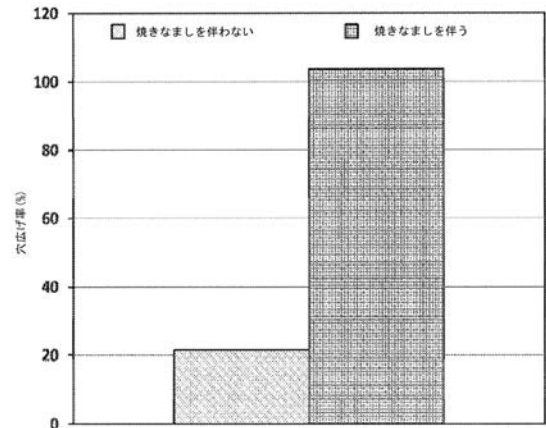


FIG. 68 打ち抜き穴の焼きなましを伴う及び伴わない、合金17に関する穴広げ率測定値。

【 図 6 9 】

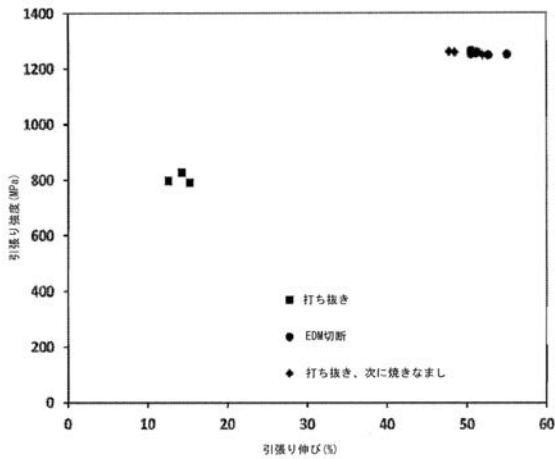


FIG. 69 異なる端部状態を用いて試験を行った合金1の引張り性能。打ち抜き端部状態を有する引張り試験は、ワイヤEDM切断及び打ち抜きとそれに続く焼きなまし(850°Cで10分間)の端部状態を有する引張り試験と比較すると、低減した引張り性能を有することに留意されたい。

【 図 7 0 】

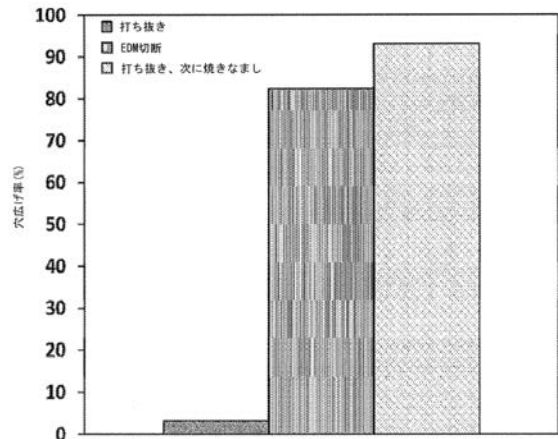


FIG. 70 端部状態の関数として、合金1の穴広げ率応答により測定された端部形成。打ち抜き状態における穴は、ワイヤEDM切断及び打ち抜きとそれに続く焼きなまし(850°Cで10分間)の状態における穴より、低い端部形成を有することに留意されたい。

【 図 7 1 】

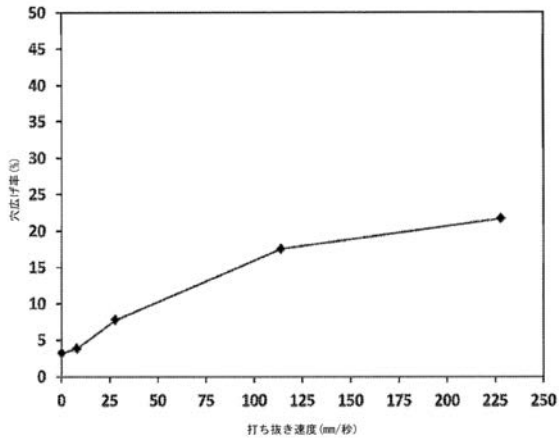


FIG. 71 打ち抜き速度の関数として、穴広げ率により測定された合金1の端部形成能の打ち抜き速度依存性。打ち抜き速度の増加と一致した、穴広げ率の増加に留意されたい。

【 図 7 2 】

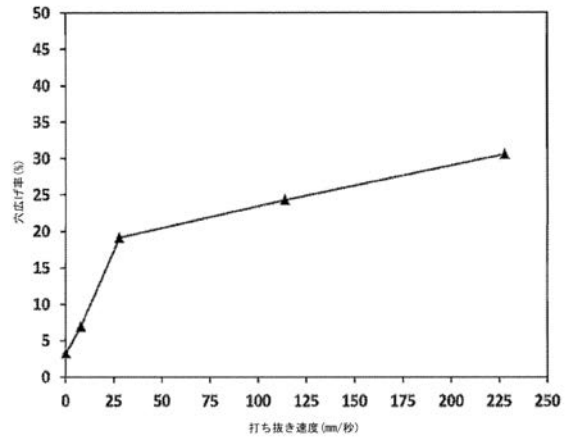


FIG. 72 打ち抜き速度の関数として、穴広げ率により測定された合金9の端部形成能の打ち抜き速度依存性。およそ25mm/秒の打ち抜き速度まで穴広げ率が急増し、続いて穴広げ率が漸増することに留意されたい。

【 図 7 3 】

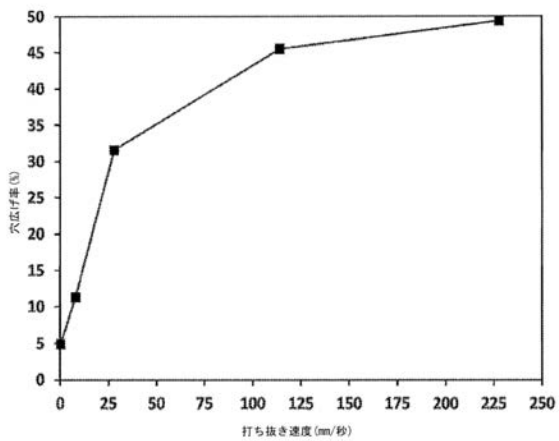


FIG. 73 打ち抜き速度の関数として、穴広げ率により測定された合金12の端部形成能の打ち抜き速度依存性。およそ25mm/秒の打ち抜き速度まで穴広げ率が急増し、続いて100mm/秒程度の打ち抜き速度で穴広げ率は増加し続けることに留意されたい。

【 図 7 4 】

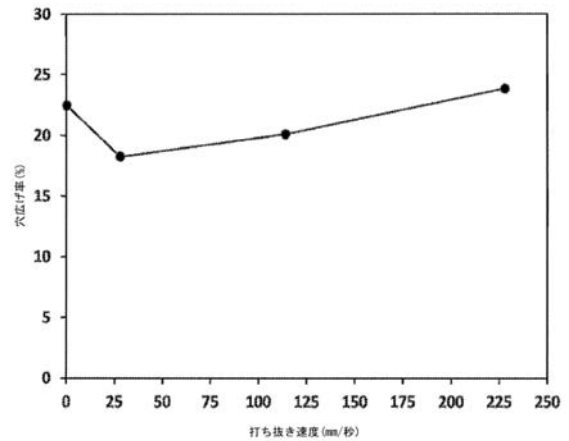


FIG. 74 穴広げ率により測定された市販の二相980鋼の端部形成能の打ち抜き速度依存性。市販の二相980鋼に関して、試験を行った全ての打ち抜き速度で、穴広げ率は±3%の変動を伴い一貫して21%であることに留意されたい。

【 図 7 5 】

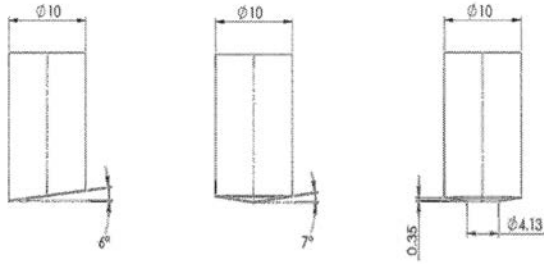


FIG. 75 非平面の打ち抜き幾何学形状の略図: 6° テーパー状 (左)、7° 円錐体 (中央)、及び円錐平底 (右)。全寸法はミリメートルである。

【 図 7 6 】

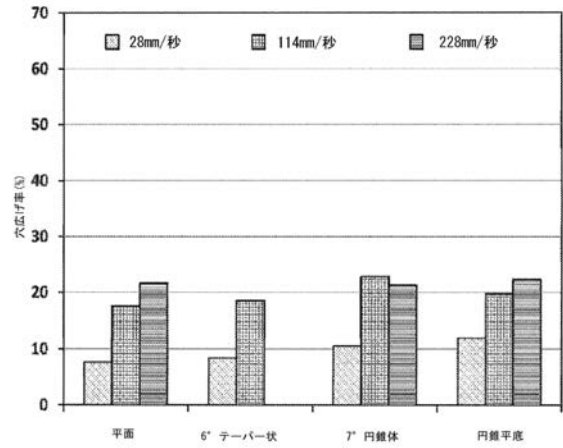


FIG. 76 28mm/秒、114mm/秒、及び228mm/秒の打ち抜き速度での合金11に対する打ち抜き幾何学形状効果。合金11に関して、228mm/秒の打ち抜き速度で、打ち抜き幾何学形状効果は少なくなることに留意されたい。

【 図 7 7 】

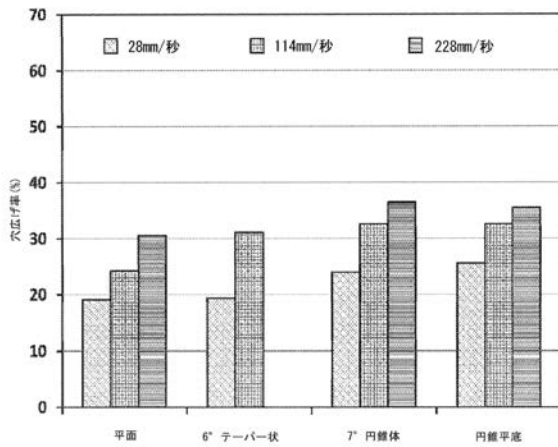


FIG. 77 28mm/秒、114mm/秒、及び228mm/秒の打ち抜き速度での合金9に対する打ち抜き幾何学形状効果。7°の円錐の打ち抜き及び円錐平底の打ち抜きは、最高穴広げ率をもたらすことに留意されたい。

【 図 7 8 】

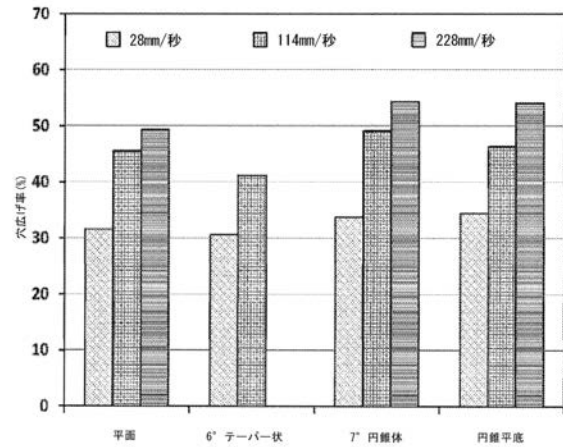


FIG. 78 28mm/秒、114mm/秒、及び228mm/秒の打ち抜き速度での合金12に対する打ち抜き幾何学形状効果。228mm/秒の打ち抜き速度での7°の円錐の打ち抜きは、全ての合金に関して測定された、最高穴広げ率をもたらすことに留意されたい。



【 図 7 9 】

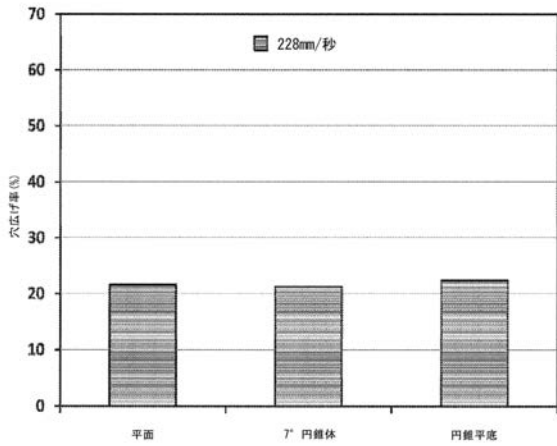


FIG. 79 228mm/秒の打ち抜き速度での合金1に対する打ち抜き幾何学形状効果。全ての打ち抜き幾何学形状は、およそ21%にほぼ等しい穴広げ率をもたらすことに留意されたい。

【 図 8 0 】

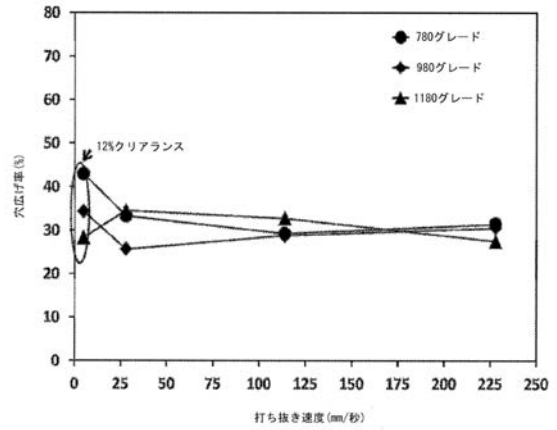


FIG. 80 穴広げ率により測定された市販の鋼グレードの端部形成能の穴打ち抜き速度依存性。穴広げ率は、全ての試験グレードにおいて、打ち抜き速度の増加に伴い改善を示さないことに留意されたい。

【 図 8 1 】

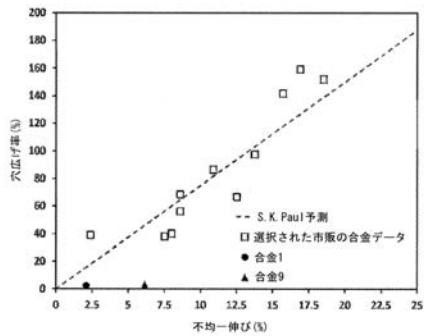


FIG. 81 合金1及び合金9のデータと共に、[Paul S.K., J Mater Eng Perform 2014年:23:3610.]からの選択された市販の鋼グレードに関するデータを用いた同文献による予測の、平均一伸び及び穴広げ率の相関。合金1及び合金9のデータは、予想線に従わず、予想よりはるかに低いHER値を有することに留意されたい。

## 【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US 16/26740
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> IPC(8) - C21D 1/04; C21D 1/10 (2016.01) CPC - C21D 1/10; C21D 1/18; C21D 1/42 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) CPC: 21D1/10; C21D1/18; C21D1/42; B22F5/106; B22F2998/10; C22C32/0073; B22D13/023; C22C38/002; C22C38/08; C22C38/14 IPC(8): C21D 1/04; C21D 1/10 (2016.01)		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched USPC: 148/575; 148/542; 148/327; 148/546; 148/557; 148/329; 148/330; 148/325; 148/546; 148/601; 148/320; 148/522; 148/337; 148/333; 428/653; 420/90; 420/92; 420/87; 428/684; 420/93; 428/659		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) Pat Base (AU BE BR CA CH CN DE DK EP ES FI FR GB IN JP KR SE TH TW US WO), Google Patent, Google Scholar; Search terms: metal alloy iron thickness melt Tm heat tensile strength elongation strain rate grain matrix edge shear stressing punch reduce mechanical properties enhance form hole expansion ratio increase steel Fe ferric liquid reheat raise		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2014/0190594 A1 (PRANAGAN et al.) 10 July 2014 (10.07.2014) para [0002], [0058], [0060]-[0061], [0084], [0087], [0112], [0116]; claim 1 and 2; table 1A	1-24
A	US 4,415,376 A (BRAMFITT et al.) 15 November 1983 (15.11.1983) col 1, ln 13-18; col 3, ln 47-68; col 4, ln 1-30; col 6, ln 28-38; col 7, ln 54-68; claim 4; table II	1-8 and 24
A	WO 2013/018564 A1 (NIPPON STEEL & SUMITOMO METAL CORPORATION) 7 February 2013 (07.02.2013) para [0020]-[0030], [0032], [0037], [0063]-[0068]	1-8 and 24
A	US 2014/0230970 A1 (PERLADE et al.) 21 August 2014 (21.08.2014) para [0037]-[0040], [0057], [0083], [0108]; claim 32; tables 1 2C	9-23
A	EP 1,412,548 B1 (OSAMU NIPPON STEEL CORP. OITA WORKS KAWANO) 19 October 2005 (19.10.2005) para [0015]-[0018], [0020], [0029], [0033], [0037], [0062]; claim 2	9-23
A	US 4,322,256 A (HENNING) 30 March 1982 (30.03.1982); the entire document	1-8 and 24
A	US 2013/0136950 A1 (SUN) 30 May 2013 (30.05.2013); the entire document	1-24
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/>		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 18 June 2016 (18.06.2016)		Date of mailing of the international search report <b>29 JUL 2016</b>
Name and mailing address of the ISA/US Mail Stop PCT, Attn: ISA/US, Commissioner for Patents P.O. Box 1450, Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. 571-273-8300		Authorized officer: Lee W. Young PCT Helpdesk: 571-272-4300 PCT OSP: 571-272-1114

## フロントページの続き

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>B 2 1 D 28/10 (2006.01)</b>	C 2 1 D 8/02	A
	B 2 1 D 28/24	Z
	B 2 1 D 28/10	Z
	C 2 2 C 38/00	3 0 1 S

(81) 指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US

- (72) 発明者 ダニエル・ジェームズ・ブラナガン  
アメリカ合衆国・アイダホ・83406・アイダホ・フォールズ・イースト・サニーサイド・6845
- (72) 発明者 アンドリュー・イー・フレリックス  
アメリカ合衆国・アイダホ・83401・アイダホ・フォールズ・タピティオ・ドライブ・419
- (72) 発明者 ブライアン・イー・ミーチャム  
アメリカ合衆国・アイダホ・83402・アイダホ・フォールズ・ウェスト・アンダーソン・ストリート・665
- (72) 発明者 グラント・ジー・ジャスティス  
アメリカ合衆国・アイダホ・83401・アイダホ・フォールズ・パークウッド・ストリート・1900・アパートメント・シー202
- (72) 発明者 アンドリュー・ティー・ボール  
アメリカ合衆国・ネバタ・89509・リノ・ワーレン・ウェイ・4340
- (72) 発明者 ジェーソン・ケー・ワレーザー  
アメリカ合衆国・アイダホ・83404・アイダホ・フォールズ・イースト・トゥエンティーフィフス・ストリート・956
- (72) 発明者 カーティス・クラーク  
アメリカ合衆国・アイダホ・83404・アイダホ・フォールズ・ブルックビュー・ドライブ・1848
- (72) 発明者 ローガン・ジェイ・テュー  
アメリカ合衆国・アイダホ・83402・アイダホ・フォールズ・ドロシー・ストリート・2885
- (72) 発明者 スコット・ティー・アンダーソン  
アメリカ合衆国・アイダホ・83404・アイダホ・フォールズ・ラグーナ・ドライブ・2907
- (72) 発明者 スコット・ラリッシュ  
アメリカ合衆国・アイダホ・83406・アイダホ・フォールズ・サウス・ポウウエン・レーン・7175
- (72) 発明者 シェン・チェン  
アメリカ合衆国・アイダホ・83401・アイダホ・フォールズ・ホープス・アヴェニュー・777・アパートメント・ケー103
- (72) 発明者 テイラー・エル・ギデンズ  
アメリカ合衆国・アイダホ・83401・アイダホ・フォールズ・フォース・ストリート・169
- (72) 発明者 アラ・ヴィ・セルグエヴァ  
アメリカ合衆国・アイダホ・83404・アイダホ・フォールズ・ネイサン・ドライブ・3810

Fターム(参考) 4E048 EA02

4K032	AA02	AA04	AA05	AA06	AA07	AA11	AA12	AA13	AA14	AA15
	AA16	AA17	AA18	AA23	AA24	AA25	AA31	AA32	BA01	CA01
	CA02	CA03	CC02	CC03	CC04	CG01	CG02	CH04	CH05	CH06
4K037	EA02	EA04	EA05	EA06	EA07	EA08	EA11	EA12	EA13	EA15
	EA16	EA20	EA21	EA27	EA28	EB06	EB07	EB09	EC01	EC04
	FA01	FA02	FA03	FB10	FC02	FC03	FC04	FC05	FG00	FJ04
	FJ05	FJ06	FJ07	JA03	JA07					