

ラスマルテンサイト鋼のミクロ組織と塑性変形能に関する研究

上野, 虎太郎

<https://hdl.handle.net/2324/7363847>

出版情報 : Kyushu University, 2024, 博士 (工学), 課程博士
バージョン :
権利関係 :



博士学位論文

ラスマルテンサイト鋼のミクロ組織と
塑性変形能に関する研究

九州大学

上野虎太郎

目次

第1章 序論	
1.1 本研究の背景	1
1.2 金属の変形	8
1.3 ラスマルテンサイト	19
1.4 研究目的	25
1.5 本論文の構成	25
第2章 実験方法	
2.1 試料	27
2.2 ミクロ組織観察	37
2.3 力学試験	38
第3章 ミクロ組織を考慮した加工硬化モデル	
3.1 緒言	39
3.2 実験方法	41
3.3 改良 CCA モデル	43
3.4 実験結果	47
3.4.1 ミクロ組織と機械的性質	
3.4.2 局所的なひずみ分布測定	
3.5 考察	52
3.5.1 改良 CCA モデルの適用可能性の確認	
3.5.2 局所的なひずみ分布に及ぼす塑性変形の影響	
3.6 小括	62
第4章 塑性変形を引き起こすすべり系の評価	
4.1 緒言	65

4.2 実験方法	67
4.3 実験結果	68
4.4 考察	71
4.4.1 応力, 弾性ひずみの算出	
4.4.2 各すべり系における変形の定量化	
4.5 小括	85
第5章 マンガン含有ラスマルテンサイト鋼の加工硬化	
5.1 緒言	88
5.2 実験方法	89
5.3 実験結果	90
5.3.1 真応力-真ひずみ線図	
5.3.2 ミクロ組織	
5.3.3 ミクロ ex-situ DIC 引張試験	
5.4 考察	100
5.5 小括	112
第6章 総括	114
参考文献	117
謝辞	130

第1章 序論

1.1 本研究の背景

地球は元素としての鉄を豊富に含んでおり、その割合は地球の質量（約 5.97×10^{24} kg）の約 34.6% である。人類は少なくとも紀元前 3000 年ごろには鉄を利用していたようである。その後、紀元前 1200 年ごろから、銅器に代わり、急速に普及したと考えられている。現在、工業的に使用されている鉄鋼の大部分は、鉄鉱石から高炉法により生産されている。高炉法では、高炉に加工した鉄鉱石、コークス、石灰石などを逐次投入し、鉄鉱石を還元して、炭素濃度 5% 程度の溶銑とする。その後、溶銑は転炉で成分調整され溶鋼となり、鋳型や連続鋳造により、鋼塊、鋼片となる。一方で、鉄鋼はリサイクルが比較的容易である。電炉法では、スクラップ、銑鉄などを電炉で溶解し、成分調整をして溶鋼とする。その後、鋳型や連続鋳造により、鋼塊、鋼片とする。これらの方法で作られた鋼塊、鋼片は、鍛造、熱間圧延、冷間圧延などにより、薄板、厚板、棒線、形鋼など所望の形状に加工される[1]。

鉄鋼は温度や変形により相変態する。Fig. 1.1 [2]に鉄-炭素系平衡状態図を示す。また、鉄鋼は Fig. 1.2 [3-5]に示すように様々なマイクロ組織を呈する。平衡状態では、フェライト、セメンタイト、オーステナイトと呼ばれる相、フェライトとセメンタイトの層状組織であるパーライト組織が生成する。これらの相は鉄原子、炭素原子の拡散により生成する。また、焼入れのように鉄鋼を急速に冷却した場合には、少なくとも鉄原子は拡散できず、せん断型変態を生じ、マルテンサイトと呼ばれる平衡状態図には現れない組織が生成する。また、高温から冷却中にある温度域で保持した場合には、ベイナイトと呼ばれる組織が生じる。ベイナイトの生成理論には、拡散型とせん断型の両方が提案されている[6-9]。

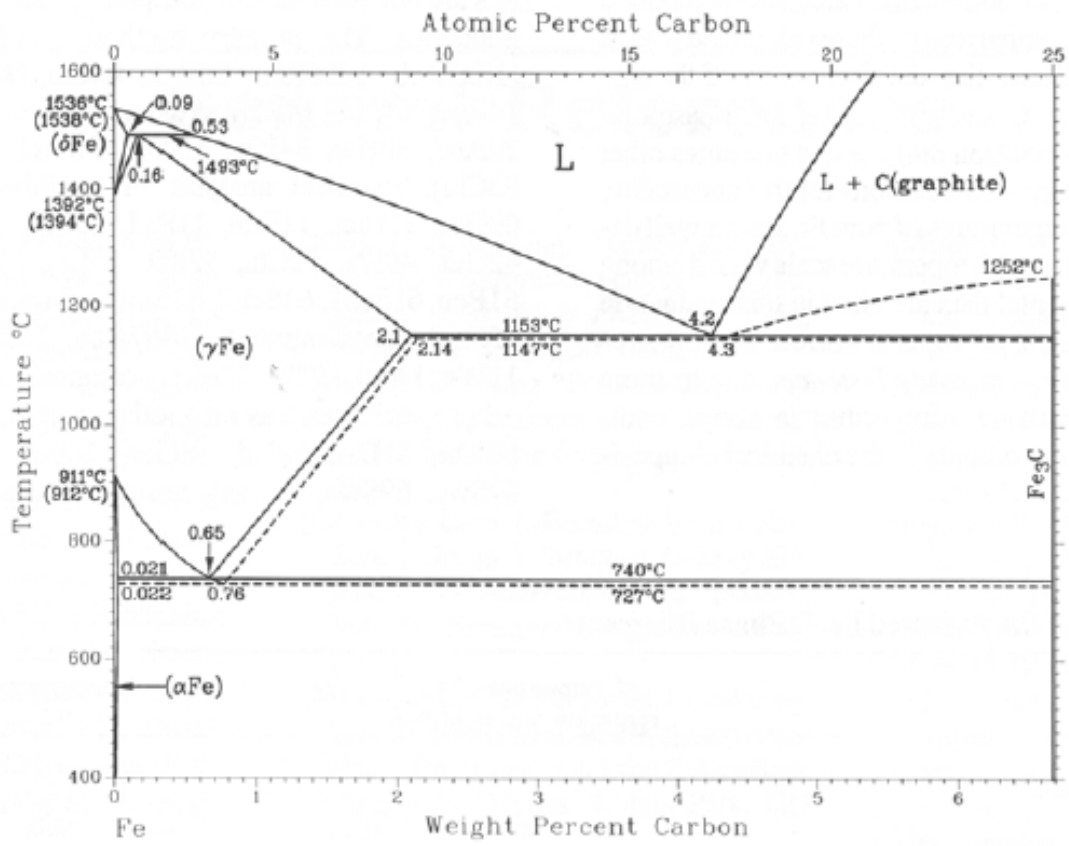


Fig. 1.1. Phase diagram of Fe-C [2].

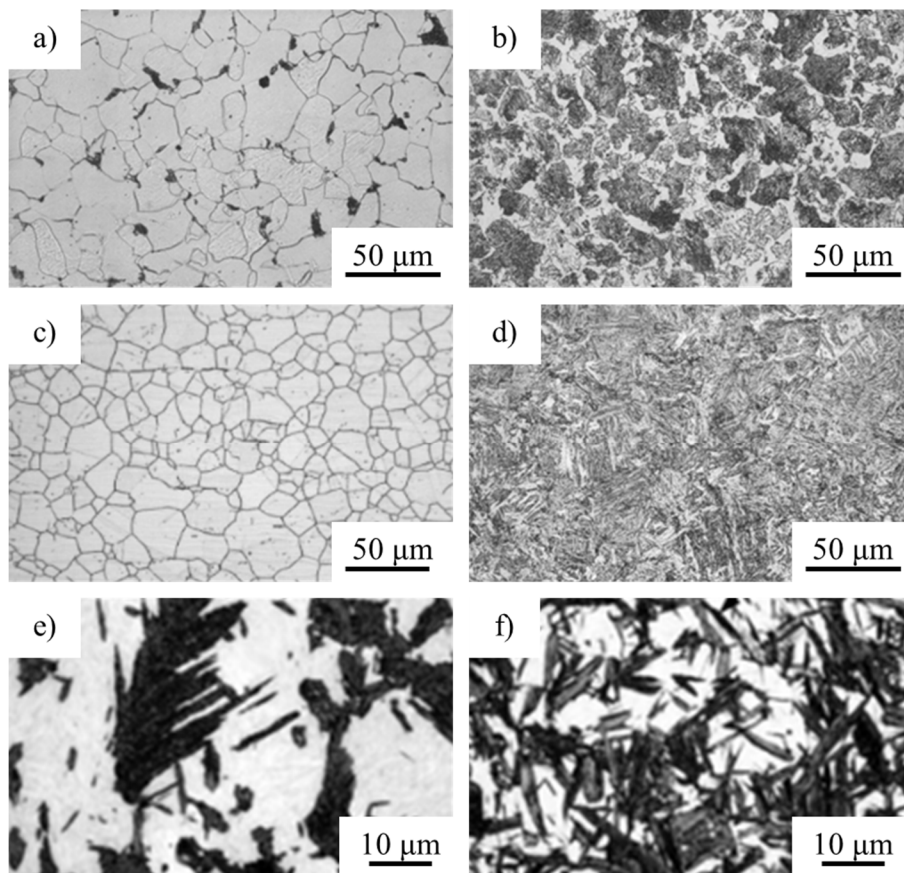


Fig. 1.2. Phases and microstructures of steels. a) ferrite and perlite of Fe-0.1C (mass%), b) ferrite and perlite of Fe-0.55C, c) austenite of Fe-18Cr-8Ni-0.06C, d) tempered martensite of Fe-0.3C, e) upper bainite, cementite and martensite of Fe-0.8C and f) lower bainite, cementite and martensite of Fe-0.8C [3-5].

第 2 次世界大戦後、特に高度経済成長期以降の日本の鉄鋼業は、自動車産業とともに成長した。Fig. 1.3 [10]に日本における自動車の生産台数と粗鋼生産量の推移を示す。この図からも日本の鉄鋼業が自動車産業とともに成長したことは明らかである。Fig. 1.4 [10]は、自動車に使用されている鋼種、鋼板製造プロセス、大手鉄鋼メーカー、大手自動車メーカーの推移と変遷、それらに関する出来事示している。一般に自動車は高い意匠性を求められている。そのため、自動車のボディを構成するパネル用鋼板には、軟鋼 (270, 340, 340 bake hardening (BH), 370 MPa 級) が使用されている。BH 鋼は、塗装焼付け工程において時

効硬化を生じ、硬さを増すことができる。パネル用鋼板の中でも特に成形性が要求される部分には interstitial free (IF) 鋼が使用されている。現在使用されている IF 鋼は、炭素濃度を 50 ppm もしくは 10 ppm 以下とした極低炭素鋼に、チタンやニオブを添加し、固溶炭素や固溶窒素を炭化物や窒化物として固定したものである。固溶炭素や固溶窒素の効果による時効を抑制することで高い成形性を実現している。このようにパネル用鋼板には、軟らかさが求められる一方、骨格構造部材には高い衝突安全性と軽量化が求められている。そのため、骨格構造部材を構成する構造用鋼板には、高張力鋼が使用されている。Fig. 1.5 [10]は、自動車用鋼板として使用されている鉄鋼の引張強度と全伸びの関係を示したものである。鉄鋼を含む金属の強度と伸びは一般に相反する。衝突安全性と軽量化への要求は、益々高くなっており、生産性の観点からは加工性も重要である。したがって、強度と伸びをいかに両立させるかが課題となる。構造用鋼板は 3 つの世代に分類される。第 1 世代はフェライト+パーライトもしくはフェライト+ベイナイトを析出強化により高強度化した high strength low alloy (HSLA) 鋼やフェライト+マルテンサイトからなる dual phase (DP) 鋼である。これらの鉄鋼では、比較的硬いパーライトやベイナイト、マルテンサイトが強度、比較的軟らかいフェライトが延性を担っている。硬質相と軟質相の割合を制御することで強度と延性を変えることができる。現在、780 MPa 級以上の構造用鋼板として DP 鋼が使用されている。第 2 世代であるオーステナイト系ステンレス鋼や高合金 TRIP 型複合組織鋼、高マンガン鋼は、非常に高い強度-延性バランスを持つ。強度-延性バランスは、強度と延性の積で表現されることが多い。オーステナイト系ステンレス鋼や高合金 TRIP 型複合組織鋼、高マンガン鋼は、鋼中に含まれるオーステナイトが塑性加工や衝突による変形で加工誘起変態 (transformation-induced plasticity, TRIP) もしくは双晶変形 (twinning-induced plasticity, TWIP) すること

で優れた強度-延性バランスを実現している。しかし、マンガン、ニッケル、モリブデンなどのオーステナイト生成元素を多量に添加する必要があり、コストの問題で市販車にはほとんど適用されなかった。第3世代は現在、研究開発が進められているもので、2020年ごろから一部の市販車に適用されている[11, 12]。第3世代には、低合金 TRIP 型複合組織鋼、quench and partitioning (QP) 鋼、マルテンサイト鋼がある。低合金 TRIP 型複合組織鋼の初期組織は、フェライトもしくはベイナイトとオーステナイトである。高合金 TRIP 型複合組織鋼と同じく、塑性加工や衝突による変形でオーステナイトがマルテンサイト変態することで優れた強度-延性バランスを実現している。QP 鋼の初期組織はマルテンサイトとオーステナイトである。高合金 TRIP 型複合組織鋼や低合金 TRIP 型複合組織鋼と同じく、塑性加工や衝突による変形でオーステナイトがマルテンサイト変態することで延性を確保している。QP 鋼はマルテンサイトを主組織とするため、フェライトもしくはベイナイトを主組織とする高合金 TRIP 型複合組織鋼や低合金 TRIP 型複合組織鋼に比べて高強度である。マルテンサイト鋼は、同一組成の鉄鋼において最も高い強度を持つ。しかしながら、一般に延性は小さい。高炭素マルテンサイト鋼はその硬さを活かして、古くから刃物、工具、金型などの材料として使用されてきた。マルテンサイト鋼は一般に焼入れ後、焼戻しを行うことで幾分軟化させ、靱性を高めて使用される。低炭素鋼で見られるラスマルテンサイトの強度-延性バランスが比較的良いことから、骨格構造部材に適用すべく、ラスマルテンサイトの生成や変形能に関する研究が盛んに行われている。2020年ごろから 1500 MPa を越える引張強度を持つ鋼板が骨格構造部材に適用されるようになった[11, 12]。1500 MPa 級自動車用鋼板のマイクロ組織はラスマルテンサイトである。自動車に使用される鋼板のほとんどは、プレス成形される。比較的延性が高い鋼板の場合には、冷間プレス成形が可能である。しかし、現在の 1500

MPa 級自動車用鋼板は、冷間プレス成形が可能なほど、延性が高くない。そのため、ホットスタンプもしくはダイクエンチと呼ばれる熱間プレス成形が行われている。ホットスタンプでは、オーステナイト域に加熱した鋼板をプレスする。プレスと同時に鋼板は金型で急冷され、ラスマルテンサイトとなる。ホットスタンプは、加熱によるエネルギー消費が大きく、冷却のための時間が必要であり、冷間プレス成形に比べて、コストが高く、生産能率が低い。そのため、冷間プレス成形可能な同程度の強度を持つ鋼板が求められている。また、自動車用鋼板の更なる高強度化のために、ラスマルテンサイトの利用は不可欠であり、ラスマルテンサイトの適用拡大は今後も進められると考えられる。このような状況の中で、本研究では、ラスマルテンサイトの塑性変形に着目する。

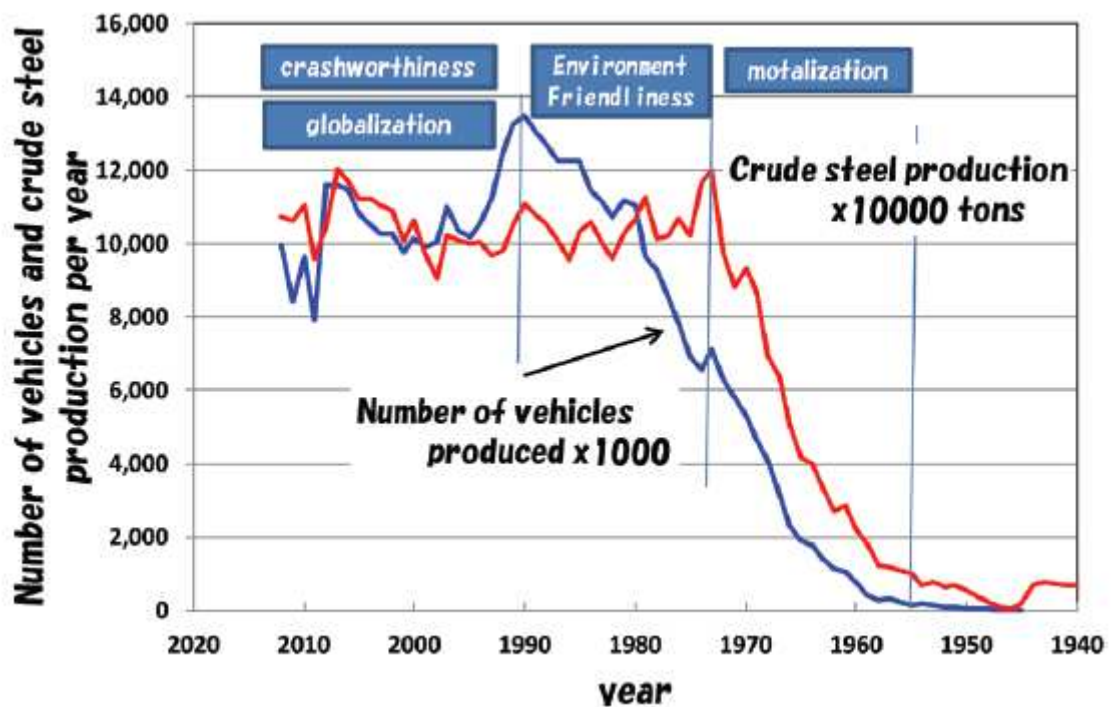


Fig. 1.3. Change in number of vehicles and crude steel produced in Japan per year [10].

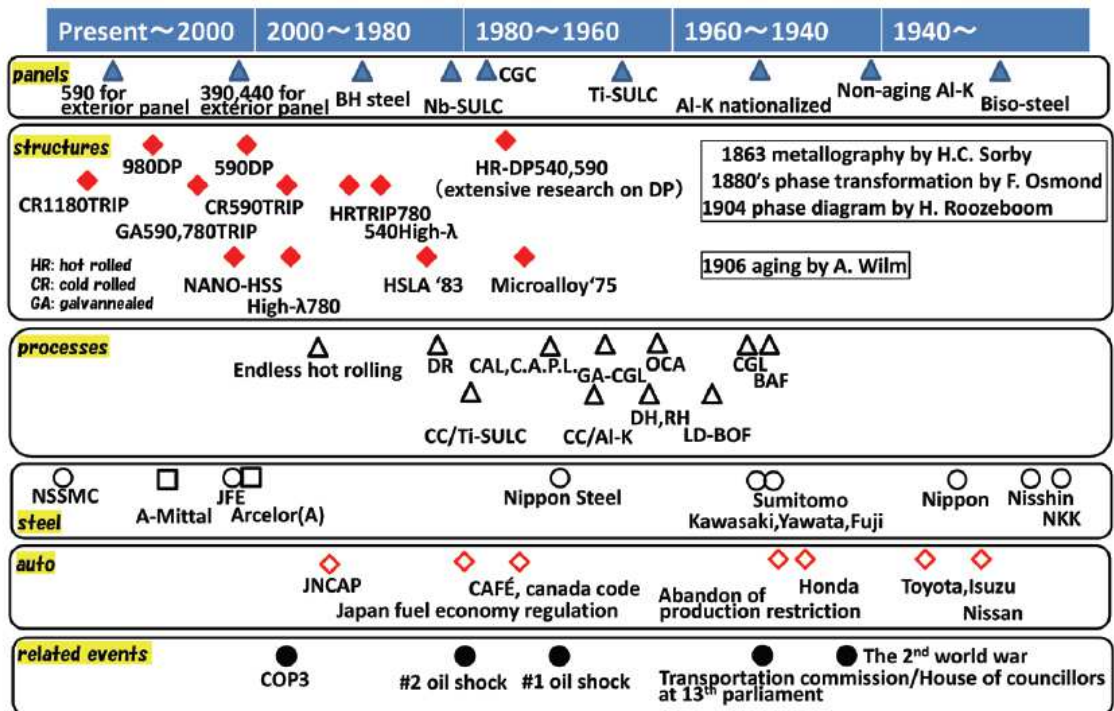


Fig. 1.4. Development of sheet steels for automobile body with related historical facts and technologies [10].

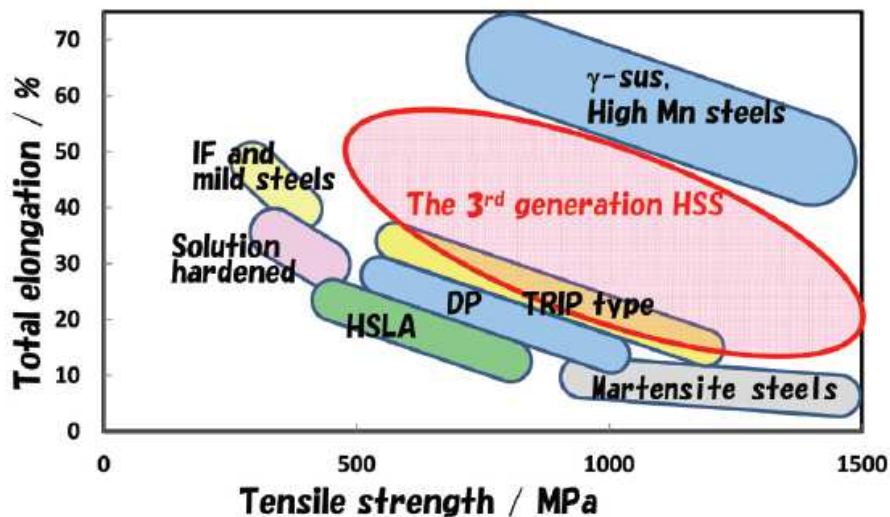


Fig. 1.5. Summary of tensile strength and elongation data for various types of high strength steels (HSSs). The circle for the 3rd generation HSS corresponds to the region proposed by Matlock [10].

1.2 金属の変形

上述したように本研究では、ラスマルテンサイトの塑性変形に着目する。その基礎として本節では、金属の変形について概説する。金属の変形は大きく弾性変形と塑性変形に分けられる。一般に、変形は外力によって生じる。外力の負荷中に生じた変形のうち、外力を除荷すると消失する変形が弾性変形、外力を除荷しても残る変形が塑性変形である。Fig. 1.6 はフェライト-パーライト鋼のような軟鋼、Fig. 1.7 はラスマルテンサイト鋼のような高張力鋼の公称応力-公称ひずみ線の模式図である[13]。マクロ的には、ひずみが小さく、ひずみと応力が比例関係にある範囲を弾性変形、降伏後、ひずみと応力が比例しない範囲を塑性変形という。しかし、ミクロ的には、どの範囲においても金属内に弾性変形中の領域と塑性変形中の領域が混在していると考えられている。Fig. 1.6 からわかるように軟鋼は明瞭な降伏点（上降伏点，下降伏点）を示し、降伏後、ひずみの増大に伴って応力が振動するリュウダース変形を生じる。一方で、Fig. 1.7 に示すように高張力鋼では、明瞭な降伏点を示さず、リュウダース変形も見られない。そのため、降伏点として比例限もしくは0.2%耐力が降伏点として使用されることが多い。降伏後、引張強度までは、ひずみの増大に伴って加工硬化する。引張強度に達した後、応力が低下し、破断する。引張強度に達するまでの伸びを一様伸び、破断するまでの伸びを全伸びと呼ぶ。公称応力 σ_n 、公称ひずみ ε_n は、その算出に引張試験片の初期断面積 A_0 、初期長さ（標点間距離） l_0 を用いている。外力を F 、変位を Δl とすると σ_n 、 ε_n は以下の式で表される。

$$\sigma_n = \frac{F}{A_0} \quad (1.1)$$

$$\varepsilon_n = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (1.2)$$

これらは測定と算出が容易な反面，物理的意味は薄い．物理的には，瞬間の断面積，長さから算出する真応力 σ_t ，真ひずみ ε_t を使う必要がある．公称ひずみと真ひずみの関係，公称応力と真応力の関係を (1.3)，(1.4) 式にそれぞれ示す．

$$\varepsilon_t = \ln(1 + \varepsilon_n) \quad (1.3)$$

$$\sigma_t = (1 + \varepsilon_n)\sigma_n \quad (1.4)$$

この式は，引張強度に達するまで，すなわち，一様伸びの間に適用することができる．一様伸びの間は，引張試験片がくびれず，マクロ的に均一に変形していると仮定している．

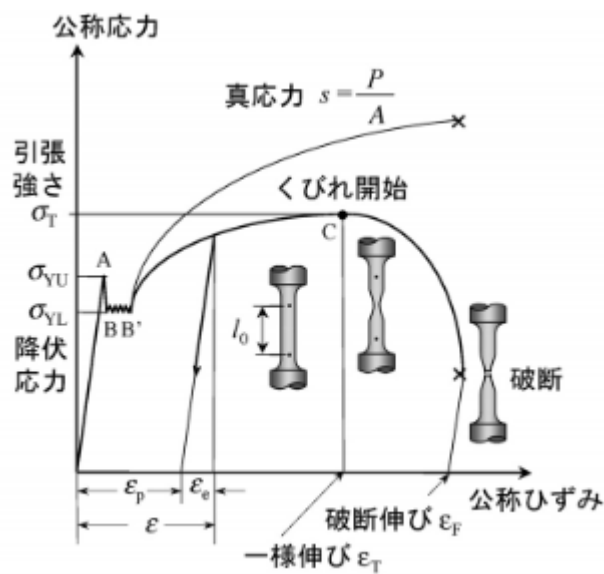


Fig. 1.6. Schematic stress-strain curve of mild steel [13].

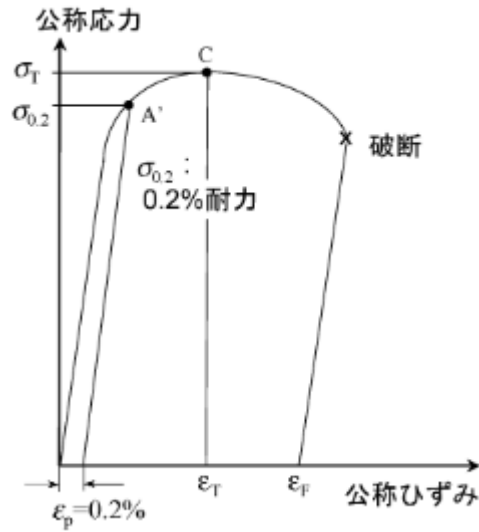


Fig. 1.7. Schematic stress-strain curve of high strength steel [13].

(1.1), (1.2) 式は単軸引張試験のような 1 次元の場合の定義である. これを 3 次元に拡張することを考える. 3 次元の応力とひずみはともに 3×3 行列と同様に表現できる 2 階のテンソルである.

$x - y - z$ 直交座標系を採れば, 応力テンソル σ_{ij} は次のように表される.

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{pmatrix} \quad (1.5)$$

ここで, 応力テンソルの成分の添え字について, 1 番目の添え字はその成分が属している面の法線方向, 2 番目の添え字はその成分が属している力の方向を表している. すなわち, 1 番目の添え字と 2 番目の添え字が同じ場合には, 引張・圧縮応力, 異なる場合には, せん断応力である. また, 力とモーメントの釣り合いを考えると, 添え字の順序が入れ替わっている成分, 例えば σ_{xy} と σ_{yx} は同じ ($\sigma_{xy} = \sigma_{yx}$) でなければならない. したがって, 独立な成分は 6 つとなる.

ひずみテンソルの導出のため、無限小ひずみを考える。変形により、物体内の点 $A(x, y, z)$ が点 $A'(x', y', z')$ に移動すると、その変位 u, v, w を次のように定義できる。

$$\begin{aligned} u &= x' - x \\ v &= y' - y \\ w &= z' - z \end{aligned} \tag{1.6}$$

ここで物体として、微小長さ dx, dy, dz からなる平行六面体を考える。また、Fig. 1.8 [14] に示す平行六面体の $x - y$ 平面への投影を考えると、長方形 $ABCD$ が変形して、 $A'B'C'D'$ に移動したとすれば、点 B の x 軸方向への移動量 u_B は以下のようなになる。

$$u_B = u + \frac{\partial u}{\partial x} dx \tag{1.7}$$

これより、長さ dx である辺 AB の垂直ひずみは

$$\varepsilon_{xx} = \frac{u_B - u}{dx} = \frac{\partial u}{\partial x} \tag{1.8}$$

となる。 dy, dz についても同様に、

$$\varepsilon_{yy} = \frac{\partial v}{\partial y} \tag{1.9}$$

$$\varepsilon_{zz} = \frac{\partial w}{\partial z} \tag{1.10}$$

である.

一方, 点 **B** の y 軸方向の移動量 v_B は以下のようなになる.

$$v_B = v + \frac{\partial v}{\partial x} dx \quad (1.11)$$

したがって, 辺 **AB** の回転を表す角ひずみ ϕ_{xy} は,

$$\begin{aligned} \phi_{xy} &\approx \tan \phi_{xy} \\ &= \frac{v_B - v}{u_B + dx - u} \\ &= \frac{\frac{\partial v}{\partial x} dx}{u + \frac{\partial u}{\partial x} dx + dx - u} \\ &= \frac{\frac{\partial v}{\partial x}}{1 + \frac{\partial u}{\partial x}} \\ &= \frac{\partial v}{\partial x} \end{aligned} \quad (1.12)$$

となる. ここで, $\frac{\partial u}{\partial x} \ll 1$ を用いた. ϕ_{yx} についても同様に,

$$\phi_{yx} = \frac{\partial u}{\partial y} \quad (1.13)$$

である.

変形前に直角であった角度 **DAB** が, 角度 **D'A'B'** に変化したわけである. この角度変化量を工学的せん断ひずみ γ_{xy} と呼び, 次のように定義する.

$$\gamma_{xy} = \phi_{xy} + \phi_{yx} = \frac{\partial v}{\partial x} + \frac{\partial u}{\partial y} = 2\varepsilon_{xy} \quad (1.14)$$

γ_{yz} , γ_{zx} についても同様に,

$$\gamma_{yz} = \frac{\partial v}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial y} = 2\varepsilon_{yz} \quad (1.15)$$

$$\gamma_{zx} = \frac{\partial w}{\partial x} + \frac{\partial u}{\partial z} = 2\varepsilon_{zx} \quad (1.16)$$

となる. なお, (1.14) 式から明らかなように, $\gamma_{xy} = \gamma_{yx}$, $\gamma_{yz} = \gamma_{zy}$, $\gamma_{zx} = \gamma_{xz}$ である. これらから, ひずみテンソル ε_{ij} は以下のようになる.

$$\varepsilon_{ij} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{xz} \\ \varepsilon_{yx} & \varepsilon_{yy} & \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{zx} & \varepsilon_{zy} & \varepsilon_{zz} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} & \frac{1}{2}\gamma_{xy} & \frac{1}{2}\gamma_{xz} \\ \frac{1}{2}\gamma_{yx} & \varepsilon_{yy} & \frac{1}{2}\gamma_{yz} \\ \frac{1}{2}\gamma_{zx} & \frac{1}{2}\gamma_{zy} & \varepsilon_{zz} \end{pmatrix} \quad (1.17)$$

ここで, ひずみテンソルの成分の添え字について, 1 番目の添え字はその成分が属している面の法線方向, 2 番目の添え字はその成分が属している力の方向を表している. すなわち, 1 番目の添え字と 2 番目の添え字が同じ場合には, 引張・圧縮ひずみ, 異なる場合には, せん断ひずみである. また, 添え字の順序が入れ替わっている成分, 例えば ε_{xy} と ε_{yx} は同じ ($\varepsilon_{xy} = \varepsilon_{yx}$) でなければならない. したがって, 独立な成分は 6 つとなる.

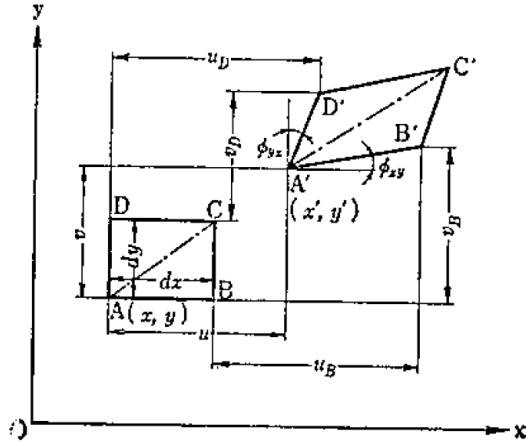


Fig. 1.8. Schematic illustration of the projection of the infinitesimal parallelepiped onto the $x - y$ plane [14].

弾性変形中の3次元応力と3次元ひずみは、弾性コンプライアンス S_{ijkl} もしくは弾性スティフネス $D_{ijkl} = S_{ijkl}^{-1}$ を用いて関係付けられる。これらは4階のテンソルであり、直接的に行列としては記述できない。しかし、上述した応力テンソル、ひずみテンソルの独立した6成分からなるベクトル $\sigma = {}^t(\sigma_{xx} \ \sigma_{yy} \ \sigma_{zz} \ \sigma_{yz} \ \sigma_{zx} \ \sigma_{xy})$, $\varepsilon = {}^t(\varepsilon_{xx} \ \varepsilon_{yy} \ \varepsilon_{zz} \ 2\varepsilon_{yz} \ 2\varepsilon_{zx} \ 2\varepsilon_{xy})$ を用いると、弾性コンプライアンス、弾性スティフネスは 6×6 行列でそれぞれ、 \mathbf{S} , \mathbf{D} と表現することができる。したがって、次のように表される。

$$\varepsilon_{ij} = S_{ijkl}\sigma_{ij} \Leftrightarrow \boldsymbol{\varepsilon} = \mathbf{S} : \boldsymbol{\sigma} \quad (1.18)$$

$$\sigma_{ij} = D_{ijkl}\varepsilon_{ij} \Leftrightarrow \boldsymbol{\sigma} = \mathbf{D} : \boldsymbol{\varepsilon} \quad (1.19)$$

立方晶の単結晶の場合、 \mathbf{S} , \mathbf{D} の独立な成分はそれぞれ3つである。

塑性変形のように、大きなひずみを考えるときには、ある微小時間 dt の間のひずみ増分 $d\varepsilon$, dy を考える必要がある。この時、ひずみ速度 $\dot{\varepsilon}$, \dot{y} は以下のように定義される。

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{dt} \quad (1.20)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} \quad (1.21)$$

塑性変形中は、加工硬化により、刻々と応力とひずみの関係が変化する。そのため、弾性変形のように単純に定数を用いて応力とひずみを関連付けることはできない。多軸応力状態での応力の大きさを定義する量として相当応力 $\bar{\sigma}$ が定義される。これにより単軸応力に対応した比較ができる。塑性変形では、 $\bar{\sigma}$ は無ひずみ状態から現時点までに受けた塑性仕事の総和である全塑性仕事 W_p の関数と考える。また、相当応力に対応する相当ひずみ増分 $d\bar{\varepsilon}^p$ を考える。 $\bar{\sigma}$ と $d\bar{\varepsilon}^p$ は以下の式で求まる。なお、塑性ひずみテンソルの成分を $d\varepsilon_{xx}^p$, $d\gamma_{xy}^p$ などと表す。

$$\bar{\sigma} = \sqrt{\frac{1}{2}\{(\sigma_{xx} - \sigma_{yy})^2 + (\sigma_{yy} - \sigma_{zz})^2 + (\sigma_{zz} - \sigma_{xx})^2 + 6(\tau_{xy}^2 + \tau_{yx}^2 + \tau_{zx}^2)\}} \quad (1.22)$$

$$d\bar{\varepsilon}^p = \sqrt{\frac{2}{9}\{(d\varepsilon_{xx}^p - d\varepsilon_{yy}^p)^2 + (d\varepsilon_{yy}^p - d\varepsilon_{zz}^p)^2 + (d\varepsilon_{zz}^p - d\varepsilon_{xx}^p)^2 + \frac{3}{2}(d\gamma_{xy}^p{}^2 + d\gamma_{yz}^p{}^2 + d\gamma_{zx}^p{}^2)\}} \quad (1.23)$$

また、塑性仕事増分 dW_p は次のようになる。

$$dW_p = \bar{\sigma} d\bar{\varepsilon}^p \quad (1.24)$$

したがって、 $\bar{\sigma}$ と $d\bar{\varepsilon}^p$ の関係は次のようになる。

$$\bar{\sigma} = f(W_p) = f\left(\int \bar{\sigma} d\bar{\epsilon}^p\right) \quad (1.25)$$

この積分は塑性変形の経路に沿って行われる。したがって、経路によって仕事や応力の値が異なる。ひずみ増分の成分比を一定に保つ場合には、 $d\bar{\epsilon}^p$ を積分した相当塑性ひずみ $\bar{\epsilon}^p$ を使って、

$$\bar{\sigma} = g(W_p) = g(\bar{\epsilon}^p) \quad (1.26)$$

と書くことができる。この場合には、塑性変形の経路を無視できる。(1.25)式をひずみ増分理論、(1.26)式を全ひずみ理論と呼ぶ。ひずみ増分理論では、「塑性ひずみ増分の主軸はその時の応力的主軸と一致し、偏差応力とせん断応力に比例する」という仮定がされる[14, 15]。また、全ひずみ理論では、「塑性ひずみの主軸は常に応力のひずみと一致し、塑性ひずみの成分が偏差応力に比例する」という仮定がされる[14, 16]。

加工硬化の大きさを表す値として (1.27) 式で定義される加工硬化率 η が用いられる。

$$\eta = \frac{d\sigma_t}{d\epsilon_t} \quad (1.27)$$

実用のため、応力-ひずみ線図をモデル化して数式表示することがある。単純化した応力-ひずみ線図を Fig. 1.9 [14]に示す。応力-ひずみ線図を表す数式として、例えば、以下の式がある。

$$\sigma_t = Y + F\varepsilon_t^n \quad (1.28)$$

ここで、 Y 、 F 、 n は定数であり、 n は加工硬化指数と呼ばれる。このような式は、有限要素法などによって数値計算する場合に便利である。しかし、変形へのミクロ組織因子などの影響を考慮できず、物理的な意味はまったくない。したがって、物理的な意味を持つモデル化、数式化が求められている。

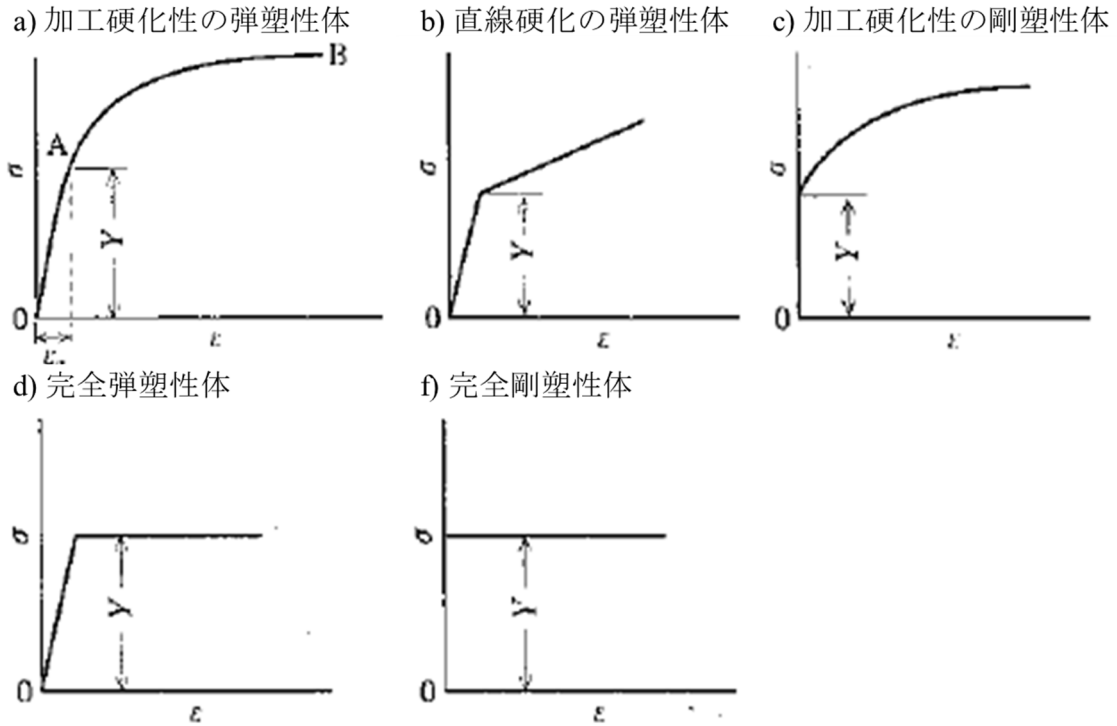


Fig. 1.9. Schematic stress-strain curves [14].

ここまでは変形をマクロ的かつ現象論的に議論してきた。例えば、引張試験では、マクロ的に、引張変形、すなわち、外力と平行に応力とひずみが生じていると考える。しかし、ミクロ的には、変形は結晶のすべり変形や格子変形で生じている。すべり変形には、結晶粒内で生じる粒内すべりと結晶粒界で生じる粒界すべりがある。格子変形には、双晶変形とマルテンサイト変態による変形がある。

ここでは、ラスマルテンサイト鋼の塑性変形を主として担っていると考えられているすべり変形，特に粒内すべりについて述べる。

単結晶を引張・圧縮することを考える。引張応力 σ の軸方向とあるすべり面法線との角度を ϕ ， σ の軸方向とすべり方向との角度を λ とすると，そのすべり系に働く分解せん断応力 τ は以下の式で表される。

$$\tau = \sigma \cos \phi \cos \lambda \quad (1.29)$$

τ がある値 τ_{CRSS} に達したときに結晶は降伏し，すべりが生じる。 τ_{CRSS} を臨界分解せん断応力と呼ぶ。また， $\cos \phi \cos \lambda$ を Schmid 因子と呼ぶ。面心立方格子 (fcc) や六方最密 (hcp) 構造を持つ金属では，Schmid 因子が大きくなすべり系ですべりが生じることが知られており，これを Schmid の法則と呼ぶ。一方で，体心立方格子 (bcc) 構造を持つ金属では，単結晶においても Schmid の法則が必ずしも成立しない。また，多結晶体においては，粒界や周りの結晶粒との相互関係による拘束があるため，Schmid の法則の成立はより難しくなる。その結果として，あるすべり系ですべりが生じた後に他のすべり系でもすべりが生じる多重すべりが変形初期でも生じる。

すべりは単一のすべり面でのみ生じることは少なく，多重すべりや 1 つのらせん転位があるすべり面からほかのすべり面へ乗り移り，すべりを引き起こす交差すべりが起こる。bcc 金属では，らせん転位の運動が塑性変形を支配し，頻繁に交差すべりが起こることが知られている。

体積一定の条件下に置いて，任意のひずみを生じるためには，5 つのすべり系の活動が必要である。立方格子構造には，最も活動しやすいすべり系だけを考えても 12 の等価なすべり系がある。12 の等価なすべり系の中からどのように 5 つ

のすべり系が選ばれるかが重要な問題である。Taylor は「せん断ひずみ増分の和が最小になるようにすべり系が選ばれる」と考えた[17, 18]。これを最小すべりの原理という。また、各結晶粒の降伏応力と臨界分解せん断応力の比として、Taylor 因子を導入した。bcc 金属の Taylor 因子は 2.75 である。

加工硬化は転位組織の形成と密接に関係しており、3 つの段階に分けられる。第 1 段階では、単一すべりが生じ、比較的長いすべり線が密に分布する。1 次すべり系の符号の異なる転位間に生じる相互作用がすべりの障害となり、加工硬化を生じる。第 2 段階では、2 次すべり系も活動し、転位密度が高くなる。そのため、1 次すべり系の転位の移動が制限される。応力の増加機構については、長距離応力理論と林転位理論の 2 つが提案されている。長距離応力理論では、堆積した 1 次すべり系の転位の長距離応力場が応力の増加を支配すると考えられている。林転位理論では、主すべり系の転位が 2 次すべり系の転位と切り合う際の短距離相互作用が応力の増加を支配すると考えられている[19]。

多結晶体では、マクロな引張方向に対して変形しやすい方位の結晶と変形しにくい方位の結晶が混在している。また、粒界や周りの結晶粒との相互関係による拘束の影響で、結晶粒同士はもちろん、1 つの結晶粒においても不均一な変形を生じる。

1.3 ラスマルテンサイト

本節では、ラスマルテンサイトのミクロ組織についての概要と前節を踏まえてラスマルテンサイトの変形について述べる。ラスマルテンサイトは主に炭素やその他の金属元素の添加量が少ない鉄鋼を焼入れした際に見られる。鉄鋼のマルテンサイトの中では、強度-延性バランスに優れる。Tomota ら[20]は、焼入れまま低炭素マルテンサイト鋼の実用化に関して、低炭素化により塑性加工が

可能になることを示している。ラスマルテンサイトの結晶構造は bcc もしくは bct 構造である。Fig. 1.10 に模式的に示すようにラスマルテンサイトは旧オーステナイト粒、パケット、ブロック、サブブロック、ラスからなる階層構造を持つ。最小のマイクロ組織単位であるラスの厚さは 100-200 nm 程度である。Fig. 1.11 [6] に示すようにラスはその板面を晶癖面として成長する。ラスの晶癖面，成長方向は，それぞれ，母相であるオーステナイトの $\{1\ 1\ 1\}\langle 1\ 1\ 0\rangle$ である。ラスマルテンサイトは母相のオーステナイトと特定の結晶方位関係を持つ。結晶方位関係として，Kurdjumov-Sachs の関係，Nishiyama-Wassermann の関係などが提案されている。ただし，同じ試料内や結晶粒内でも位置によって，これらの関係から数度ずれていることが知られている。ブロックやサブブロックは，近い結晶方位を持つラスの集団である。サブブロックの存在は，電子顕微鏡を用いた観察に基づくバリエーション解析によって確認された[21]。ブロック内には，2つのサブブロックが存在する可能性がある。サブブロック間では，バリエーションが異なり，小角粒界を持つ。パケットは同一晶癖面を持つ複数のブロックからなる。ラスマルテンサイトが生成するとき，特に変態初期では，ラスマルテンサイトは，母相であるオーステナイトの粒界付近で核生成し，オーステナイト粒の内部へ成長していく。通常，オーステナイト粒界を越えてラスマルテンサイトが成長することはない。そのため，フルラスマルテンサイトでも，母相であるオーステナイトの粒界が残る。このようにして残ったオーステナイト粒界は，旧オーステナイト粒界と呼ばれている。

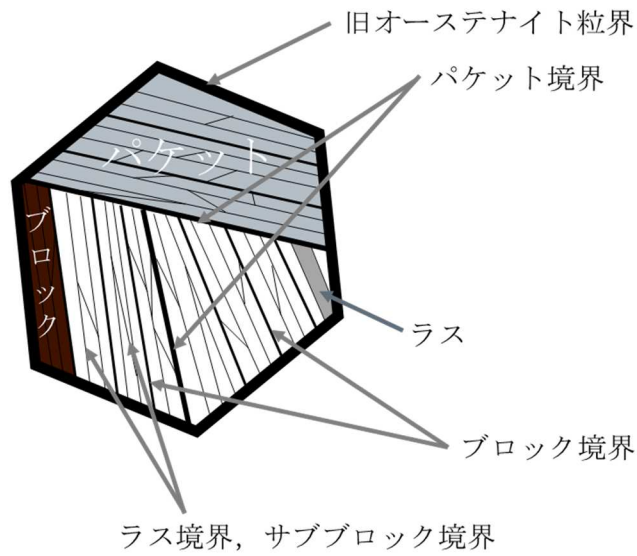


Fig. 1.10. Schematic illustration of lath martensite.

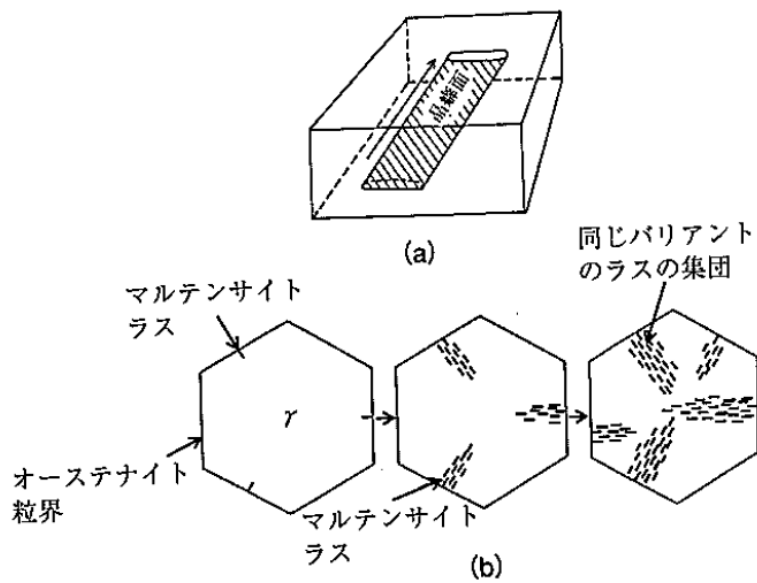


Fig. 1.11. Schematic illustration of the growing of the lath [6].

ラスマルテンサイト鋼の強度、特に降伏強度に関して、一般にオーステナイト粒径が微細なほど高強度であることが知られている。しかしながら、Makiら[22]は、結晶学的観点から、ブロックがHall - Petchの関係を支配する基本単位であることを主張している。また、低炭素ラスマルテンサイト鋼では、ブロックが細かく分断されるため、ブロックではなく、パケットが力学特性支配の中心になる

と主張している。パケット及びブロックの寸法は、それらが属する旧オーステナイト粒の寸法に依存する。そのため、降伏強度は旧オーステナイト粒、パケット、ブロックいずれでも整理可能である[23]。ラスマルテンサイト鋼の引張強度は一般に同組成のフェライト鋼などと比較して、1.5倍以上の値を示す。一方で、降伏強度は 300 MPa 程度と同組成のフェライト鋼などと比較しても大きな差がないことが知られている。Takaki ら[24]は、ニッケルを含む極低炭素鋼を用いて降伏強度と転位の関係について調査し、0.2%耐力と転位密度の関係を定式化した。また、ラスマルテンサイト鋼の低降伏強度は、マルテンサイト変態時に導入される転位が高密度であるためだと結論付けた。

ラスマルテンサイト鋼の塑性変形挙動に関して、電子線後方散乱回折 (electron backscatter diffraction: EBSD) 法とデジタル画像相関 (digital image correlation: DIC) 法を組み合わせることによって、マイクロ組織の影響を議論する研究が盛んに行われている。2019年度から2022年度には、日本鉄鋼協会において「不均一変形組織と力学特性」研究会が設立された[25]。この研究会では、降伏・リューダース変形、マルテンサイト鋼、中 Mn 鋼に対して、EBSD 法と DIC 法を組み合わせた手法をはじめとして、マルチスケールでの評価を行い、多くの知見が得られている。本研究会で得られた知見を含め、焼入れままラスマルテンサイト鋼の塑性変形挙動に関する先行研究を紹介する。Morsdorf ら[26]は、ニッケルを含む低炭素ラスマルテンサイト鋼の変形前後のマイクロ組織の比較と DIC 法によるひずみの解析により、変形初期にはマクロな引張方向に対して 45° 方向に長手方向を持つブロックのブロック境界にひずみが集中し、その後、それ以外のブロックにもひずみが生じること、また、ラス間に存在する薄い残留オーステナイトは、引張試験片の平均ひずみが 0.04 に達する前にマルテンサイト変態し、塑性変形全体への影響は限定的であると報告している。Shibata ら[27]は、マンガンを含む

低炭素ラスマルテンサイト鋼の旧オーステナイト粒径を広い範囲で変え、旧オーステナイト粒径がひずみ分布に与える影響を調べている。旧オーステナイト粒径が粗大なほど、ブロック内に炭化物が多く析出し、ブロックの硬さが低下する。ひずみが高い領域は、晶癖面内すべり系の Schmid 因子が高い傾向にある。晶癖面内すべり系の Schmid 因子が低くてもひずみが高い領域では、炭化物が観察されている。そのため、ひずみの分布には Schmid 因子とブロックの硬さがともに影響していると結論している。Ishimoto ら[28]は、マンガン、クロム、モリブデンによって焼入れ性を高めた低炭素高合金マルテンサイト鋼をオーステナイト系ステンレス鋼で挟み込み、3層からなる複層鋼板を用いて、通常では観察が難しい平均ひずみ 0.1 までのマイクロ組織レベルのひずみ分布を調査し、平均ひずみが 0.02 までの変形初期ではひずみが比較的均一に分布し、その後、平均ひずみの増加に伴って、特定のブロックにひずみが集中すると報告している。また、Fig. 1.12[28, 29]に示すように結晶方位解析からすべり系をラス面内すべり系とラス面外すべり系に分類し、Schmid 因子が高いブロックでラス面内すべり系が活動し、ひずみが発達することを明らかにした。その後、Ryou ら[29]は、低炭素マルテンサイト鋼と中炭素マルテンサイト鋼それぞれで研究を行い、幅が狭いブロックにおいては、Schmid 因子が高いラス面内すべりよりも晶癖面すべりが支配的であることを報告している。Mine ら[30]は、少数のブロックからなる微小引張試験を作製し、ラス面内すべり系とラス面外すべり系の臨界分解せん断応力を求めている。彼らの実験によれば、ラス面内すべり系とラス面外すべり系の臨界分解せん断応力は、それぞれ、310-360 MPa, 500-560 MPa である。また、ブロック境界がラスマルテンサイトの強化に影響していると結論している。Ungár ら[31]は、マンガンを含む低炭素ラスマルテンサイト鋼の変形を高分解能中性子回折法を用いて観察し、引張方向に対するラスの成長方向が変形のしやすさを決

めることを示した。同一パッケージ内では、ラスの晶癖面は同じであるので、パッケージごとに変形しやすさが異なるとし、変形しにくいパッケージを **hard orientation**, 変形しやすいパッケージを **soft orientation** と名付けている。Hard orientation では、ラス面外すべり系が働き、変形により転位密度が大きくなるとともに、転位性格がらせん転位から刃状転位へ変化し、反対に、soft orientation では、ラス面内すべり系が働き、変形により転位密度が小さくなるとともに、転位性格が刃状転位かららせん転位へ変化することを示した。Sakaguchi ら[32]は、ニッケルを含む低炭素マルテンサイト鋼について、マイクロ組織の寸法と DIC 法で得たひずみの寸法から転位の移動距離を算出し、等仕事を仮定して、continuous composite approach (CCA) モデル[33]を拡張することで、真応力-真ひずみ線図のモデルにマイクロ組織の寸法を導入した。

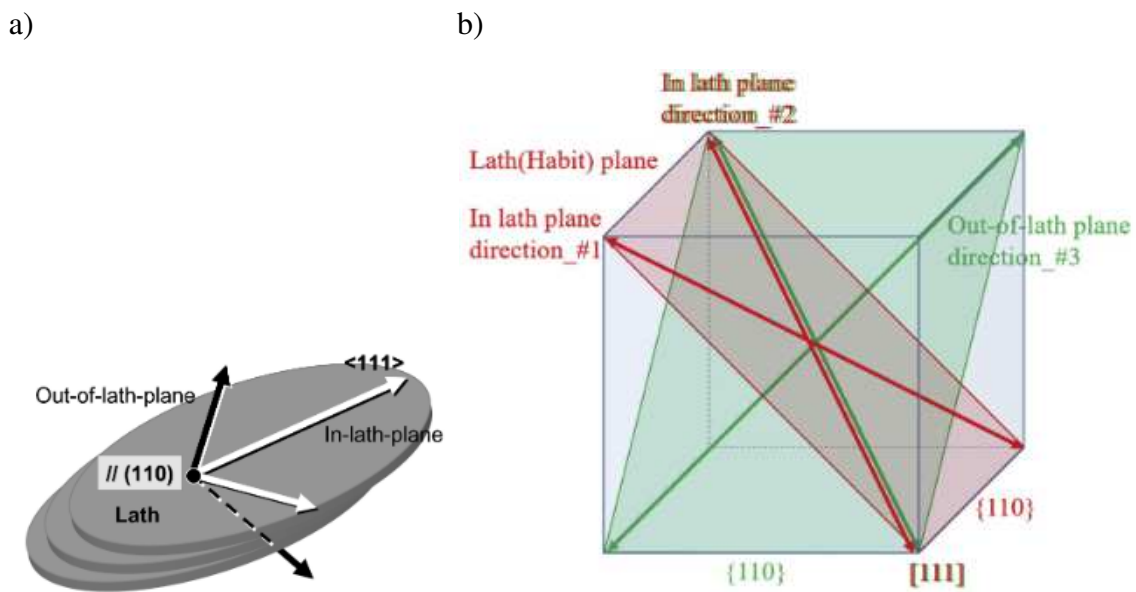


Fig. 1.12. a) Schematic relationship between lath plane and slip direction. Two slip systems exist, one has the Burgers vector in the in-lath plane (white) and the other has it in the out-of-lath plane (black). b) Schematic illustration of slip systems in a crystal structure of BCC lattice [28, 29].

上述したように、ラスマルテンサイト鋼について、マイクロ組織と力学特性の関係解明が盛んに行われている。ラスマルテンサイト鋼の塑性変形がマイクロ組織レベルで不均一なことはよく知られるようになった。一方で、どのように不均一なのか、なにがひずみや応力の分布を決めるのかという詳細については未だ統一した見解が得られていない。

1.4 研究目的

以上述べたように、自動車用鋼板の強度-延性バランスの向上のために、ラスマルテンサイト鋼の塑性変形能の更なる理解が求められている。本研究では、ニッケルもしくはマンガンを含む低炭素ラスマルテンサイト鋼を対象として、電子顕微鏡による観察と力学試験により得られたデータを理論的に解析し、モデル化することで、ラスマルテンサイト鋼のマイクロ組織と塑性変形能の関係の理解を深めることを目的とする。

1.5 本論文の構成

本論文は、以下の6章からなる。

第1章 序論

第2章 実験方法

第3章 ミクロ組織を考慮した加工硬化モデル

第4章 塑性変形を引き起こすすべり系の評価

第5章 マンガン含有ラスマルテンサイト鋼の加工硬化

第6章 総括

第 1 章では、本研究の応用先となりうる自動車用鋼板の概要、金属の変形の基礎、ラスマルテンサイトに関する先行研究についてまとめ、本研究の目的について述べた。

第 2 章では、第 3 章、第 4 章、第 5 章で行った実験の方法について、特に各章に共通する部分について述べる。

第 3 章では、マイクロ組織レベルのひずみ分布を考慮できる改良 CCA モデルを用いて、ニッケルとマンガンをそれぞれ含む低炭素ラスマルテンサイト鋼の引張試験及び単純せん断試験から得られる応力-ひずみ線図を再現する試みについて述べる。

第 4 章では、ニッケルを含む低炭素ラスマルテンサイト鋼について、マイクロ in-situ DIC 引張試験で得られたマイクロ組織レベルのひずみを結晶弾塑性論に基づいて解析したことについて述べる。

第 5 章では、マンガンを含む低炭素ラスマルテンサイト鋼のマンガン濃度による加工硬化能の差を明らかにするために、マイクロ組織観察とマクロ DIC 引張試験、マイクロ ex-situ DIC 引張試験を行ったことについて述べる。

第 6 章では、本研究を総括する。

第2章 実験方法

2.1 試料

本論文で取り扱う試料は全てラスマルテンサイト鋼である。試料の組成及び焼入れ時の加熱温度と保持時間を Table 2.1 に示す。以下、各試料を組成と加熱温度から、10Ni 鋼, 3Mn 鋼, 3Mn-950Q 鋼などのように呼称する。ここで Q は Quench の略である。真空溶解, 鍛造, 熱間圧延, 冷間圧延の順に加工された試料を切断し, アルゴン雰囲気中で加熱した後, 水焼入れした。その後, 機械加工により, ミクロ組織観察, 力学試験に供する形状を付与した。力学試験に供した試験片の形状を Fig. 2.1, 2.2 に示す。Fig. 2.1 は, 10Ni 鋼, Fig. 2.2 は, 3, 5, 8Mn 鋼にそれぞれ適用した。

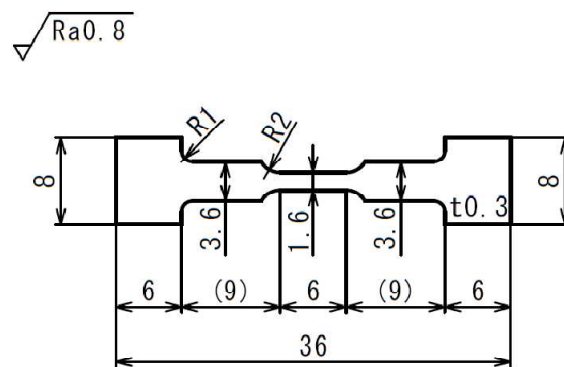


Fig. 2.1. Dimensions of macroscopic and microscopic DIC tensile test specimen.

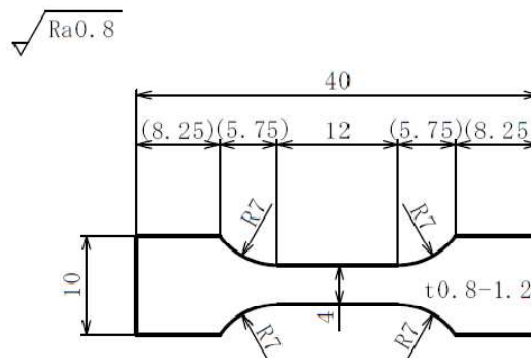


Fig. 2.2. Dimensions of macroscopic and microscopic DIC tensile test specimens.

Table 2.1. Chemical compositions of specimens.

Specimen name	C	Si	Ni	Mn	P	S	Fe	Austenitizing	
	mass%	mass%	mass%	mass%	mass%	mass%		Temperature °C	Time min.
10 Ni steel	0.10	<0.01	10.5	<0.01	0.006	0.001	Bal.	1000	20
3Mn steel	0.10	<0.01	-	3.0	<0.003	0.001	Bal.	950 1050 1100	10
5Mn steel	0.09	<0.01	-	5.0	<0.002	0.002	Bal.	950 1050 1100	10
8Mn steel	0.07	<0.01	-	8.1	<0.002	0.003	Bal.	950 1050 1100	10

炭素は、鉄鋼において最も重要な元素である。マルテンサイト鋼では、その炭素濃度によって、マルテンサイトの生成温度、マルテンサイトの形態、硬さ、溶解性などが変化する。Fig. 2.3 [34, 35]は炭素濃度とマルテンサイトの生成温度の関係、生成するマルテンサイトの形態を示したものである。マルテンサイト変態温度は、炭素濃度の上昇に伴って低下する。また、生成温度によって、ラスマルテンサイト、バタフライマルテンサイト、レンズマルテンサイト、薄板状マルテンサイトと呼ばれる異なる形態のマルテンサイトが生成する。これらのマルテンサイトのマイクロ組織写真とその特徴を Fig. 2.4 [36]に示す。これらのマルテンサイトはすべて bcc もしくは bct マルテンサイト (α' マルテンサイト) である。bcc, bct マルテンサイトにおいて、炭素は、単位格子の八面体位置に存在し、単位格子の特定軸を伸張させる。したがって α' マルテンサイトの結晶構造は、厳密には bct である。単位格子のひずみは、炭素濃度の上昇とともに大きくなる。本研究で扱う試料の炭素濃度は 0.1 mass% (以下では%と表記) 程度であり、その性質などを議論する際には bcc マルテンサイトとして取り扱うことができることが多い。マルテンサイトが生じる温度は後述するように幅を持つ。そのため、炭素濃度によっては、1つの鉄鋼の中で複数の形態のマルテンサイトが生じることがある。本論文で扱うマルテンサイト鋼のマルテンサイトはすべてラスマルテンサイトである。ラスマルテンサイトは、炭素濃度の上昇に伴い、微細化する。第1章で述べたように、ラスマルテンサイトは旧オーステナイト粒、パケット、ブロック、サブブロック、ラスからなる階層構造を持つ。Fig. 2.5 [37]は炭素濃度によるラスマルテンサイトの変化を示した模式図である。炭素濃度の上昇に伴って、ブロックが微細化し、パケットやブロックの形態が不明瞭になる。低炭素ラスマルテンサイトでは、比較的、ブロックが大きく、各階層構造が容易に判別できる。Fig. 2.6 [36, 38]は炭素濃度と硬さの関係を示している。炭素濃度の上昇

に伴って、硬さは上昇する。しかし、Fig. 2.7 [36, 39]の炭素濃度とマルテンサイト変態開始温度 M_s 、マルテンサイト変態終了温度 M_f の関係が示すように炭素濃度 0.6%程度を超えると、マルテンサイト変態終了温度 M_f 点が室温以下となるため、通常の水焼入れでは、残留オーステナイトを生じ、硬さが上昇しにくくなる。サブゼロ処理は液体窒素を使用して冷却することで、 M_f 点以下に冷却し、オーステナイトが残留しないようにする処理である。Fig. 2.8 [40]に示すように低炭素鋼においてもラス間に非常に薄いフィルム状のオーステナイトが残留していることが知られている[41]。溶接性は炭素濃度の上昇に伴って低下する。自動車用高張力鋼板は、車体形状の組み立て時に溶接が使用されるため、炭素濃度を抑えることが求められている。

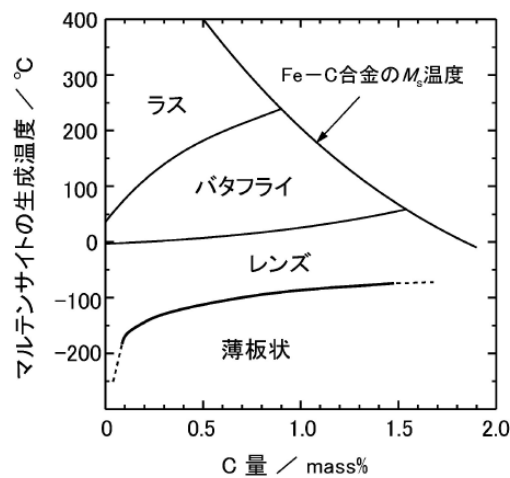


Fig. 2.3. Relationship between carbon concentration and martensite generating temperature, and type of martensite [34, 35].

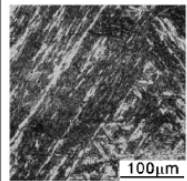
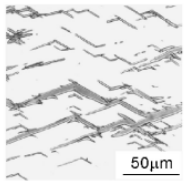
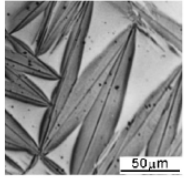
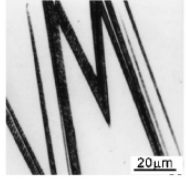
	ラスM	バタフライM	レンズM	薄板状M
				
	(Fe-9%Ni-0.15%C)	(Fe-20%Ni-0.73%C)	(Fe-29%Ni-0.26%C)	(Fe-31%Ni-0.23%C)
下部組織	転位	転位 (112) _{α'} 双晶	転位 (112) _{α'} 双晶 (ミドリ) プ	(112) _{α'} 双晶
晶癖面	{111} _γ {557} _γ	{225} _γ	{259} _γ {3 10 15} _γ	{3 10 15} _γ
M _s 点	高温	←—————→		低温

Fig. 2.4. Optical microscopic images of bcc martensite [36].

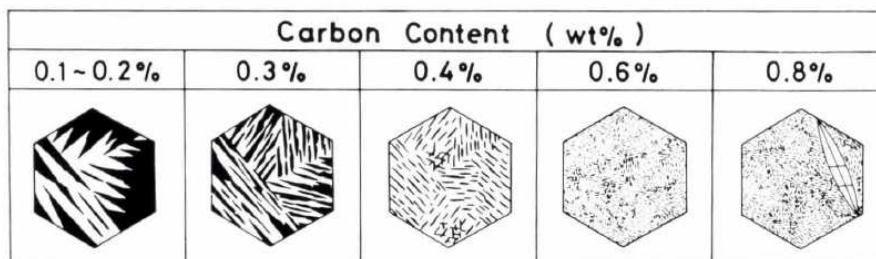


Fig. 2.5. Schematic illustration of the change in lath martensite with carbon concentration [37].

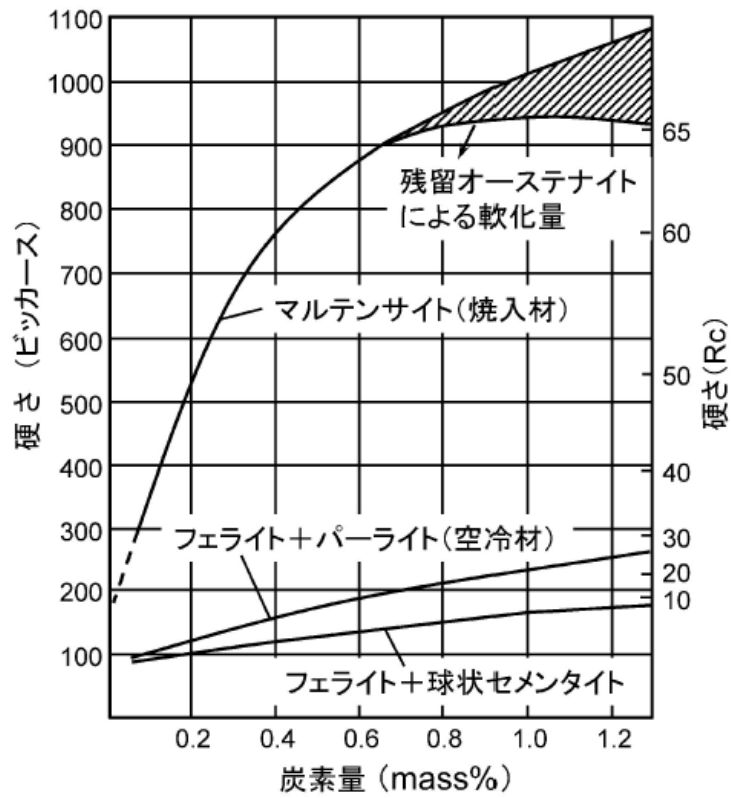


Fig. 2.6. Relationship between carbon concentration and hardness [36, 38].

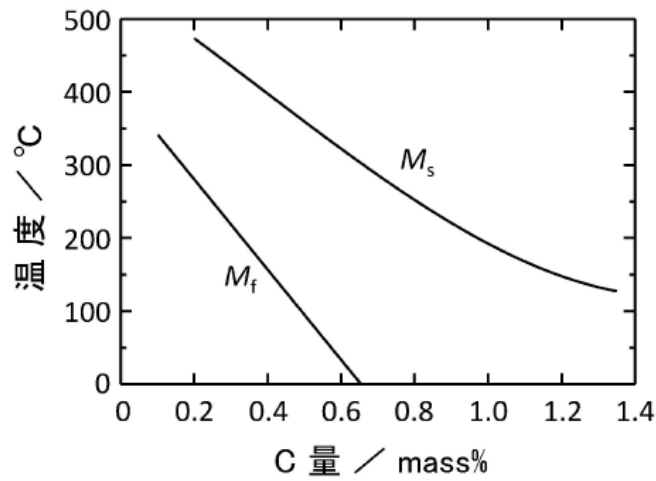


Fig. 2.7. Relationship between carbon concentration and starting and finishing temperatures of martensitic transformation [36, 39].

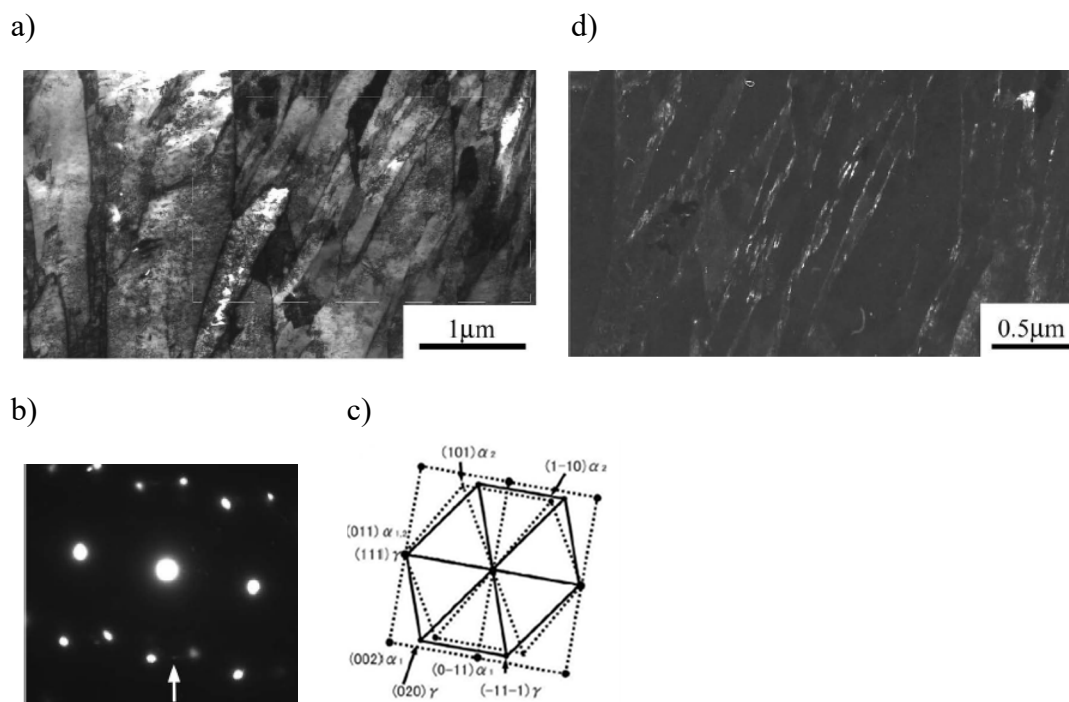


Fig. 2.8. TEM image of as-quenched lath martensite: a) bright field image, b) corresponding electron diffraction pattern, c) index of b) and d) corresponding dark field image taken from the $\bar{1} \ \bar{1} \ \bar{1}$ austenite diffraction spot in the dashed white rectangle.

ニッケルは、 A_3 点を低下させるオーステナイト生成元素であり、焼入れ性をよくする。Fig. 2.9 [36, 42]はニッケル濃度と M_s 点の関係、生成するマルテンサイトの形態を示したものである。また、炭化物を生成しにくい。合金元素として優れた特性を持つ反面、価格が高いため、工業的にはニッケル使用量の低減が求められている。一方で、Fig. 2.4 に示すように、炭素とニッケル添加によって、様々な形態の α' マルテンサイトを生成することから、研究用途によく用いられている。また、ニッケルは摩擦応力を変化させるという報告と変化させないという報告がある。

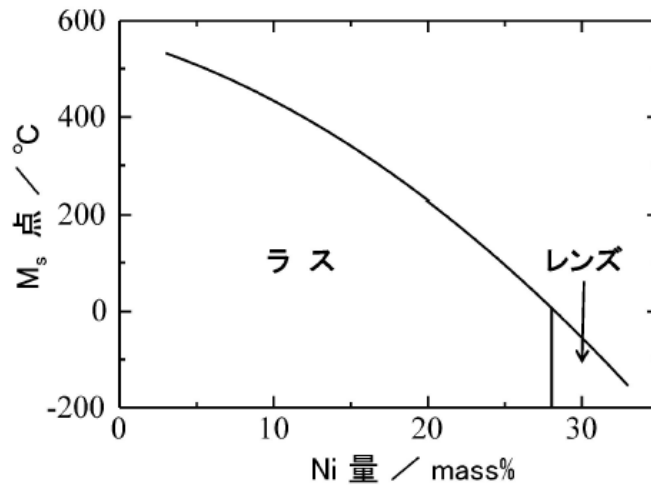


Fig. 2.9. Relationship between nickel concentration and starting temperature of martensitic transformation, and type of martensite [36, 42].

マンガンもニッケルと同様にオーステナイト生成元素であり、焼入れ性をよくし、炭化物を生成しにくい。Fig. 2.10 [36, 43]はマンガン濃度と M_s 点の関係、生成するマルテンサイトの形態を示したものである。マンガンは硫黄と化合して、 MnS を生成し、靱性を低下させる。マンガ人には旧オーステナイト粒の微細化効果があることが知られている。その効果は、マンガン濃度 1.5%程度で飽和すると報告されている。マンガンはオーステナイトの積層欠陥エネルギーを低下させる。Fig. 2.11 [44]にマンガン濃度と焼入れした際に生じるマイクロ組織、相の関係、Fig. 2.12 [44]に高マンガン鋼で見られるマルテンサイトの顕微鏡写真を示す。マンガン濃度 10%程度までは bcc マルテンサイトが生成する。それ以上のマンガン濃度では、hcp マルテンサイト (ϵ マルテンサイト) が生成するとともに、オーステナイトが残留するようになる。マンガン濃度 12%で、室温における ϵ マルテンサイトの分率は最大の 50%となる。 ϵ マルテンサイトは駆動力を与えることで α' マルテンサイトに変態する。マンガンは置換型合金元素としては最も安価な元素の 1 つであり、工業的に広く利用されている。また、ラスマ

ルテンサイト鋼に添加すると強度と延性をともに上昇させることから、次世代自動車用薄鋼板の添加元素として有力視されている[45].

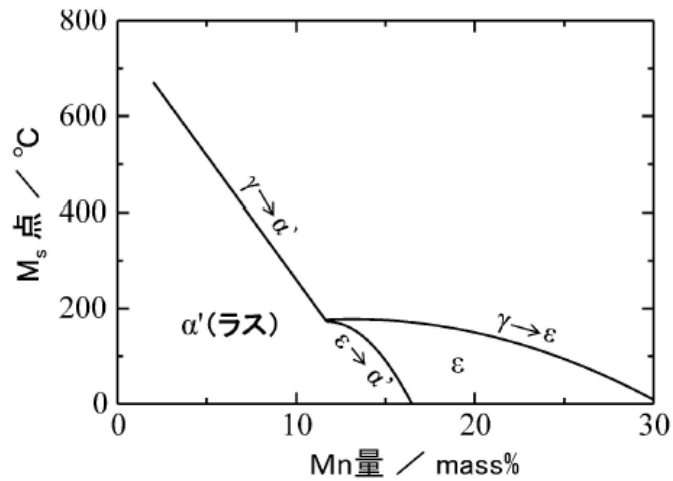


Fig. 2.10. Relationship between manganese concentration and starting temperature of martensitic transformation, and type of martensite [36, 43].

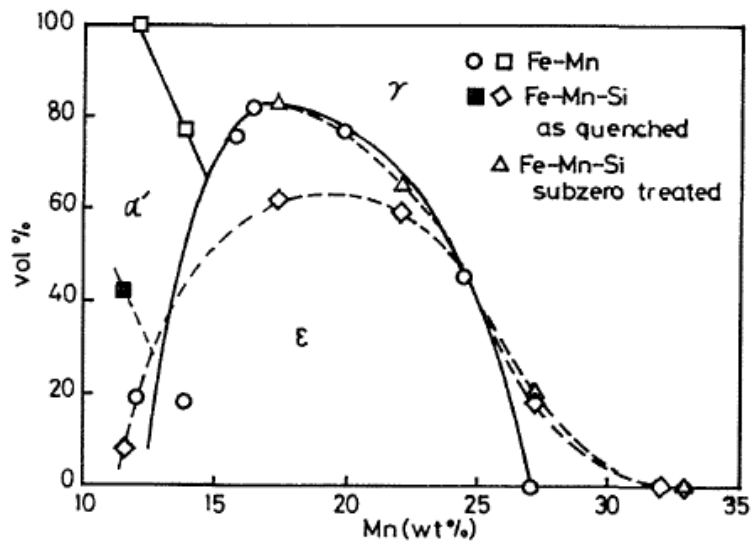


Fig. 2.11. Relationship between manganese concentration and microstructure, and phase after quenching [44].

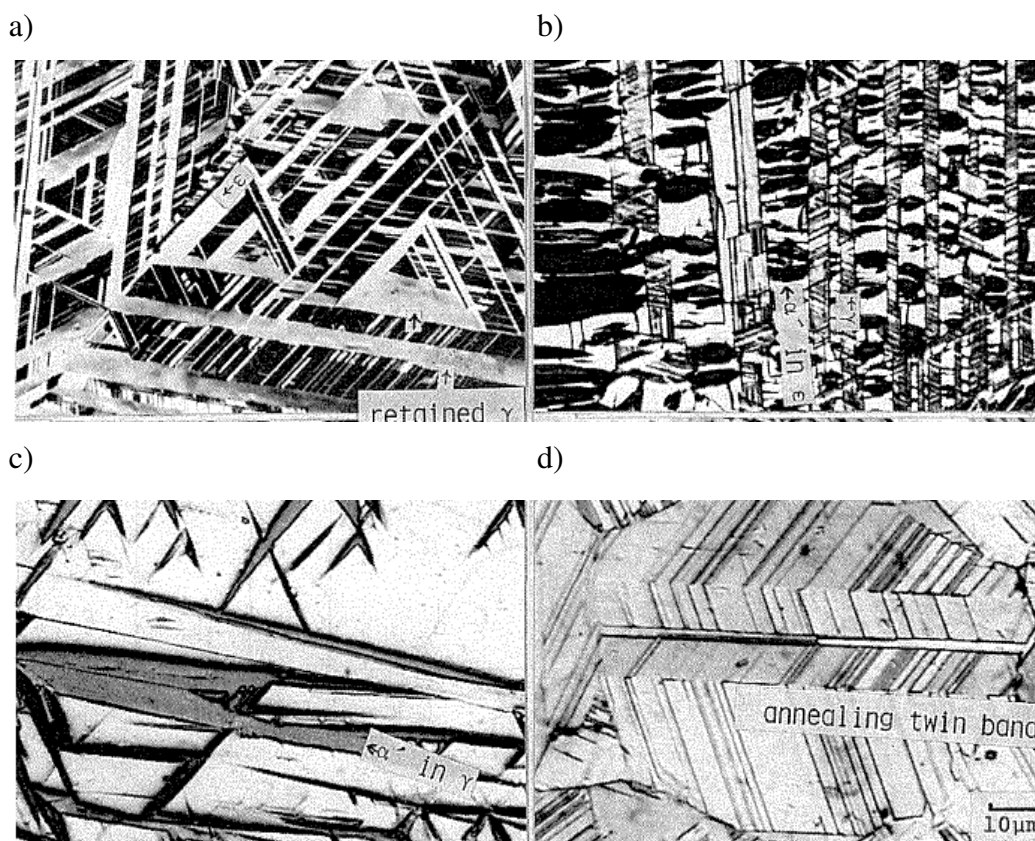


Fig. 2.12. Optical microscopic images of high manganese steels martensite: a) as-quenched Fe-16Mn, b) stress induced bcc martensite within hcp martensite in as-quenched Fe-16Mn, c) stress induced bcc martensite within austenite in as-quenched Fe-16Mn and d) as-quenched Fe-17Mn-6Si. The stress induced bcc martensite in b) and c) was generated during grinding [44].

合金元素濃度から M_s 点を求める式がいくつか提案されている[46-53]. (2.1) 式は Andrews ら[52]によって提案されたものである. M_s 点と M_f 点の差は Fig. 2.7 に示すようにおよそ 200 °C である.

$$M_s \text{ } ^\circ\text{C} = 539 - 423\%C - 30.4\%Mn - 17.7\%Ni - 12.1\%Cr - 7.5\%Mo \quad (2.1)$$

(2.1) 式及び Fig. 2.7 による見積もりでは, 本論文で扱うすべての試料は水焼入れによりフルマルテンサイトとなる. 本研究では, 焼戻しをせずに, 焼入れま

まの試料を使用した。ただし、 M_s 点、 M_f 点が比較的、高温であるため、冷却中に自己焼戻しが生じていると考えられる。

2.2 ミクロ組織観察

ミクロ組織観察は、試料の圧延面に垂直な方向を法線とする面（ND面）もしくは圧延直角方向を法線とする面（TD面）について行った。走査型電子顕微鏡（SEM）により観察する試料の観察面は耐水研磨紙、アルミナ砥粒、コロイダルシリカ粒子の順で研削及び研磨した。使用したSEMは、Zeiss製Ultra55、FEI製Sciosである。また、電子線後方散乱回折（EBSD）法装置として、Ultra55付属のAMETEK製DVC5型検出器、Scios付属のOxford Instruments製Symmetry S3をそれぞれ用いた。それぞれの装置から出力されたEBSDデータを各種ソフトウェアで解析できるように変換した。解析にはAMETEK製OIM Analysis、Oxford Instruments製AZtec Crystal、MathWorks製MATLAB Toolbox MTEXを用いた。X線回折（XRD）により相分率を評価する試料もSEM試料と同様に処理した。使用したXRD装置はリガク製SmartLabである。管球はCo管球を用いた。解析にはSmartLab付属のSmartLab Studio IIを用いた。透過型電子顕微鏡（TEM）により観察する試料は集束イオンビーム（FIB）による方法と電解研磨による方法で作製した。FIBによる方法では、SEM観察用試料のTD面からFIBによりTEM試料を取り出した。使用したSEMはFEI製Versa 3Dである。電解研磨による方法では、耐水研磨紙で研削して、0.1 mm以下の箔とした後、Struers製電解研磨装置TenuPol-5を用いて酢酸-エタノール混合液により電解研磨して、TEM試料とした。使用したTEMは日本電子製JEM-ARM200Fである。また、JEM-ARM200F付属のNanoMegas製走査歳差運動照射電子回折（SPED）法結晶方位測定装置ASTARを用いた。SPED法データはAMETEK製OIM Analysisで解析した。す

すべての SEM, XRD, TEM 試料について, 光学顕微鏡 Zeiss 製 Axio Imager A2m で予備観察を行った.

2.3 力学試験

マクロな力学特性取得のための引張試験 (以下, マクロ DIC 引張試験) とミクロ組織レベルの不均一変形を調査するための EBSD 法とデジタル画像相関 (DIC) 法を組み合わせた引張試験を行った. EBSD 法と DIC 法を組み合わせた引張試験は SEM 内で引張りを行う in-situ 引張試験 (以下, ミクロ in-situ DIC 引張試験) と ex-situ 引張試験 (以下, ミクロ ex-situ DIC 引張試験) の 2 つの方法を用いた. DIC 法解析には Correlated Solutions 製 VIC-2D を用いた. また, バウシinger 効果を確認する目的で, 単純せん断試験装置を用いた正方向及び反転負荷方向 2 方向の単純せん断試験を行った. 各引張試験の詳細については, 各章の実験方法で述べる.

第3章 ミクロ組織を考慮した加工硬化モデル

3.1 緒言

焼入れままラスマルテンサイト鋼の応力-ひずみ線図は低い弾性限と大きな加工硬化が特徴である。炭素濃度と共に加工硬化能も大きくなるものの、延性は比較的小さいことが知られている。低い弾性限の発現に関してはいくつかのモデルが提唱されており、一般化された Masing の方法[54, 55]を基礎として、ラスマルテンサイト組織を多くの要素から構成される複合材料と考えると、要素毎に順次降伏すると仮定している点は非常に類似している。このようなモデルは CCA と呼ばれ、代表的な取り組みの一つでは、要素毎に異なった降伏強度を仮定し、降伏強度の分布関数に従って、降伏強度が低い要素から順番に降伏させることで、ラスマルテンサイト特有の応力-ひずみ線図を再現している[33, 56, 57]。また他のモデルでは、せん断型変態で生成するラスの生成タイミングが場所毎に異なることで生じるせん断内部応力がランダムに分布していると仮定し、その大きさと分布を調整することで要素毎の降伏のタイミングを変化させて応力-ひずみ線図を再現している[58, 59]。どちらのモデルでも焼入れままラスマルテンサイト鋼のマクロな応力-ひずみ線図を精度良く表現することができる。しかしながら、実際に観察されるミクロ組織因子と加工硬化挙動の関係は明確にされていない。Sakaguchi ら[32]は上述のモデルの一つである、Allain ら[33]により提唱された CCA モデルの改良を提案した。等仕事量の仮定を導入することによって要素間のひずみ分配を要素毎の強度に依存する形に変更し、更に Allain ら[33]が応力-ひずみ線図に対して行った弾性-完全塑性の仮定を外して降伏した要素の加工硬化を導入した。この改良 CCA モデルはマクロな応力-ひずみ線図を再現できるだけでなく、マクロな応力-ひずみ線図に影響を及ぼす転位の平均移動距離、すなわち、ミクロ組織単位の大きさについても検討することを可能にした点

が重要な意味を持つ。マクロな応力-ひずみ線図に影響を与えるマイクロ組織単位としては、旧オーステナイト粒[60]、ブロック[26, 61]、ラス[56]などがその候補として報告されている。しかしながら、それらがマクロな応力-ひずみ線図に影響を与えるマイクロ組織単位であることを示す実験的な証拠が十分に提示されているとは言えない。一方、上記の改良 CCA モデルで検討した結果では、塑性変形時の転位の平均移動距離に対応すると考えられるマイクロなひずみ不均一性の平均的な周期がラス幅と同じオーダーであり、鋼の炭素濃度の増加と共に減少すると予想されている[32]。Sakaguchi ら[32]は実際にマイクロ組織レベルの DIC 法を用いて単軸引張変形時のマイクロなひずみ分布解析を行った。ひずみの集中が変態前オーステナイト粒界やパケット等の境界と共に、いくつかのラス境界でも観察されることから、定性的には上述の改良 CCA モデルの解析結果をサポートすると考察している。しかしながら、局所的なひずみの不均一性を通じてマイクロ組織とマクロな応力-ひずみ線図の関係を議論するためには、ひずみ集中の場所のみではなくひずみ分布やその発展の評価も重要であると考えられる。

また、ラスマルテンサイト鋼は大きなバウシンガー効果を示すことが知られている。バウシンガー効果は、すでに順方向の塑性変形を受けている材料が、さらに順方向に変形を受けた場合に比べて、逆方向に変形を受けた時に小さな応力で降伏する現象である。バウシンガー効果は、成形品の各部位が複雑な変形経路を通る冷間プレス成形の場合だけではなく、プレス成形された部品が異なる変形経路で大きな変形を受ける衝突時の変形解析においても重要である。Allain ら[33]によって議論されているように、上記の CCA モデルや改良 CCA モデルでは、高い加工硬化が軟質な要素の降伏と硬質な要素の弾性変形によって表現されている。したがって、順方向の変形後に逆方向の変形を受けた際に生じるバウシンガー効果を表現することが可能である。

本章では、単純な比例負荷変形である単軸引張及び単純せん断変形を用いた正方向及び反転負荷経路で得られる応力-ひずみ線図が改良 CCA モデルで再現できることを確認し、塑性変形で発現する局所的なひずみの分布とその変化を議論する。同時に改良 CCA モデルの更なる改良の可能性についても述べる。

3.2 実験方法

試料として 10Ni-1000Q 鋼, 3Mn-1100Q 鋼, 5Mn-1100Q 鋼を用いた。機械加工により 10Ni-1000Q 鋼については Fig. 2.1 に示した引張試験片, 3Mn-1100Q 鋼, 5Mn-1100Q 鋼については Fig. 2.2 に示した引張試験片をそれぞれ作製した。

SEM (Zeiss 製 Ultra55) 付属の EBSD 法結晶方位測定装置 (AMETEK 製 DVC5 型検出器) による結晶方位測定を行った。測定条件は、加速電圧 15.0 kV, 作動距離 15.0 mm, step サイズ 0.2 μm , hexagonal grid である。また, XRD 装置による相分率の測定を行った。

力学特性取得のため, インストロン型引張試験機 (島津製作所製 AG-10TA) によるマクロ DIC 引張試験を行った。荷重は引張試験機付属の荷重計で計測した。ひずみは引張試験片両面にランダムパターンとして塗布したスプレー塗料の移動をデジタルカメラ (AnMo Electronics 製 Dino-LitePremier500M) で取得し, DIC 法解析ソフトウェア (Correlated Solutions 製 VIC-2D) で求めた。解析条件は, 画像解像度 2592 px \times 1944 px, subset サイズ 29 px, step サイズ 7 px とした。1 px は 5.7 μm に相当する。

10Ni-1000Q 鋼について, SEM (Zeiss 製 Ultra55) を用いて, ミクロ in-situ DIC 引張試験を行い, 引張変形過程における引張試験片表面の銀ナノ粒子 (平均粒径 50 nm) の 2 次電子像を撮影した。観察条件は, 加速電圧 10.0 kV, 作動距離 7.9 - 8.0 mm である。引張前の無ひずみ時に, 2 次電子像と同視野で EBSD 法結晶方

位測定装置（AMETEK 製 DVC5 型検出器）による結晶方位測定を行った。測定条件は、加速電圧 15.0 kV, 作動距離 15.0 mm, step サイズ 0.2 μm , hexagonal grid である。引張りには SEM 内引張試験機（TSL 製 EBSD 用試料引張ステージ）を用いた。2 次電子像の撮影時には塑性緩和分を除いて弾性変形を維持できるように SEM 内引張試験機に電圧を印加し、引張試験片両端を固定した。

引張試験片表面に塗布した銀ナノ粒子をランダムパターンとして DIC 解析ソフトウェア（Correlated Solutions 製 VIC-2D）を用いてマイクロ組織レベルのひずみを算出した。解析条件は、画像解像度 3072 px \times 2304 px, subset サイズ 101 px, step サイズ 21 px とした。1 px は 78 nm に相当する。ラスマルテンサイトの寸法について、一般に、ラス幅 100 nm, ブロック幅 1 - 8 μm と報告されており、解析条件はブロック内のひずみを解析するのに十分な分解能がある。

バウシinger 効果を確認する目的で、単純せん断試験装置を用いた正方向及び反転負荷方向 2 方向の単純せん断試験を行った。本手法は 2 方向のせん断変形時にマクロなひずみの不均一性が無く、試験片の座屈を回避することができる。Fig. 3.1 に示すような幅 23 mm, 長さ 38 mm の試験片を一方向にせん断変形し、その後、逆方向にせん断変形して各々の変形時の応力-ひずみ関係を取得した。

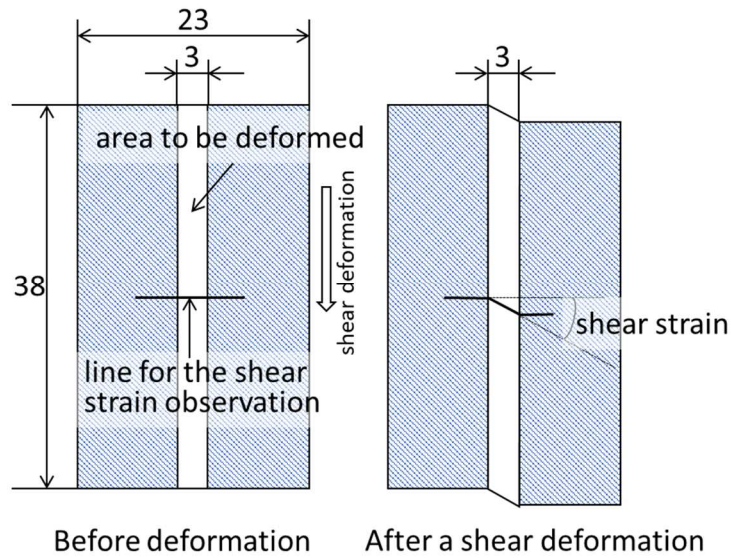


Fig. 3.1. Specimen for planar simple shear test.

3.3 改良 CCA モデル

Sakaguchi ら[32]は Allain ら[33]が最初に提案した降伏応力の累積分布関数の形を用いて改良 CCA モデルを提案した。降伏応力の分布関数 $f\{\sigma\}$ とその累積関数 $F\{\sigma\}$ は以下の式で示される。

$$f\{\sigma\} = \int_{-\infty}^{\sigma} f\{x\} dx \quad (3.1)$$

$$F\{\sigma\} = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\sigma - \sigma_{min}}{\sigma_0}\right)^n\right] \quad (3.2)$$

ここで、 σ_{min} は全ての要素が弾性変形をする限界応力であり、 σ_{min} 以下では $f\{\sigma\} = 0$ 、 $F\{\sigma\} = 0$ である。 σ_0 と n は定数であり、実験で得られた応力-ひずみ線図へのフィッティングから求められる。改良 CCA モデルで採用されている等仕事量の仮定の説明の前に、混乱を避けるために以下のようにひずみの種類を定義する。対象としているラスマルテンサイトを多数の要素の集まりと考え、その

i 番目の要素が m 番目の加工ステップで担うひずみの大きさを ${}^i\varepsilon_X^m$ と定義し、このひずみが弾性ひずみと塑性ひずみの和である全ひずみの場合には $X = t$ 、弾性ひずみの場合には $X = e$ 、塑性ひずみの場合には $X = p$ と定義する。等仕事量の仮定では、 i 及び j 番目の要素が m 番目の加工ステップで担うひずみ増分、すなわち、 $\Delta {}^i\varepsilon_t^m$ と $\Delta {}^j\varepsilon_t^m$ 及び、これら2つの要素の $m-1$ 番目の加工ステップ後の応力である ${}^i\sigma^{m-1}$ と ${}^j\sigma^{m-1}$ を用いて次式のように表現でき、全ての要素の組み合わせについてこの式が成立すると考える。

$$\Delta {}^i\varepsilon_t^m \cdot {}^i\sigma^{m-1} = \Delta {}^j\varepsilon_t^m \cdot {}^j\sigma^{m-1} \quad (3.3)$$

m 番目の加工ステップ後のマクロな応力 σ_t^m とマクロなひずみ ε_t^m は次式で与えられる。

$$\sigma_t^m = \sum_{(i)} f\{ {}^i\sigma_L \} \cdot {}^i\sigma^m \quad (3.4)$$

$$\varepsilon_t^m = \varepsilon_t^{m-1} + \Delta\varepsilon_t^m \quad (3.5)$$

ここで ${}^i\sigma_L$ は i 番目の要素の降伏強度を示す。また、 m 番目の加工ステップでのマクロなひずみの増分 $\Delta\varepsilon_t^m$ は、以下のように表現できる。

$$\Delta\varepsilon_t^m = \sum_{(i)} f\{ {}^i\sigma_L \} \cdot \Delta {}^i\varepsilon_t^m = \sum_{(i)} f\{ {}^i\sigma_L \} \cdot \Delta {}^j\varepsilon_t^m \cdot \frac{{}^j\sigma^{m-1}}{{}^i\sigma^{m-1}} \quad (3.6)$$

したがって、 j 番目の要素が m 番目の加工ステップで担うひずみの増分 $\Delta \epsilon_t^j$ を m 番目の加工ステップでのマクロなひずみの増分 $\Delta \epsilon_t^m$ の関数として次式のように表すことが可能となる。

$$\Delta \epsilon_t^j = \frac{\Delta \epsilon_t^m}{\sum_{(i)} f\{\epsilon_L^i\} \cdot \frac{\sigma^{j-1}}{\sigma^{m-1}}} \quad (3.7)$$

各加工ステップでのマクロな全ひずみの増分 $\Delta \epsilon_t^m$ を与えれば、直前の $m-1$ ステップ後のすべての要素の応力と降伏強度の分布関数及び、 $m-1$ ステップで j 番目の要素が担っているひずみ $\epsilon_t^{j,m-1}$ を用いて、 j 番目の要素が m 番目の加工ステップ後に担っているひずみ ϵ_t^j を計算できる。

$$\epsilon_t^j = \epsilon_t^{j,m-1} + \Delta \epsilon_t^j \quad (3.8)$$

Sakaguchi ら[32]は降伏後の要素 i がステップ m で獲得する応力上昇、すなわち、加工硬化量をフェライトの転位林硬化モデルを用いて、以下のように表現した[62-64]。

$$\frac{\Delta \sigma^i}{\Delta \epsilon_p^i} = \frac{1}{2} \beta M K \cdot \frac{\exp(-\beta M \epsilon_{p-sh}^i)}{\sqrt{1 - \exp(-\beta M \epsilon_{p-sh}^i)}} \quad (3.9)$$

ここで、 $K = \alpha M \mu \sqrt{\frac{b}{\beta \Lambda}}$ であり、式中の M はテイラー因子、 b はバーガースベクトルの大きさ、 μ はフェライトのせん断弾性率、 α は定数で0.5、 Λ は転位の平均移動距離、 β は転位の合体消滅の頻度を表すパラメータである。Fig. 3.2 に加工硬化挙

動の概念図を示す. 降伏強度が ${}^i\sigma_L$ である i 番目の要素の加工硬化曲線は, Fig. 3.2 に示すように加工硬化曲線が弾性変形の直線と ${}^i\sigma_L$ で交わるまで左方向にずらしたものになるため, (3.9) 式で計算する加工硬化量に用いる塑性ひずみの大きさ ${}^i\varepsilon_{p-sh}^m$ は下式で求められる.

$${}^i\varepsilon_{p-sh}^m = {}^i\varepsilon_t^m + {}^i\varepsilon_L - \frac{{}^i\sigma_L}{Y} = {}^i\varepsilon_t^m - \frac{1}{\beta M} \ln \left\{ 1 - \left(\frac{{}^i\sigma_L}{K} \right)^2 \right\} - \frac{{}^i\sigma_L}{Y} \quad (3.10)$$

ここで, Y はヤング率, ${}^i\varepsilon_L$ は Fig. 3.2 に示すように, 降伏強度 ${}^i\sigma_L$ に対応するひずみである. (3.2) 式中のパラメータはモデル計算結果を実験で得られた応力-ひずみ線図にフィッティングすることで求められる. この時, 炭素以外の添加元素の影響を除外するために, (3.11) 式[65]で求められる摩擦応力を差し引くことで, 実験で得られる応力-ひずみ線図を補正し, モデル計算結果と比較した.

$$\sigma_{friction} = 60 + 33 \cdot Mn\% + 81 \cdot Si\% + 48 \cdot Cr\% + 48 \cdot Mo\% + 0 \cdot Ni\% \quad (3.11)$$

以上により, 様々な焼入れままラスマルテンサイト鋼に対して, 付加的なフィッティングを行うことなく, 全ての要素の応力とひずみの大きさを計算することができ, マクロな応力-ひずみ線図を計算することが可能となる. また, Sakaguchi ら[32]が示すように, 本モデルを用いることによって単純引張の応力-ひずみ線図を精度よく表現することができると同時に, 要素毎に異なる降伏強度と降伏後の加工硬化を考慮することで, この改良 CCA モデルでは要素間のひずみ及び応力の分配を計算することも可能である.

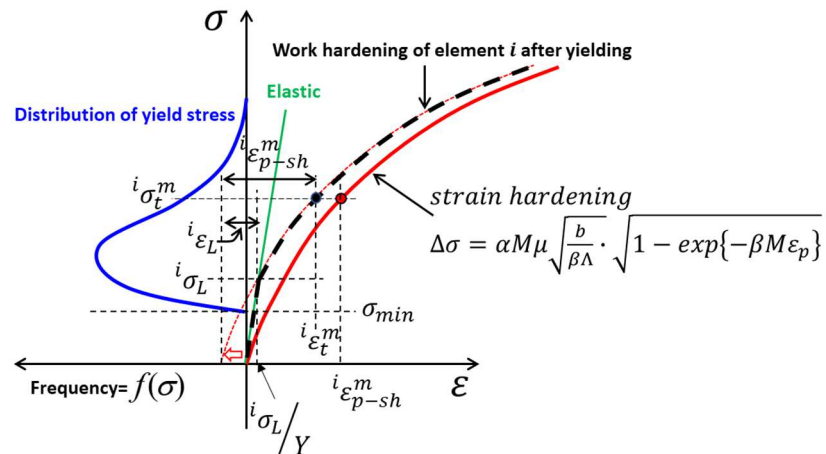


Fig. 3.2. Illustrative diagram for a yield strength spectrum and strain hardening model for yielded elements.

試料がある量の塑性変形をした後は、全要素を2種類に分けることができる。一方は依然として弾性変形範囲内にある要素で、他方はすでに降伏し、加工硬化している要素である。したがって、それぞれの要素は異なる大きさの内部残留応力を持つと考えられることから、Asaro [67]やAllainら[33]が示すように、反転負荷変形時の応力-ひずみ線図も計算することが可能である。

3.4 実験結果

3.4.1 ミクロ組織と機械的性質

Fig. 3.3 に示すように、すべての試料で典型的なラスマルテンサイトが観察された。XRD 測定によって、これらの試料中の残留オーステナイト分率は無視できる程度であることを確認している。変態前の旧オーステナイト粒径は円相当径で 10Ni-1000Q 鋼が 35 μm, 3Mn-1100Q 鋼が 85 μm, 5Mn-1100Q 鋼が 70 μm, であった。

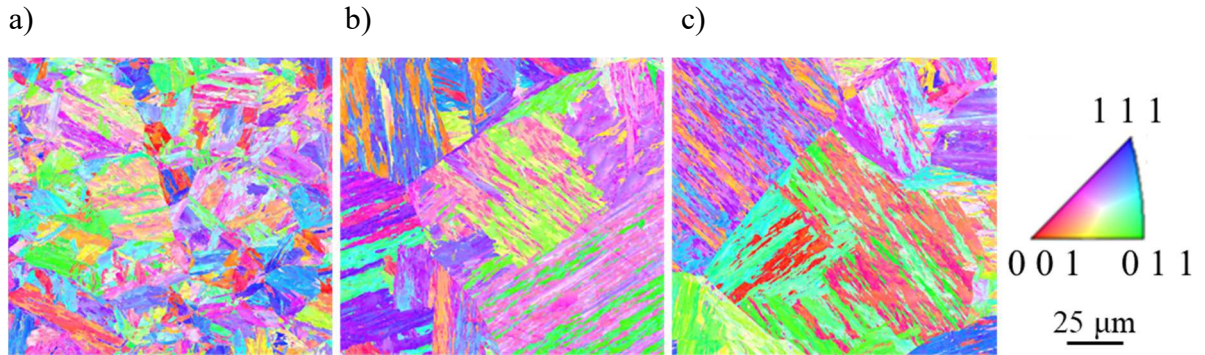


Fig. 3.3. Crystal orientation maps of a) 10Ni-1000Q, b) 3Mn-1100Q and c) 5Mn-1100Q steels.

単軸引張試験で得られたこれら 3 鋼種の真応力-真ひずみ線図を Fig. 3.4 に示す。ニッケル及びマンガンによる固溶強化量は 3 鋼種でそれぞれ異なるはずである。特に 3Mn-1100Q 鋼と 5Mn-1100Q 鋼を比較すると、5Mn-1100Q 鋼の方がマンガンの固溶強化量が大きく、応力-ひずみ線図は上方へシフトするはずである。しかし、実際には 2 つの応力-ひずみ線図の差異は小さい。これは、炭素濃度が若干異なることも固溶強化量に影響しているためだと考えられる。

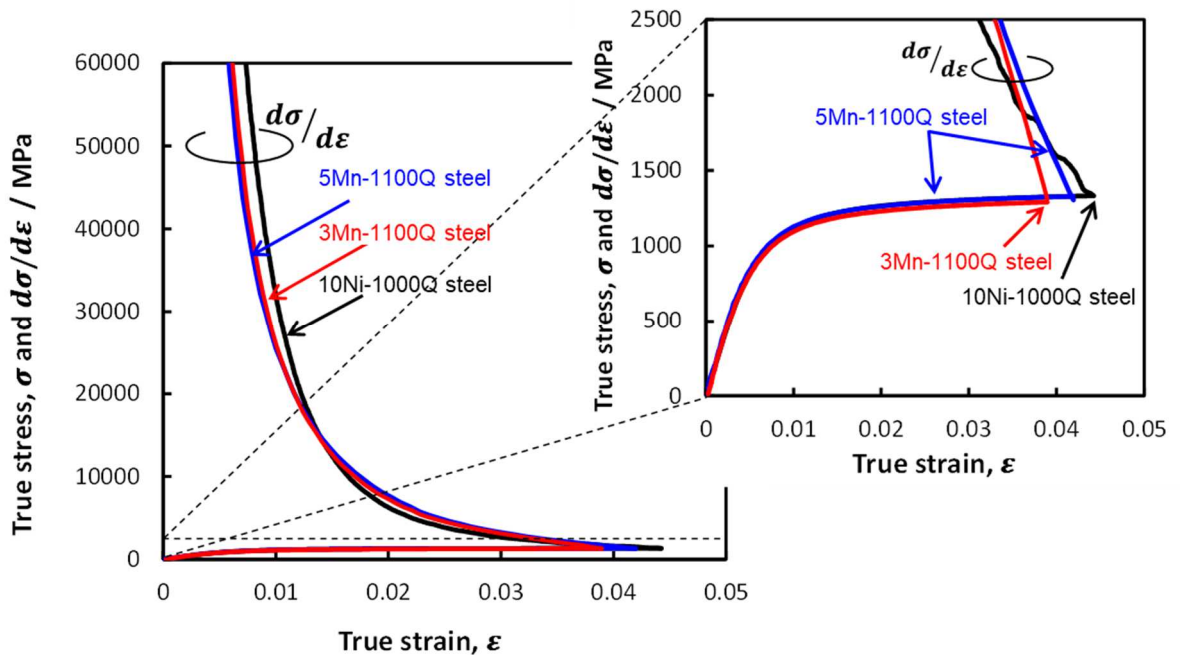


Fig. 3.4. Experimentally obtained true stress–true strain curves.

10Ni-1000Q 鋼に対して行った単純せん断試験結果をせん断応力-せん断ひずみ関係 ($\sigma_s - \varepsilon_s$ 関係) として Fig. 3.5 に示す. 最初のせん断変形時の最大せん断ひずみを 0.02, 0.04, 0.07, 及び 0.10 とした.

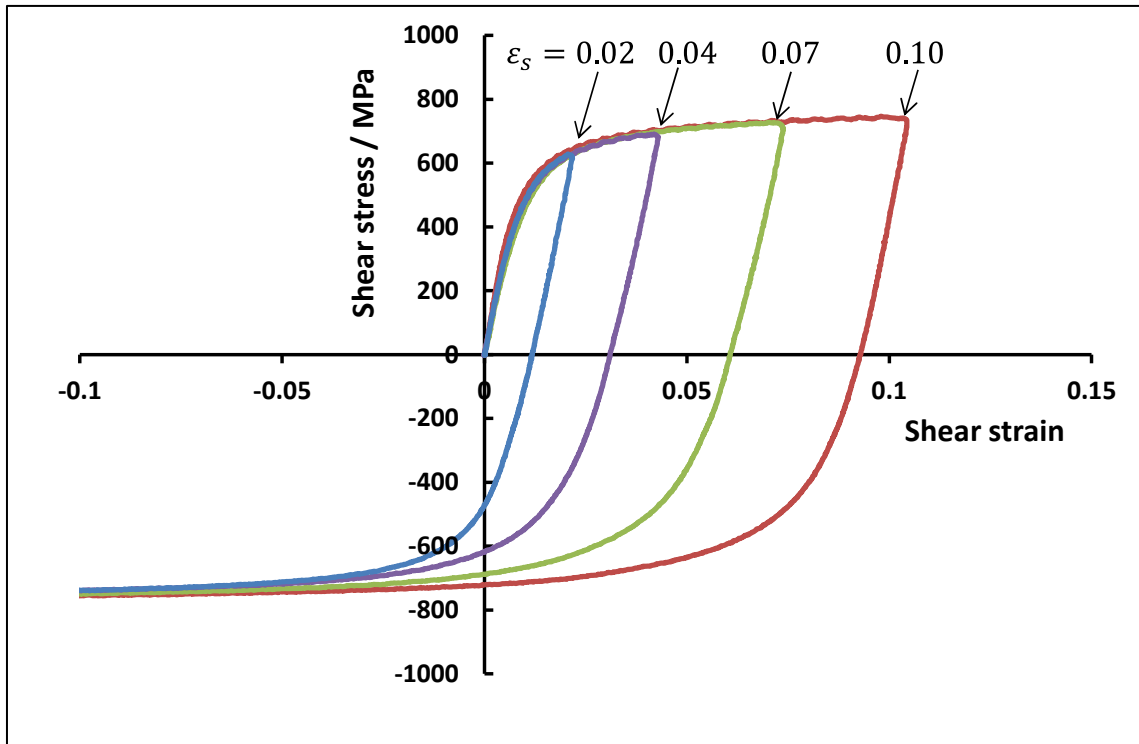


Fig. 3.5. Experimentally observed shear-stress–shear-strain curves with the maximum shear strain of 0.02, 0.04, 0.07 and 0.10 in forward deformation.

3.4.2 局所的なひずみ分布測定

Sakaguchi ら[32]は, DIC によって 0.026 の単純引張変形時に観察される不均一なひずみ分布を報告している (Fig. 3.6 b)). 図中には Vic-2D を用いた DIC のひずみ解析で得られた引張方向の全ひずみ ε_{xx} の分布を示している. この結果から, Sakaguchi ら[32]は旧オーステナイト粒界, ブロック境界, 及びいくつかのラス境界付近にひずみの集中が認められると報告している. また, このひずみ集中は必ずしも上記全ての境界に沿って発達しているわけではないことも報告している. ここで, DIC 解析によって得られたひずみのデータを詳細に解析する. Fig.

3.7 には Fig. 3.6 b) に示した 3 点に着目し、試験片の平均全ひずみの増加と共に各点のひずみがどのように変化するかを示している。各点のひずみは平均ひずみの増加と共に直線的に増加しているが、その傾きは異なり、加工に伴ってひずみの不均一性が增大している様子がわかる。平均ひずみが 0.026 に達した段階で、A 点のひずみは C 点のひずみの約 10 倍にも達している。Sakaguchi ら[32] が報告している 2 視野の DIC 解析結果を元に、平均ひずみが 0.0079, 0.0100, 0.0137, 0.0186 及び 0.0255 におけるひずみ分布を求めた結果を Fig. 3.8 に示す。平均ひずみが増加するとともにひずみ分布幅が大きくなっており、変形に伴うひずみ不均一性の増大を明確に示している。今回の解析は限られた視野におけるひずみ分布解析結果であり、定量的な議論をするためには、より多くの視野を解析する必要がある。しかし、これらのデータからでも定性的な傾向は把握できると考える。

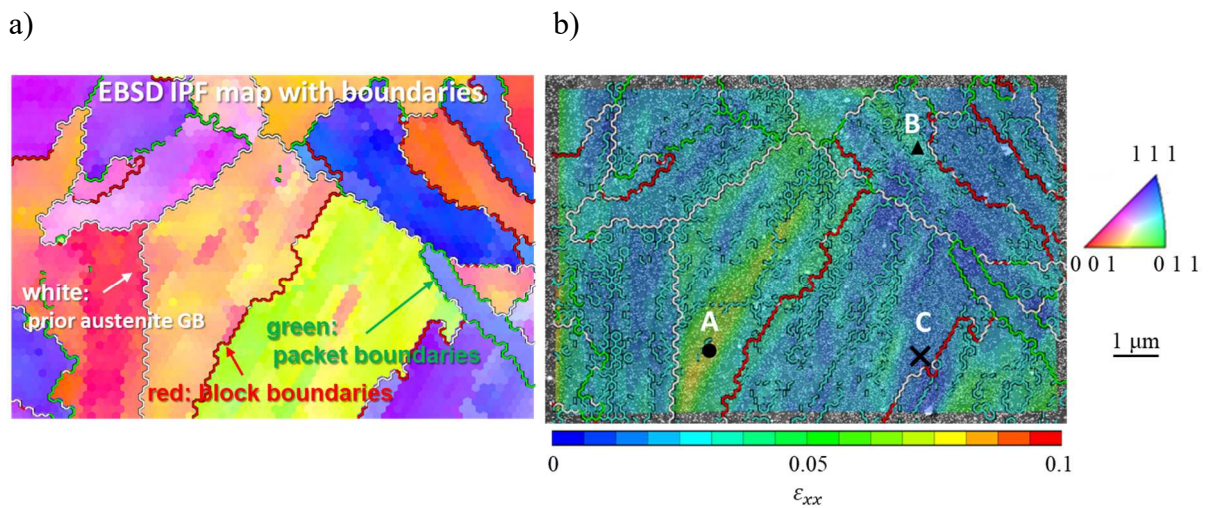


Fig. 3.6. a) EBSD boundary maps before straining and b) strain distribution obtained by the DIC analysis at 0.026 of macroscopic engineering strain.

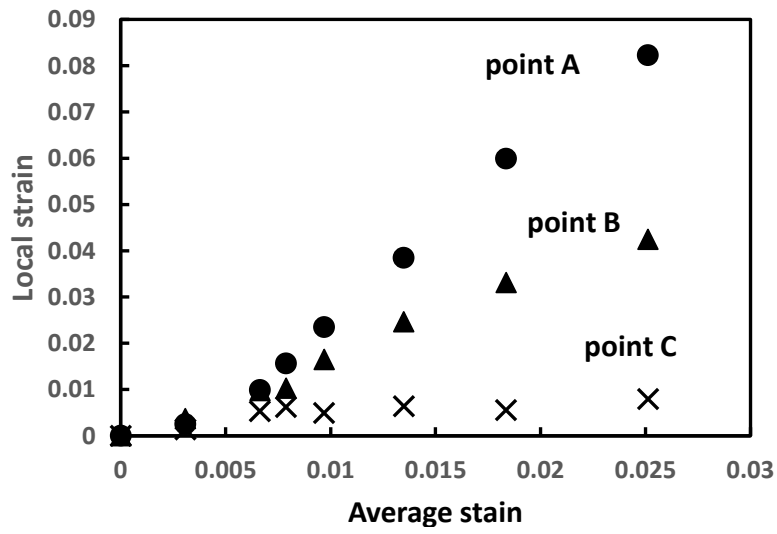


Fig. 3.7. Strains at the points A, B, and C from Fig. 3.6 b) as a function of average strain.

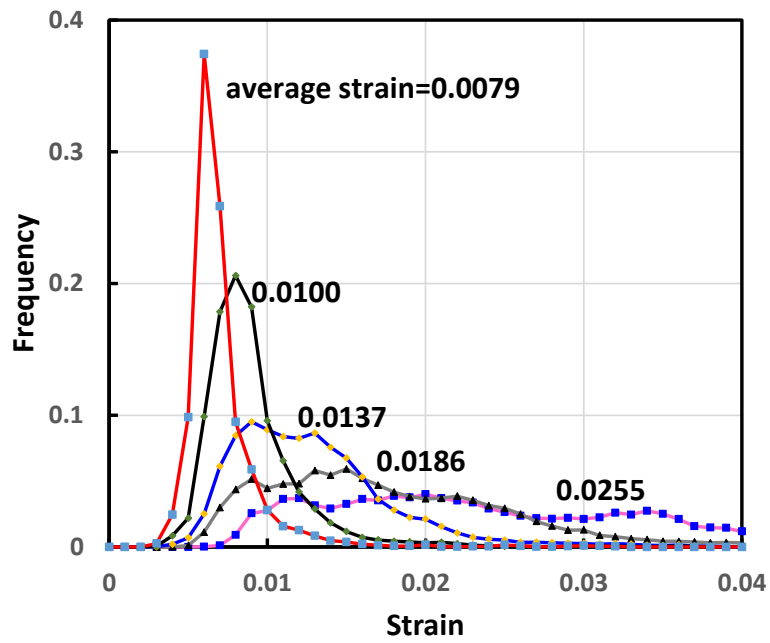


Fig. 3.8. Strain distributions at average strains of 0.0079, 0.0100, 0.0137, 0.0186, and 0.0255.

3.5 考察

3.5.1 改良 CCA モデルの適用可能性の確認

Pickering [67]の結果を元に作成された (3.11) 式では、ニッケル添加は摩擦応力に影響しないとされている。しかしながら竹内[68]は、ニッケル添加が降伏強度に影響を及ぼすことを報告しており、摩擦応力へのニッケル添加の影響を再検討することは重要であると考え。摩擦応力 $\sigma_{friction}$ は次の Hall-Petch の関係で表現され、結晶粒径 d を変化させた試験片の降伏強度 σ_L を $d^{-\frac{1}{2}}$ に対してプロットし、外挿した y 切片の値として得られる。

$$\sigma_L = \sigma_{friction} + kd^{-\frac{1}{2}} \quad (3.12)$$

ニッケル添加鋼に対するこのような解析結果は Akama [69]ら及び Morrison and Leslie [70]によって報告されている。彼らが行った実験結果から得られる摩擦応力をニッケル濃度に対してプロットしたのが Fig. 3.9 である。この関係を直線回帰することで、次式が得られた。

$$\sigma_{friction}\{\text{Ni \%}\} \text{ MPa} = 52.32 + 14.59\text{Ni\%} \quad (3.13)$$

ここで引用した実験データのニッケル濃度の最大値は 3.08 %である。今回は (3.13) 式が 10Ni 鋼のニッケル濃度 10.5 %まで外挿可能であると仮定して解析を行った。(3.11) 式と (3.13) 式を用いて実験で得られた応力-ひずみ線図を補正し、改良 CCA モデルによる計算結果と比較した (Fig. 3.10)。摩擦応力が差し引かれているので、Fig. 3.10 の応力-ひずみ線図は炭素濃度のみに依存すること

から、改良 CCA モデルでの計算は 0.1 %及び 0.09 %C のマルテンサイト鋼に対して行い、実験結果と比較している。この 0.01 %の炭素濃度の差異は実験で得られた応力-ひずみ線図でも確認することができると同時に、改良 CCA モデルで再現できることが確認された。

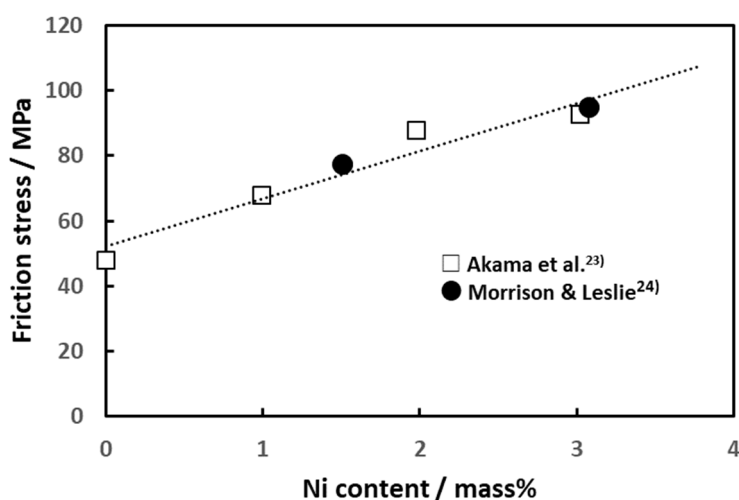


Fig. 3.9. Effect of nickel concentration on the friction stress of steel.

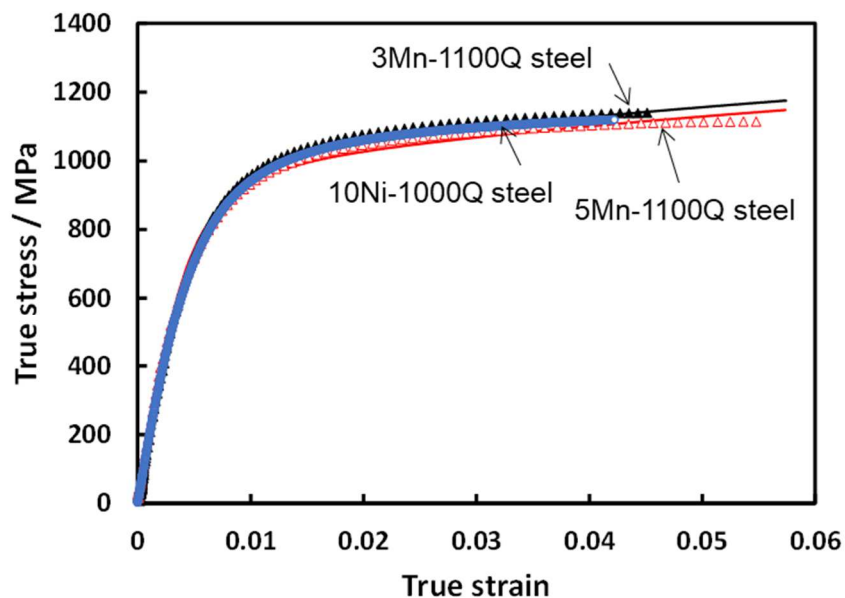


Fig. 3.10. Comparison between experimental and calculated stress–strain curves of the three steels studied. Calculated stress–strain curves of 3Mn-1100Q and 10Ni-1000Q steels are identical.

次に正方向及び反転負荷方向の変形で得られる応力-ひずみ線図を Allain ら [33]の報告に従って計算し，改良 CCA モデルの適用可能性を確認する．そのためには，単純せん断試験で得られるせん断応力とせん断ひずみを単軸引張変形で得られる引張相当応力と引張相当ひずみに変換する必要がある．ここでは白神ら[71]による解析方法を適用して変換した．白神ら[71]は単純せん断試験で得られるせん断応力 σ_S と単軸引張における最大主応力 $\bar{\sigma}$ ，及び単純せん断ひずみ増分 $d\varepsilon_{p-s}$ と単軸引張の最大主応力方向の塑性ひずみ増分 $d\bar{\varepsilon}_p$ の間に以下の関係式を仮定し，比例係数として κ_σ と κ_ε を導入した．

$$\bar{\sigma} = \kappa_\sigma \sigma_S \quad (3.14)$$

$$d\bar{\varepsilon}_p = \kappa_\varepsilon d\varepsilon_{p-s} \quad (3.15)$$

ここで σ_S と $d\varepsilon_{p-s}$ は単純せん断試験によって得られる実験データである．白神ら[71]はこれら 2 つの変形モードでなされる仕事量が同一であるとの仮定をして (3.16) 式を得た．

$$\bar{\sigma} \cdot d\bar{\varepsilon}_p = \sigma_S \cdot d\varepsilon_{p-s} \quad (3.16)$$

(3.14) 式を (3.16) 式に代入すると，

$$d\bar{\varepsilon}_p = \frac{\sigma_S}{\bar{\sigma}} d\varepsilon_{p-s} = \frac{1}{\kappa_\sigma} d\varepsilon_{p-s} \quad (3.17)$$

の関係が得られることから，(3.15) 式と比較することで次式が得られる．

$$\kappa_{\varepsilon} = \frac{1}{\kappa_{\sigma}} \quad (3.17)$$

結果として単純せん断試験と単軸引張試験で得られる応力とひずみの関係は、1つのパラメータを用いて変換できることがわかる。実際に 10Ni-1000Q 鋼で得られる単純せん断及び単軸引張の応力とひずみの関係を変換する係数として $\kappa_{\sigma} = 1.82$ が得られた。

この係数を用いて単純せん断試験で得られたせん断応力-せん断ひずみ線図を単軸引張相当の応力-ひずみ線図に変換し、最大ひずみが 0.0568, 0.0401 及び 0.0116 の場合に対して改良 CCA モデルで計算した応力-ひずみ関係と比較した結果を Fig. 3.11 に示す。Allain ら[33]が示したように、改良 CCA モデルはフィッティングすることなく、実験結果を良く再現していることが確認できた。しかしながら、最大ひずみが増加するにしたがって、実験結果と改良 CCA モデルによる計算結果との乖離が大きくなっているようである。これは、最初のステップの塑性変形量が大きくなるにつれて転位組織が変化し、転位の平均移動距離が変化した影響ではないかと考えている。

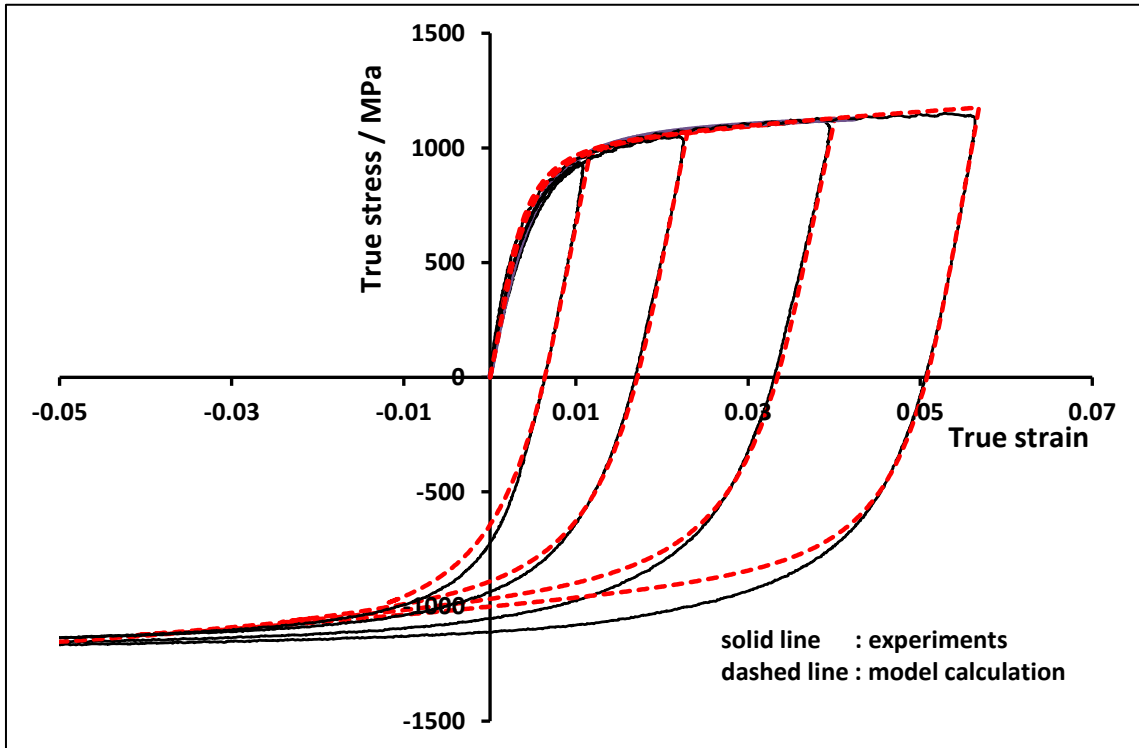


Fig. 3.11. Comparison between experimental and calculated forward and backward stress–strain curves of 10Ni-1000Q steel.

3.5.2 局所的なひずみ分布に及ぼす塑性変形の影響

Fig. 3.8 に示した局所的なひずみ分布に及ぼす塑性変形の影響を改良 CCA モデルを用いて評価する．マクロな全ひずみが ϵ_t^m である引張変形の m 番目のステップ完了後には依然として弾性変形状態である要素と既に降伏した領域が混在する．弾性領域にあるすべての要素は，これら弾性領域の要素が担う応力を σ_e^m とすると，同一の弾性ひずみ $\epsilon_e^m = \frac{\sigma_e^m}{Y}$ を担う．この弾性領域の要素の割合 V_e^m は (3.2) 式を用いて次式で表される．

$$V_e^m\{\sigma_e^m\} = \exp \left[- \left(\frac{\sigma_e^m - \sigma_{min}}{\sigma_0} \right)^n \right] \quad (3.18)$$

一方、それ以外の要素は全て塑性変形領域にあり、各要素の降伏強度に依存して異なるひずみ及び応力を分担している。今、降伏強度が ${}^i\sigma_L$ である i 番目の要素に着目する。この要素が応力 ${}^i\sigma^m$ と全ひずみ ${}^j\varepsilon_t^m$ を分担しているとする、(3.2) 式を用いてこの要素の分率 V_i^m は次式で求めることができる。

$$V_i^m\{ {}^i\sigma^m \} = \frac{n}{\sigma_0} \left(\frac{{}^i\sigma^m - \sigma_{min}}{\sigma_0} \right)^{n-1} \exp \left[- \left(\frac{{}^i\sigma^m - \sigma_{min}}{\sigma_0} \right)^n \right] \quad (3.19)$$

前述のように各要素が分担するひずみ及び応力はマクロな全ひずみ増分を用いて計算することができ、(3.18)、(3.19) 式を用いることで全ての要素がそれぞれ分担する全ひずみ及び応力を各変形のステップ毎に計算することが可能である。したがってマクロな平均全ひずみ ε_t^m でのひずみ分布を計算することができる。

ここで、ひずみ分布がどのように発生し、変化するかを概観する。Fig. 3.12 に各降伏強度を有する要素が平均全ひずみと共にどのようなひずみ量を分担するかを概念的に示した。Fig. 3.12 には降伏強度分布の概念図も同時に示している。平均全ひずみが ε_A で $\frac{\sigma_{min}}{Y}$ よりも小さい場合、全ての要素は弾性領域にあることから、要素毎の降伏強度によらず全ての要素のひずみは一定である。したがって、この場合には均一な弾性ひずみ分布が得られる。平均全ひずみが $\frac{\sigma_{min}}{Y}$ よりも大きなひずみ ε_B となった場合には、Fig. 3.12 に示すようにひずみ分布が発生する。この平均全ひずみでも弾性領域にある要素は全て同一の弾性ひずみを持つ。降伏した要素は、その降伏強度とその後の加工硬化量に応じたひずみ量となる。この時、弾性領域の要素は降伏して加工硬化した要素に比べて硬質なため、その弾性ひずみは平均全ひずみ ε_B よりも小さい。一方、降伏した要素のひずみは、最も軟

質な要素，すなわち，降伏強度が σ_{min} である要素が分担するひずみと上述の弾性領域の要素が示す弾性ひずみの間に分布することになる．更に平均全ひずみが増加した場合には，Fig. 3.12に見られるように弾性領域の要素が減少し，ひずみはより広い範囲に分布するようになる．

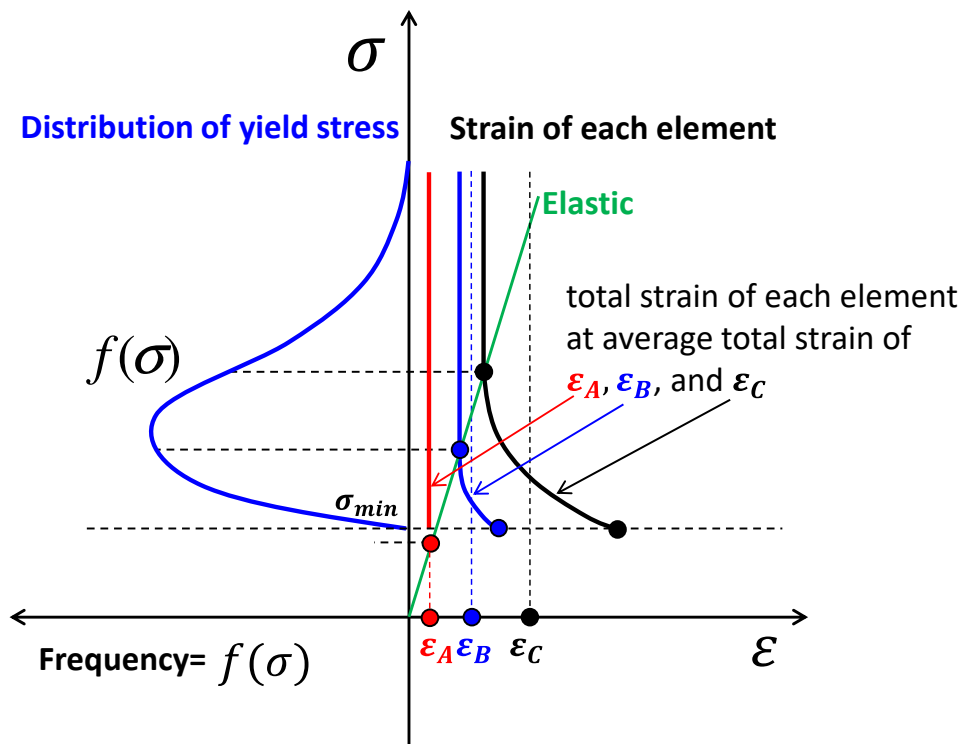


Fig. 3.12. Illustrative diagram for a yield strength spectrum and strains of each element at different average total strains.

このようにして，平均全ひずみが 0.0079, 0.0138, 0.0255 の場合について改良 CCA モデルで計算されたひずみ分布を実験で得られたひずみ分布 (Fig. 3.8) と比較して Fig. 3.13 に示す．平均全ひずみの増大とともに観察されるひずみ分布の発展がこのモデル計算によって良く再現されていることがわかる．また，要素毎のひずみ量の変化を確認するために，降伏強度が 300, 668, 1608 MPa である要素を取り出して，各要素が分担する全ひずみを計算し，Fig. 3.14 に平均全ひずみに対してプロットした．実験結果 (Fig. 3.7) でも観察されたように，要素毎の

局所ひずみは平均全ひずみに対してほぼ直線的に増加していることがわかる。ここで Fig. 3.13 を見ると、モデル計算によってひずみ分布の変化の傾向は良く再現されているものの、2つの明確な差異が確認できる。この差を議論するために、Fig. 3.15 で平均全ひずみが 0.0255 の場合の実験と計算によるひずみ分布を比較している。モデル計算から得られる最小ひずみは弾性領域にある要素が分担するひずみである。しかしながら、Fig. 3.15 中の矢印 A で示すように、この弾性要素が分担する全ひずみ（弾性ひずみ）は実験で得られた最小全ひずみより明らかに大きい。この差異は以下のように解釈できる。変形を担うすべり変形は、可能な全てのすべり面で均一に起こるのではないことから、すべり面が活性化された限られた領域以外ではすべり変形自体が十分に起こらないと予想される。等仕事の仮定では全ての要素がそれぞれの強度にしたがって等分に変形を担うと仮定していることから、このような変形の局在化に十分対応できていないものと考えられる。もう 1 つの差異はひずみ分布の高ひずみ領域で観察される。モデル計算では最初に降伏する要素、すなわち、最も低い降伏強度を持つ要素が最大ひずみを分担する。しかしながら、DIC 解析によって得られる最大ひずみは Fig. 3.15 の矢印 B で示すように、モデル計算結果よりも明らかに大きい。このような高いひずみを分担している要素はブロックの in-lath すべり変形に対応している。Ungár ら[31]と Harjo ら[72]の報告にあるように、ラス面内すべりは *soft orientation* と呼ばれ、加工硬化への寄与が小さな変形である。彼らの解析結果ではラスマルテンサイトの大きな加工硬化は主にラス面外すべりに対応する *hard orientation* に依存していると考えられる。今回用いた改良 CCA モデルは焼入れままラスマルテンサイト鋼の加工硬化挙動を表現するモデルであるために、計算によって得られたひずみ分布は加工硬化に直接影響を及ぼす要素のひずみに

対応していると考えられ、ラス面内すべりではなく、主にラス面外すべりによって生成するひずみ分布に対応しているものと考えられる。

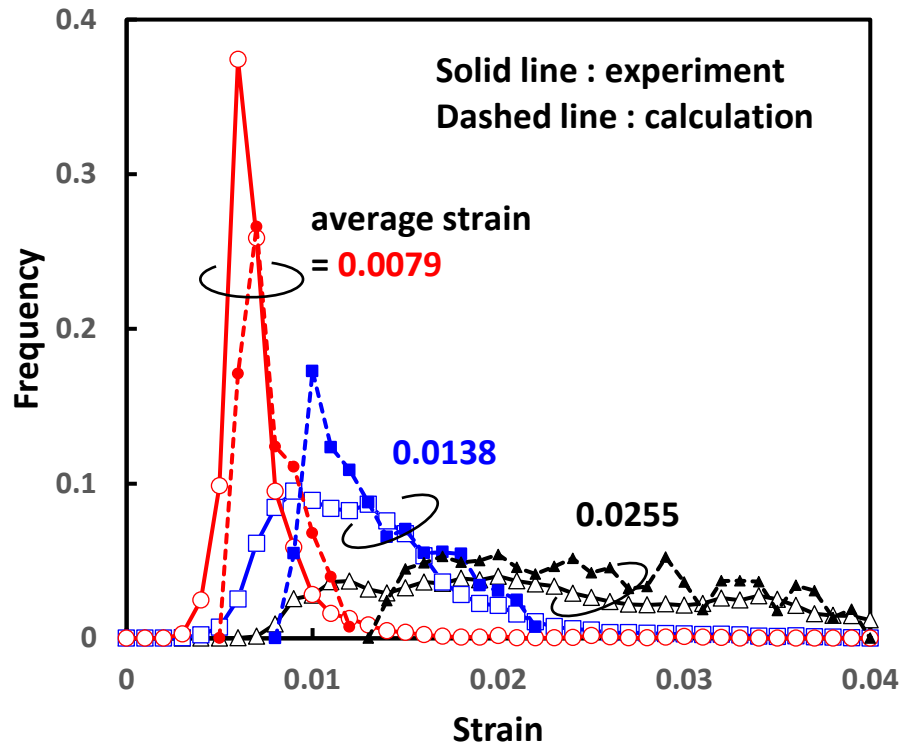


Fig. 3.13. Comparison between experimental and calculated strain distributions at average strains of 0.0079, 0.0138, and 0.0255.

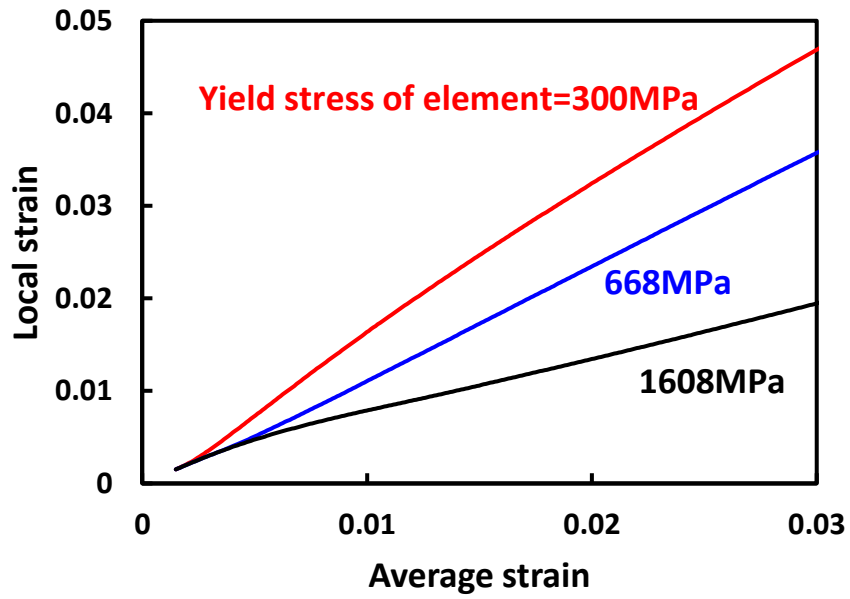


Fig. 3.14. Calculated strain development of elements with 300, 668, and 1608 MPa of yield strength.

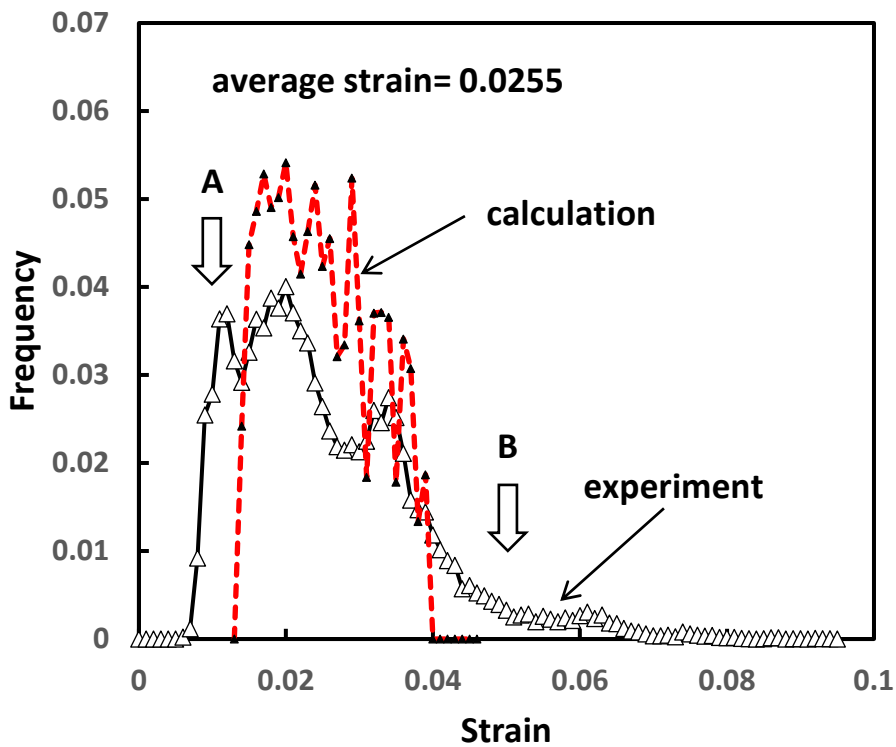


Fig. 3.15. Comparison between experimental and calculated strain distributions at an average strain of 0.0255.

3.6 小括

Sakaguchi ら[32]によって提案された改良 CCA モデルを3種の焼入れままラスマルテンサイト鋼に適用し、このモデルが単純引張試験によって得られる応力-ひずみ線図に加え、バウシinger効果の影響を受ける試験である単純せん断試験で得られる応力-ひずみ線図も精度良く再現できることを確認した。また、このモデルによって焼入れままマルテンサイトの局所不均一変形挙動に対応する全ひずみの分布と塑性加工によるその発展も定性的に再現できることがわかった。

なお、本章の内容は論文化されている[73, 74]。

Nomenclature

$f\{\sigma\}$: Yield strength spectrum as a function of stress σ

$F\{\sigma\}$: Accumulated yield strength spectrum

σ_{min} : Threshold stress below which all the elements remain elastic

σ_0 : Parameter in $F\{\sigma\}$

n : Parameter in $F\{\sigma\}$

${}^i\varepsilon_X^m$: Strain owned by an element i at a straining step m . Subscript X is “ t ” for total strain, “ e ” for elastic strain, and “ p ” for plastic strain

$\Delta {}^i\varepsilon_X^m$: Total ($X = t$), elastic ($X = e$), or plastic ($X = p$) strain increment owned by elements i at a straining step m

${}^i\sigma^m$: Stresses owned by an element i after a straining step m

σ_t^m : Macroscopic stress after a straining step m

ε_t^m : Macroscopic total strain after a straining step m

$\Delta\varepsilon_t^m$: Macroscopic total strain increment at a straining step m

${}^i\sigma_L$: Yield strength of element i

$\Delta {}^i\sigma^m$: Magnitude of strain-hardening of an element i at a straining step m after yielding

M : Taylor factor

b : Magnitude of the Burgers vector

α : Constant equal to 0.5

μ : Shear modulus of ferrite

Λ : Mean free distance of dislocation movement

β : Parameter for the annihilation rate of dislocations

$\Delta\sigma$: Magnitude of strain-hardening as a function of plastic strain ε

Y : Young's modulus of ferrite

${}^i\varepsilon_L$: Strain at which the magnitude of strain-hardening reaches ${}^i\sigma_L$

${}^i\varepsilon_{p-sh}^m$: Magnitude of plastic strain at which the strain-hardening of an element i at a straining step m is calculated

$\sigma_{friction}$: Friction stress

ε_{xx} : Total strain along the tensile direction obtained by DIC analysis using Vic-2D software

σ_L : Macroscopic yield strength

d : Grain diameter of ferrite

k : Parameter in the Hall-Petch relationship

$\bar{\sigma}$: Maximum principal stress in uniaxial tensile deformation

σ_S : Experimentally obtained shear stress

ε_S : Experimentally obtained shear strain

$d\bar{\varepsilon}_p$: Incremental strain along the direction of the principal stress

$d\varepsilon_{p-s}$: Shear strain increment

κ_σ : Parameter to relate shear stress and uniaxial tensile stress

κ_ε : Parameter to relate plastic shear strain and plastic uniaxial tensile strain

σ_e^m : Stress shared by the elastic elements after a strain step m

$V_e^m\{\sigma_e^m\}$: Fraction of elastic region at a stress of σ_e^m

$V_i^m\{\sigma_i^m\}$: Fraction of element i at its sheared stress of σ_i^m

$\varepsilon_A, \varepsilon_B, \varepsilon_C$: Arbitrary average macroscopic strains

第4章 塑性変形を引き起こすすべり系の評価

4.1 緒言

第1章で述べた通り，ラスマルテンサイト鋼の変形中のひずみ分布を DIC 法により，マイクロ組織レベルで可視化することが盛んに行われるようになり，ひずみ分布はマイクロ組織レベルで不均一であることが知られるようになった．石元ら[28]は，ひずみ分布は，平均ひずみが小さい時の比較的，均一に分布する状態から，平均ひずみの増加に伴って，Schmid 因子の高いブロックに集中する状態に変化することを報告した．一方で，Koga ら[60]は，変形初期からネッキングが生じた変形後期までの広い範囲で DIC 法によるひずみ分布の可視化を行い，その広い範囲でマイクロ組織レベルのひずみは常に不均一であることを報告している．また，von Mises ひずみの平均値とその標準偏差について，平均値の増大とともに標準偏差は線形に増大することを明らかにした．Ryou ら[29]は，ブロックの幅に着目し，幅が狭いブロックにおいては，晶癖面すべり系の活動が活発であること，必ずしも in-lath 面すべり系の Schmid 因子がすべり系選択の指標にならないことを報告している．これまでラスマルテンサイト組織のマイクロ組織とひずみの分布は盛んに議論されてきた．しかしながら，議論されているひずみはマクロな引張方向に平行なマイクロなひずみもしくは von Mises ひずみである．すべり系についての議論も，マクロな単軸応力とマルテンサイトブロックの結晶方位情報から計算した Schmid 因子での議論にとどまっており，測定された結晶方位とひずみから実際のすべり系の活動について議論されている例はほとんどない．また，個々の位置における応力の測定はひずみの測定に比べて難しいため，実験的にマイクロ組織と応力を議論した例もこれまで少なく，マイクロ組織と応力の関係はもっぱら結晶塑性有限要素 (CP-FEM) 法によるシミュレーションで議論されてきた[59, 75-77]．最近，マイクロ組織レベルで個々の位置における応力と

ひずみを測定する 2 種類の方法が提案されている。Yamasaki ら[78]は、高分解能電子線後方散乱回折 (HR-EBSD) 法と DIC 法によるニッケル基超合金の同視野観察を行い、Wilkinson 法で EBSD パターンから応力を算出するとともに、DIC 法でひずみを算出し、個々の位置における応力-ひずみ線図を作成した。また、Park ら[79]は、ラスマルテンサイト鋼について、弾性スティフネスを用いて DIC 法で測定したひずみから応力を算出している。彼らの手法で求めた応力の分布は FEM によるシミュレーション結果とよい一致を示すことが報告されている。これらの方法は、これまで難しかった変形と応力の関係を議論する強力な手段となりうる。例えば、Brifford ら[80]は、低炭素ラスマルテンサイトの全体的な変形挙動には、下部組織の境界のすべりが大きく寄与しており、旧オーステナイト粒内部、ブロック境界及びパケット境界付近でひずみが局在化するの、それらの形状と局所的な応力三軸度に依存するからだと主張している。このような実験的な研究は始まったばかりであり、ラスマルテンサイト鋼を始め、様々な多結晶金属材料でマイクロ組織と応力の関係やすべり系の活動についての知見が深まることが期待されている。本章では、DIC 法で測定した局所的な全ひずみを弾性ひずみと塑性ひずみに分解し、弾性ひずみから結晶の弾性論を用いて応力を算出して、個々の位置における応力とひずみの関係を議論する。さらに、算出した 3 次元空間におけるテンソルとしての応力及びひずみと EBSD 法で測定した結晶方位を結晶弾塑性論に基づいて解析することで、個々の位置における各すべり系の活動割合を推定し、ラス面内すべり系とラス面外すべり系の分類について考察する。

4.2 実験方法

試料として 10Ni-1000Q 鋼を用いた。機械加工により Fig. 2.1 に示した引張試験片を作製し、DIC 法のためのランダムパターンとして銀ナノ粒子（平均粒径 50 nm）を塗布した。

SEM（Zeiss 製 Ultra55）を用いて、マイクロ in-situ DIC 引張試験を行い、引張変形過程における引張試験片表面の銀ナノ粒子の 2 次電子像を撮影した。観察条件は、加速電圧 10.0 kV、作動距離 7.9-8.0 mm である。引張前の無ひずみ時に、2 次電子像と同視野で EBSD 法結晶方位測定装置（AMETEK 製 DVC5 型検出器）による結晶方位測定を行った。測定条件は、加速電圧 15.0 kV、作動距離 15.0 mm、step サイズ 0.2 μm 、hexagonal grid である。引張りには SEM 内引張試験機（TSL 製 EBSD 用試料引張ステージ）を用いた。2 次電子像の撮影時には塑性緩和分を除いて弾性変形を維持できるように SEM 内引張試験機に電圧を印加し、引張試験片両端を固定した。

引張試験片表面に塗布した銀ナノ粒子をランダムパターンとして DIC 解析ソフトウェア（Correlated Solutions 製 VIC-2D）を用いてマイクロ組織レベルのひずみを算出した。解析条件は、画像解像度 3072 px \times 2304 px、subset サイズ 49 px、step サイズ 12 px とした。1 px は 43 nm に相当する。ラスマルテンサイト組織の寸法について、一般に、ラス幅 100 nm、ブロック幅 1-8 μm と報告[81]されており、解析条件はブロック内のひずみを解析するのに十分な分解能がある。

EBSD 法及び DIC 法からそれぞれ得られるデータを詳細に解析するため、作成した地理情報システム（geographic information system, GIS）プログラムを用いて、それぞれのデータの座標系を相似変換によって一致させた。EBSD データは hexagonal grid から square grid に変換した。DIC データはスプライン補間によって step サイズを EBSD データと同じ 0.2 μm とした。

4.3 実験結果

Fig. 4.1 に SEM 内引張試験機で取得した荷重-変位線図を示す．図中に示した丸囲み及び数字の荷重-変位で DIC 用の 2 次電子像を取得した．その後，弾性ひずみを測定するために，一度，約 150 N まで除荷し，2 次電子像を取得して，荷重を増加させた．除荷直前の DIC 用 2 次電子像取得中は SEM 内引張試験機の変位を固定しており，応力緩和による荷重低減が生じるものの，これが全ひずみに与える影響は軽微である．また，除荷が進むと微小降伏で荷重と変位の関係がわずかに非線形になる可能性があるため，できるだけ線形となる範囲で全ひずみの変化を得るために 150 N 近傍までの除荷をした．後述するように除荷直前から除荷終点までの全ひずみの変化を線形外挿することで弾性ひずみを推定した．

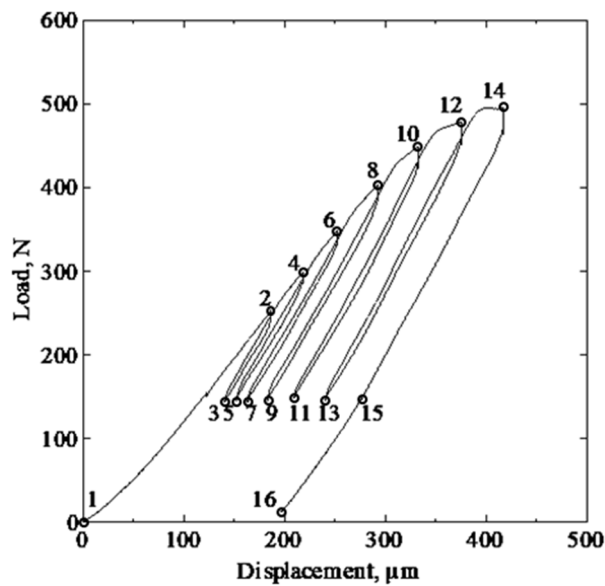


Fig. 4.1. Load–displacement curve of the specimen output the in-situ tensile test stage.

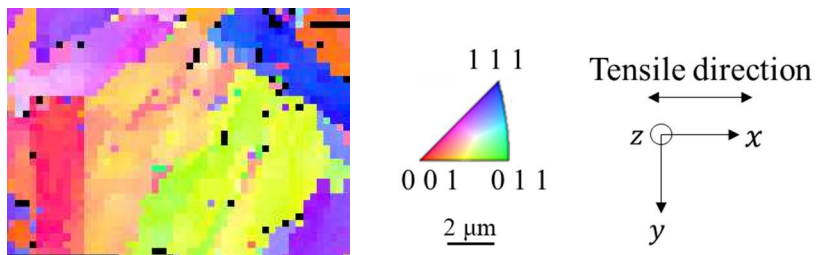
Fig. 4.2 に EBSD で取得した結晶方位マップ及び結晶方位マップと同視野の DIC 解析で求めた試料座標系における全ひずみ $\epsilon_{l,xx}$, $\epsilon_{l,xy}$, $\epsilon_{l,yy}$ の分布を示す．

ここで， l は観察の番号であり，Fig. 4.1 中の数字と対応する．また， x , y はそれ

ぞれ引張試験片面上にある引張軸に平行な方向と引張軸に垂直な方向である。以下、DIC 解析で求めたひずみをマイクロひずみと呼ぶ。Fig. 4.2 a)の結晶方位マップは変形前のものである。ひずみ分布の番号はFig. 4.1 中の番号と同一である。マイクロひずみの分布は結晶方位に強く依存していることがわかる。また、いくつかの先行研究[28, 29, 60]と同様に、同一ブロック内でもひずみの大小が存在する。変形が進むにつれて、 $\varepsilon_{l,xx}$ が正に大きくなる位置の多くで、 $\varepsilon_{l,yy}$ は負に大きくなっている。 $\varepsilon_{l,xy}$ の発達は $\varepsilon_{l,xx}$, $\varepsilon_{l,yy}$ ほど顕著ではないものの、 $\varepsilon_{l,xx}$ が正に大きい位置で $\varepsilon_{l,xy}$ が正に大きい箇所が見られる。また、高ひずみ領域は変形の進行に伴ってブロックの幅方向に広がっていることがわかる。

Fig. 4.3 に Fig. 4.2 で示した視野内の試料座標系におけるマイクロひずみの平均値の変化を示す。変形の進行に伴って、 $\varepsilon_{l,xx}$ の平均値 $\varepsilon_{l,xx}^{ave}$ は正に、 $\varepsilon_{l,xy}$, $\varepsilon_{l,yy}$ の平均値 $\varepsilon_{l,xy}^{ave}$, $\varepsilon_{l,yy}^{ave}$ は負に増加した。負荷-除荷に対応して全ひずみの増減が確認できる。これは除荷時の応力の減少に対応している。この全ひずみの減少は、塑性緩和や微小降伏の影響を含むと考えられる。しかし、Fig. 4.1 の荷重-変位線図を見ると、除荷に従い、ほぼ線形にひずみが減少していることから、弾性ひずみの影響が主と考え、以降では、このひずみの減少量を弾性ひずみとして取り扱う。

a) Crystal Orientation



b) No. 6 $\varepsilon_{6,xx}$



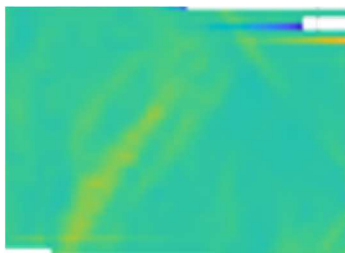
c) No. 6 $\varepsilon_{6,xy}$



d) No. 6 $\varepsilon_{6,yy}$



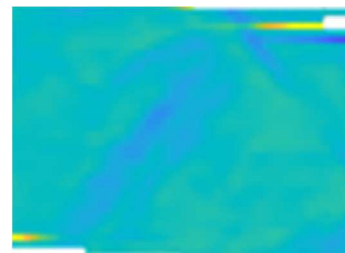
e) No. 10 $\varepsilon_{10,xx}$



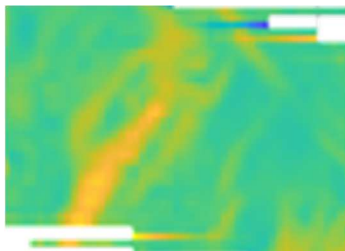
f) No. 10 $\varepsilon_{10,xy}$



g) No. 10 $\varepsilon_{10,yy}$



h) No. 14 $\varepsilon_{14,xx}$



i) No. 14 $\varepsilon_{14,xy}$



j) No. 14 $\varepsilon_{14,yy}$

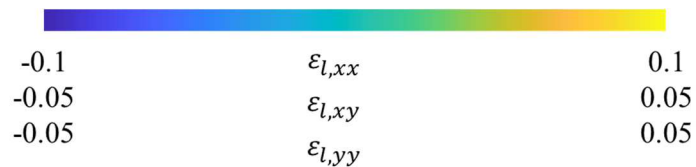
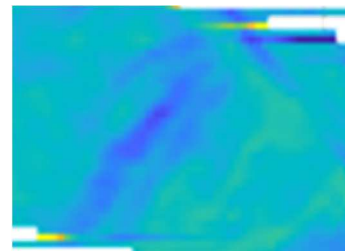


Fig. 4.2. Crystal orientation map measured by EBSD, and strain maps calculated by the DIC. All maps present the same view. The strain maps were processed by GIS to match the crystal orientation map.

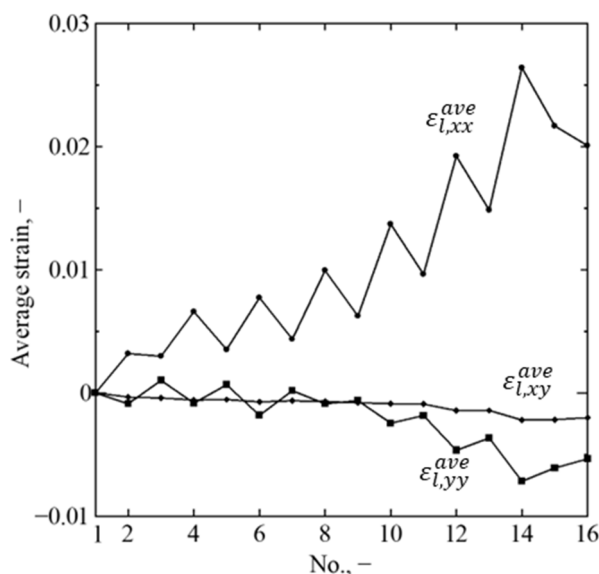


Fig. 4.3. Change in the average total strains in the DIC view.

4.4 考察

塑性変形中のラスマルテンサイト組織におけるマイクロ組織レベルのひずみと応力の関係、すべり系の活動を調べるため、実験結果を結晶弾塑性論に基づき解析した。Fig. 4.4 に解析手法の概略をフローチャートとして示す。まず、位置ごとの EBSD 法で得られる結晶方位と DIC 法で得られるひずみから応力を算出した。ここでは先に述べた除荷を利用して求めた弾性ひずみの推定値と求めたい応力が結晶の方位に応じた弾性スティフネスを用いて線形の方程式を与えることを利用した。弾性ひずみの成分の内、 zz , zx , yz 成分は未知数である。 z は引張試験片面の法線方向である。試料表面上に観察点があるので平面応力状態を仮定すると、応力のこれらの成分は既知であるため、最終的に応力とひずみのすべての成分を得ることができる。次に、得られた応力からひずみ速度依存型の結晶弾塑性論を用いて優先して活動するすべり系のすべり量を求めた。ここでは簡単のため臨界分解せん断応力はすべり系に依らず一定とした。これにより、単軸引張応力状態、すなわち、巨視的応力状態を仮定したシュミット因子に頼ることなく、局所的な応力状態に応じた優先活動すべり系を推定することができる。

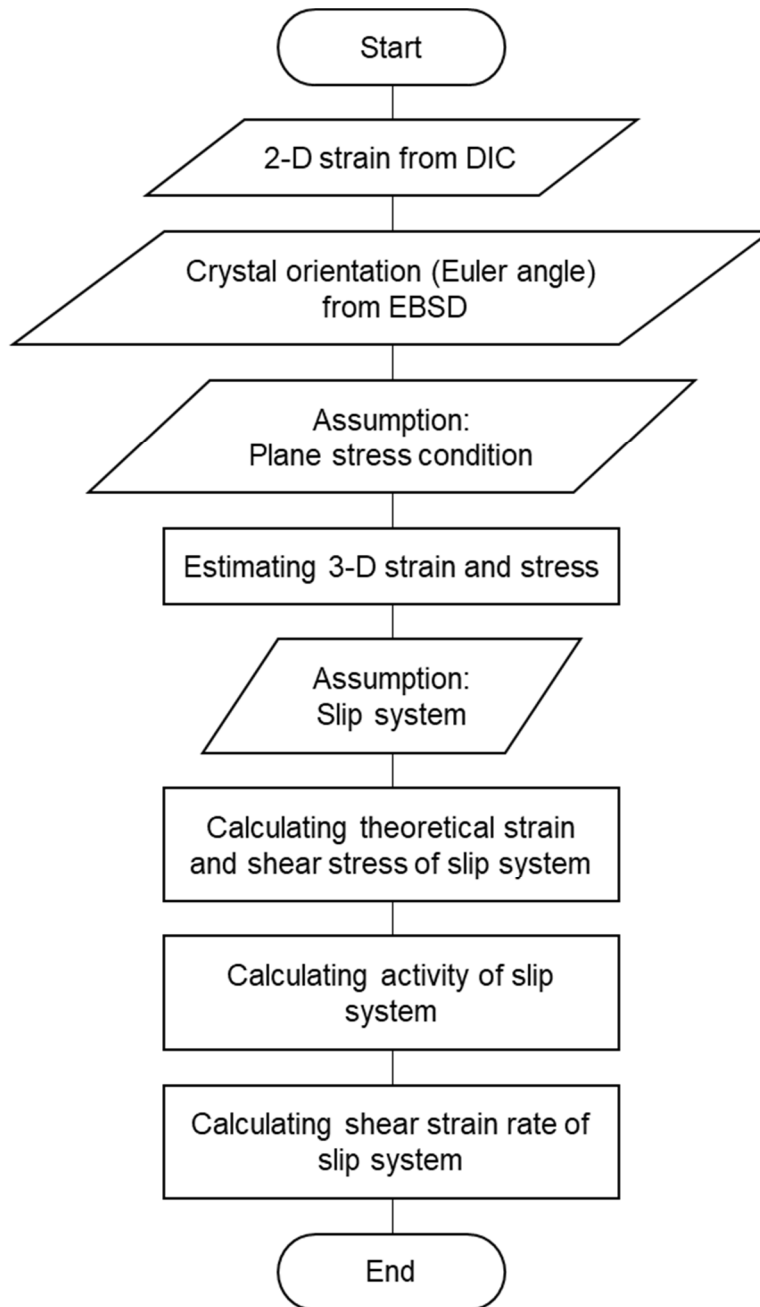


Fig. 4.4. Procedure of the crystal plasticity analysis.

4.4.1 応力，弾性ひずみの算出

DIC 法で測定されるひずみは全ひずみである．全ひずみは Fig. 4.5 に示すように弾性ひずみと塑性ひずみに分けることができる．Fig. 4.1 に示した測定点 l の内，除荷直前 ($l = 2j, j = 1, 2, \dots, 7$) と除荷終点 ($l = 2j + 1$) の荷重をそれぞれ $F_{2j} =$

F_l, F_{2j+1} とする. この間では材料の弾性に応じて, 巨視的な荷重と変位と同期して, 局所の微視的な全ひずみも線形に変化すると仮定すると, 除荷直前の弾性ひずみテンソル $\boldsymbol{\varepsilon}_{2j}^e = \boldsymbol{\varepsilon}_l^e$ は以下の式で求めることができる.

$$\boldsymbol{\varepsilon}_{2j}^e = \frac{F_{2j}}{F_{2j+1} - F_{2j}} (\boldsymbol{\varepsilon}_{2j+1}^e - \boldsymbol{\varepsilon}_{2j}^e) \quad (4.1)$$

ただし, 今回の DIC 法が与えるのは全ひずみテンソル $\boldsymbol{\varepsilon}_{2j}^e$ の内, xx, yy, xy 各成分のみであり, yz, zx, zz 成分は未知である.

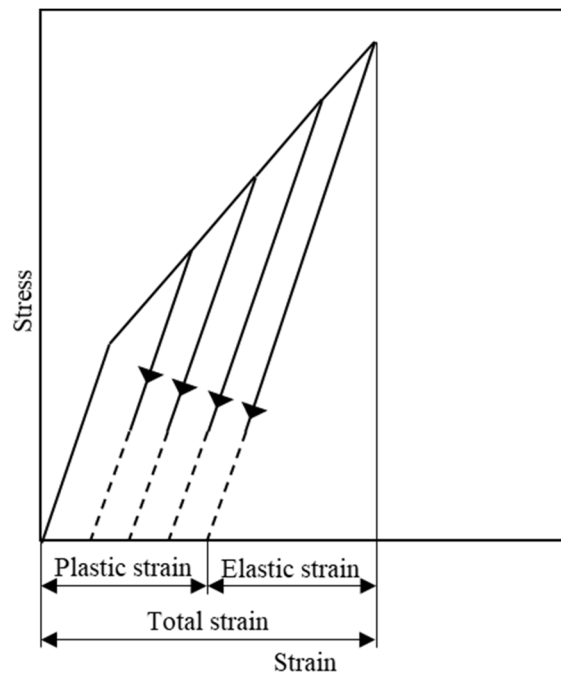


Fig. 4.5. Schematic for estimating elastic strain.

さらに, $\sigma_l, \boldsymbol{\varepsilon}_l^e$ 及び, それらを EBSD 法から得られる座標変換行列 $\mathbf{R}_{s \rightarrow c}^{Bunge}$ を用いて結晶座標系上に座標変換した $\sigma_l, \boldsymbol{\varepsilon}_l^e$ は 3 次元である. 得られた $\boldsymbol{\varepsilon}_{2j}^e$ と弾性スティフネス \mathbf{D} から負荷時の応力 $\sigma_{2j} = \sigma_l$ は次式で表される.

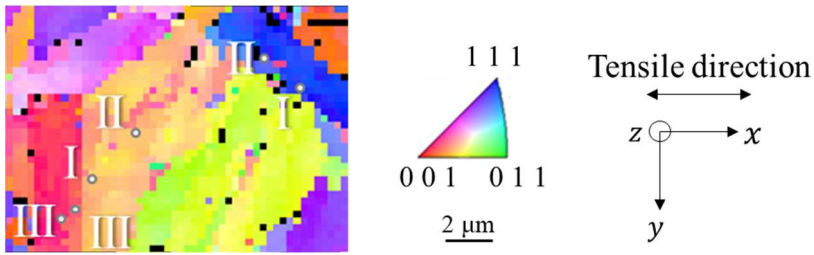
$$\sigma_{2j} = D \varepsilon_{2j}^e \quad (4.2)$$

ここで、 σ_{2j} 、 ε_{2j}^e 、 D を結晶座標系での成分表記とし、 σ_{2j} と ε_{2j}^e のそれぞれについて、Voigtの規約を用いて独立な6成分からなるベクトルで表すと、6行6列の弾性スティフネスの成分は結晶座標系での値になる。FeやFe-Ni合金の結晶について様々な報告がある。ここではTakakiら[82]の報告を使用した。DIC法を用いたため、 ε_{2j}^e の内、既知の成分は $\varepsilon_{2j,xx}^e$ 、 $\varepsilon_{2j,xy}^e$ 、 $\varepsilon_{2j,yy}^e$ の3成分のみである。 σ_{2j} は試料表面上の応力なので、 $\sigma_{2j,yz} = \sigma_{2j,zz} = \sigma_{2j,zx} = 0$ である。結果として上式は $\sigma_{2j,xx}$ 、 $\sigma_{2j,yy}$ 、 $\sigma_{2j,xy}$ 、 $\varepsilon_{2j,zz}^e$ 、 $\varepsilon_{2j,xz}^e$ 、 $\varepsilon_{2j,yz}^e$ を未知数とする6元連立1次方程式となり、解析的に解が得られる。

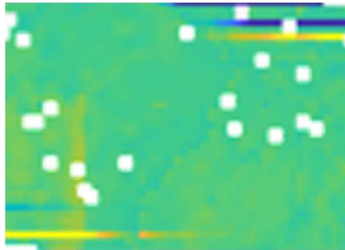
Fig. 4.6に本手法で算出した応力分布を示す。視野はFig. 4.2と同じである。 $\varepsilon_{l,xx}^e$ と $\sigma_{l,xx}$ の大小関係について、(I) $\varepsilon_{l,xx}^e$ と $\sigma_{l,xx}$ 両方が大きいもしくは小さい位置、(II) $\varepsilon_{l,xx}^e$ が大きく、 $\sigma_{l,xx}$ が小さい位置、(III) $\varepsilon_{l,xx}^e$ が小さく、 $\sigma_{l,xx}$ が大きい位置が存在する。マクロな応力-ひずみ線図では、ひずみの増加に対応して、応力が上昇する加工硬化が生じる。したがって、微視的にも(I)のような関係があることは類推しやすい。一方で、(II)や(III)のようにひずみと応力の増大がマクロな応力-ひずみ線図と異なる位置が存在することは塑性変形を考える上で興味深い。(II)のような位置は相対的に軟らかい位置であり、変形に対して大きな抵抗にならない。(III)のような位置は相対的に変形に対して硬い位置であり、変形に対して抵抗になると考えられる。Ungárら[31]とHarjoら[72]は、(II)のような位置を soft orientation もしくは soft-packet orientation component、(III)のような位置を hard orientation もしくは hard-packet orientation component と呼んでいる。これらは、引張方向に対して、その位置が相対的に軟らかいか、硬いかを示している。そのため、引張方向が変われば、同じ位置が軟らかくも硬くもなる。加工硬化には、

変形に伴って応力が上昇する(I)の領域に加えて, (III)のような位置が大きく寄与すると考えられる[32, 72]. Harjo ら[72]は, ラスマルテンサイト鋼の中性子回折の結果から, マクロに *soft orientation*, *hard orientation* の存在を示している. また, 有限要素法によるシミュレーションでは, ひずみの大きな (小さな) 位置と応力の大きな (小さな) 位置が必ずしも一致しないことが示されている[76]. また, Yamasaki ら[78]は, 結晶粒が等軸であるニッケル基合金の塑性変形を HR-EBSD 法と DIC 法を組み合わせで観察し, 同様の結果を得ている. しかしながら, ラスマルテンサイト鋼のように階層構造を持ち, 晶癖面を持つような複雑なマイクロ組織において実験的に位置ごとの応力とひずみの関係を明らかにし, ミクロ組織のどの位置が *soft orientation* や *hard orientation* にあたるかを示した例は見当たらない. 以下では, DIC 法で計算したひずみから, 応力, 弾性ひずみを見積もり, EBSD で得られた各位置の結晶方位情報を考慮することで, 塑性変形中にあるいくつかの段階において, ラスマルテンサイト組織内の応力とひずみの関係を評価する.

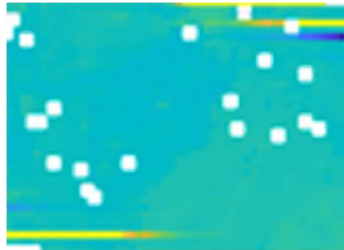
a) Crystal Orientation



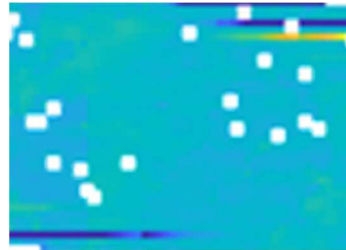
b) No. 6 $\sigma_{6,xx}$



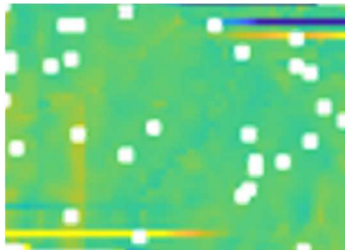
c) No. 6 $\sigma_{6,xy}$



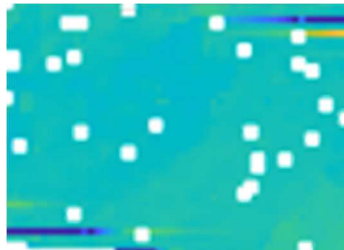
d) No. 6 $\sigma_{6,yy}$



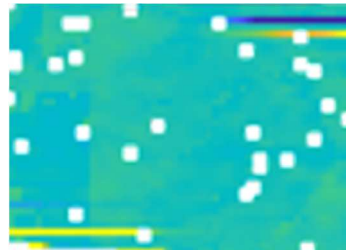
e) No. 10 $\sigma_{10,xx}$



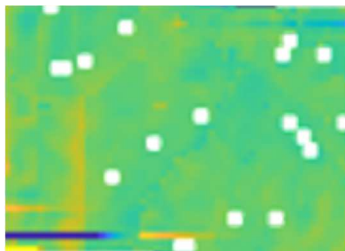
f) No. 10 $\sigma_{10,xy}$



g) No. 10 $\sigma_{10,yy}$



h) No. 14 $\sigma_{14,xx}$



i) No. 14 $\sigma_{14,xy}$



j) No. 14 $\sigma_{14,yy}$

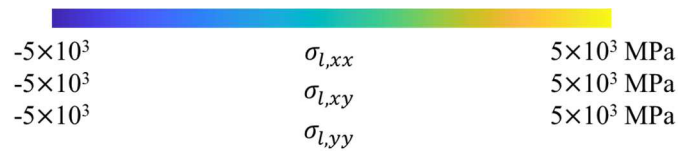
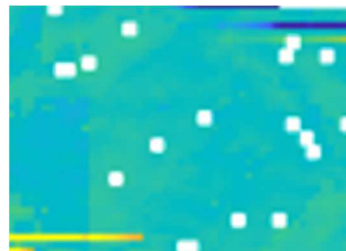


Fig. 4.6. Crystal orientation map measured by EBSD, and stress maps calculated by the crystal plasticity. All maps present the same view. The stress maps were processed by GIS to match the crystal orientation map.

4.4.2 各すべり系における変形の定量化

結晶塑性論[18]を応用して、各荷重負荷時、各位置における各すべり系の活動量を推定した。ラスマルテンサイトの結晶構造は体心立方格子 (bcc) 構造もしくは体心正方格子 (bct) 構造である。ただし、一般に低炭素鋼のラスマルテンサイトの bct 構造の c/a はほとんど 1 であり、bcc 構造に近い[83, 84]。ここでは、bcc 構造であるとし、すべり系として 12 通りの $\{1\ 1\ 0\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$, 12 通りの $\{1\ 1\ 2\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$, 計 24 通りを仮定する。各すべり系について、すべり面 $\{h\ k\ l\}$, すべり方向 $\langle u\ v\ w\rangle$ の単位ベクトルをそれぞれ ${}^m\vec{n}_l$, ${}^m\vec{b}_l$ とする。ここで、 m は各すべり系を識別するための番号である。各すべり系で生じる理論的なひずみ mC_n は次の式で表される。

$${}^mC_l = \frac{1}{2}({}^m\vec{n}_l \otimes {}^m\vec{b}_l + {}^m\vec{b}_l \otimes {}^m\vec{n}_l) \quad (4.3)$$

せん断応力 ${}^m\tau_l$ はテンソルのスカラー積を用いて次の式で表される。

$${}^m\tau_l = \sigma_l : {}^mC_l \quad (4.4)$$

ここで、 σ_l^e のノルムを応力の大きさ、規格化した単位テンソルを応力のモードと考え、それぞれを以下のように定義する。

$$\sigma_l = \|\sigma_l\| \quad (4.5)$$

$$\Sigma_l = \frac{1}{\sigma_l} \sigma_l \quad (4.6)$$

これらを用いて、応力モードに対するすべり系ごとのすべりの駆動力の程度 ${}^m a_l$ は以下の式で求まる.

$${}^m a_l = |\boldsymbol{\Sigma}_l : {}^m \mathcal{C}_l| = \left| \frac{1}{\sigma_l} \boldsymbol{\sigma}_l : {}^m \mathcal{C}_l \right| = \left| \frac{1}{\sigma_l} {}^m \tau_l \right| \quad (4.7)$$

すなわち, ${}^m a_l$ は, 多軸応力下における Schmid 因子に相当する. また, 各すべり系で生じるせん断ひずみ速度 ${}^m \dot{\gamma}_l$ は以下の式で求まる. ここでは応力に応じたすべり系の優先度のみを議論するために, ${}^m \dot{\gamma}_l$ を定数 $\dot{\gamma}_0$ で, ${}^m \tau_l$ を各すべり系の臨界分解せん断応力 ${}^m k_l$ でそれぞれ規格化して定式化した. これにより, 以下のように $\dot{\gamma}_0$ や ${}^m k_l$ の値が不要となる.

$$\begin{aligned} {}^m \dot{\gamma}_l &= \frac{{}^m \dot{\gamma}_l}{\dot{\gamma}_0} \\ &= \text{sign}({}^m \tau_l) \left| \frac{{}^m \tau_l}{{}^m k_l} \right|^{\frac{1}{q}} \\ &= \text{sign}({}^m \tau_l) \left| \frac{{}^m a_l}{\left(\frac{{}^m k_l}{\sigma_l} \right)} \right|^{\frac{1}{q}} \\ &= \text{sign}({}^m \tau_l) |{}^m A|^{\frac{1}{q}} \end{aligned} \quad (4.8)$$

${}^m k_l$ について, ラス面内すべり, ラス面外すべりを考慮しなければ, $\{1 \ 1 \ 0\} \langle 1 \ 1 \ 1 \rangle$ と $\{1 \ 1 \ 2\} \langle 1 \ 1 \ 1 \rangle$ の臨界分解せん断応力に大きな差はないという報告[85, 86]に基づき, ${}^m k_l$ は一定とした. q はひずみ速度指数であり,

通常, $0.01 \leq q \leq 0.05$ である[87]. 今回の計算では, $q = 0.05$ とした. ひずみ速度依存型の結晶塑性論では $mA \rightarrow 1$ がそのすべり系の活動の開始を意味する. したがって, 位置ごとに最も大きな $m\tau_l$ を持つ $m = m_{\tau max}$ について, 簡単のため, $|^{m\tau max}A| = 1$ になるようにすると比率として各すべり系で生じるせん断ひずみ $m\dot{\gamma}_l$ が求まる. ここでは $m k_l$ を直接与えておらず, 降伏の判定はしていないことに注意が必要である.

Fig. 4.7にそれぞれ特徴の異なる6か所の $\varepsilon_{l,xx}$, $\varepsilon_{l,xy}$, $\varepsilon_{l,yy}$ の変化と $m\dot{\gamma}_l$ の変化を示す. また, Table 4.1にそれぞれの位置の特徴とある段階で $m\dot{\gamma}_l$ が最大となったすべり系の性格 (in-lath plane, habit plane, out-of-lath plane)を示す. 応力とひずみの大小はほかの位置との相対的かつ定性的な特徴である. Schmid因子は各位置が属するブロックの平均結晶方位から求めた. ブロックは結晶方位差 15° 以内の単一結晶粒とした. Schmid因子の順位は $\{1\ 1\ 0\}\{1\ 1\ 1\}$ と $\{1\ 1\ 2\}\{1\ 1\ 1\}$ の24通りの中での降順である.

6か所すべてにおいて, $\{1\ 1\ 0\}\{1\ 1\ 1\}$ と $\{1\ 1\ 2\}\{1\ 1\ 1\}$ の $m\dot{\gamma}_l$ の変化に差はない. したがって, 両すべり系の臨界分解せん断応力が同じ場合, $\{1\ 1\ 0\}\{1\ 1\ 1\}$ と $\{1\ 1\ 2\}\{1\ 1\ 1\}$ は同等に選択されることが推察される.

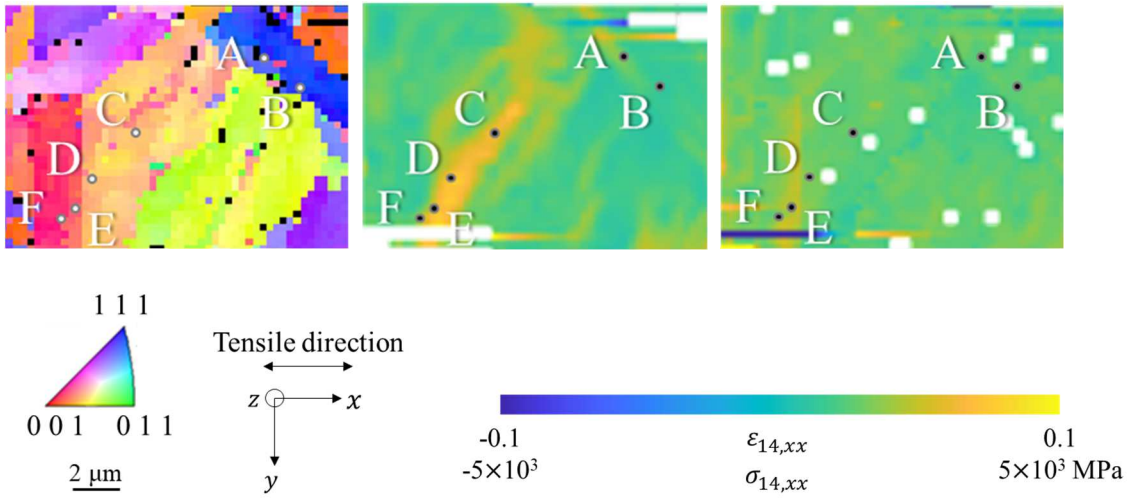
位置A及びCは, 応力が小さく, ひずみが大きな soft orientation である. また, すべりの集中部はブロックの長手方向に平行である. $m\dot{\gamma}_l$ が大きなすべり系は晶癖面すべり系もしくはラス面内すべり系であり, これらの Schmid因子も大きい. そのため, 小さな応力で大きなひずみが生じたと考えられる. 位置Bでは, 応力が小さく, ひずみも小さい. 順番は異なるものの, $m\dot{\gamma}_l$ と Schmid因子が大きなすべり系は位置Aと同じであることから, マクロな変形が進むと位置Aと同様に變形していくと予想される. したがって, 位置Bも soft orientation と

判断する. 一方で, 位置 A と異なり, ラス面外すべり系の $m\dot{\Gamma}_l$ が一時的に大きくなっている. これは, より活動しやすいと予想される晶癖面すべり系, ラス面内すべり系でひずみが発達しなかったために, Schmid 因子が比較的大きく, 応力に対して応答の良いラス面外すべり系が活動しようとしたことを示すと考えられる. 位置 F は, 応力が大きく, ひずみが小さい **hard orientation** である. $m\dot{\Gamma}_l$ の変化が大きく, 頻繁に $m\dot{\Gamma}_l$ の順位が入れ替わっており, Schmid 因子が小さなすべり系の活動も示唆される. これは, 位置 F における応力が大きく, Schmid 因子が小さくともすべりが生じるためだと考えられる. ただし, ひずみ, 特に $\varepsilon_{l,xx}$ の変化を見ると, マクロな変形の進行に必ずしも追従していない. 位置 F はひずみが小さな位置であり, $m\dot{\Gamma}_l$ が最大となったすべり系においても生じるひずみはそれほど大きくないことに注意する必要がある. 位置 E では, 応力が大きく, ひずみは中程度である. 位置 E は, 位置 F と同じブロックに属しており, 結晶学的には **hard orientation** であることが, 大きな応力が発生した原因と考えられる. また, 位置 C, D が含まれるブロックの長手方向に平行なひずみの影響で, ブロック境界を挟んだ位置 E においても中程度のひずみが発生したと考えている. 位置 D では, 応力とひずみの両方が大きい. ラス面外すべり系の $m\dot{\Gamma}_l$ が大きく, 同じブロック内にある位置 C と比べてラス面内すべり系よりもラス面外すべり系の活動が有利である. これは, ひずみがブロックの長手方向に発達する一方で, 位置 D がブロック境界に近いために拘束が強く, 応力が高まるとともに, その応力が Schmid 因子の前提となる単軸引張状態から乖離するモードになったことでラス面外すべり系が活動しようとしたことを示すと考えられる. 位置 D は, 先行研究で示された **soft orientation** と **hard orientation** のどちらにも分類しにくい中間的な領域であり, このような変形領域も **hard orientation** と共にラスマルテンサイトの加工硬化に影響を及ぼしている可能性を示唆している.

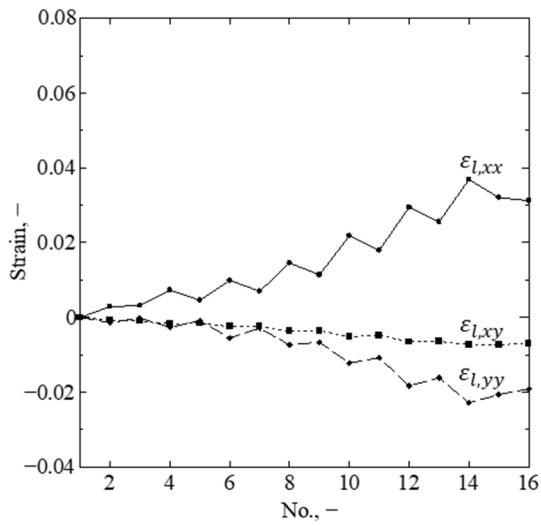
a) Crystal Orientation

b) No. 14 $\epsilon_{14,xx}$

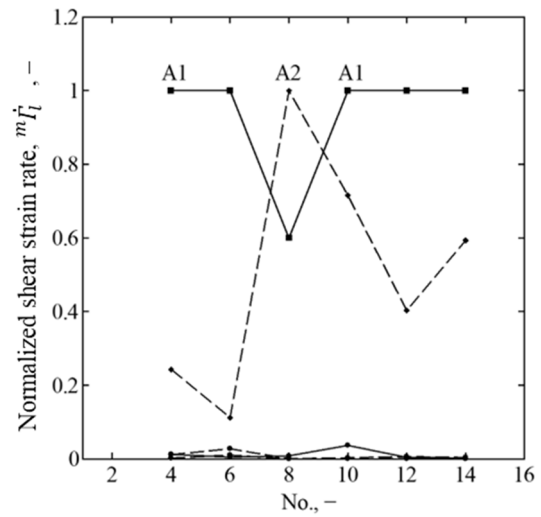
c) No. 14 $\sigma_{14,xx}$



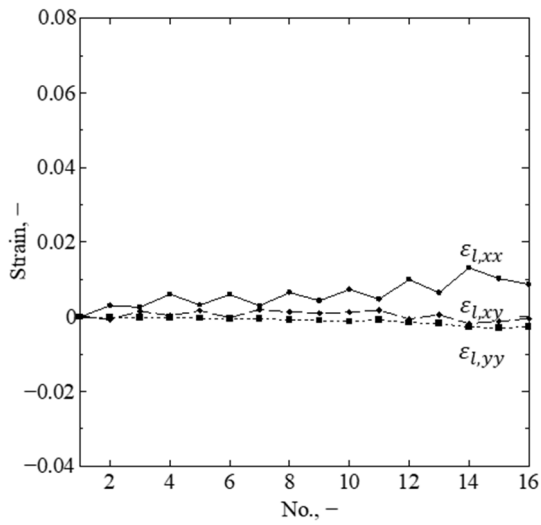
d) Point A strain



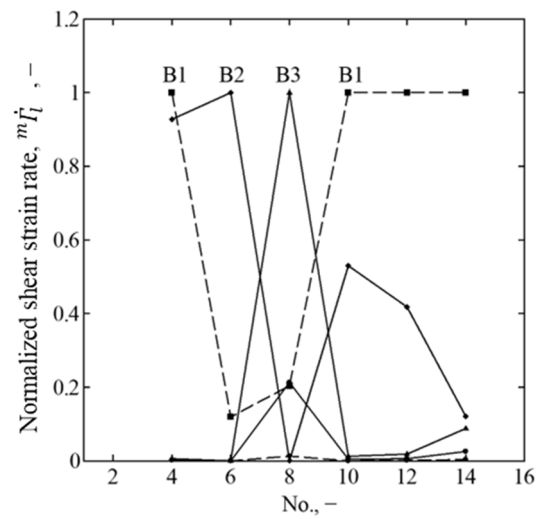
e) Point A ${}^m \dot{\Gamma}_l$



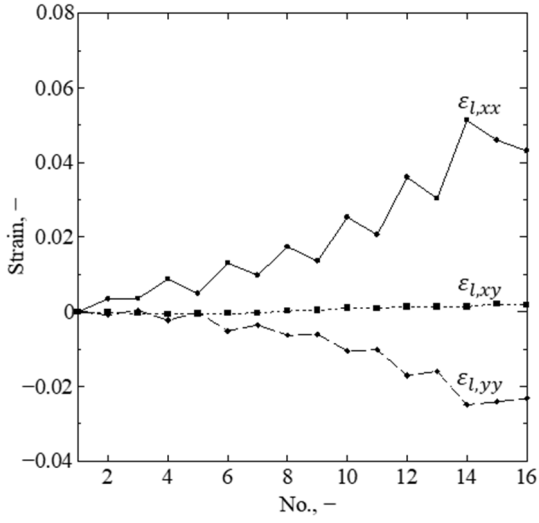
f) Point B strain



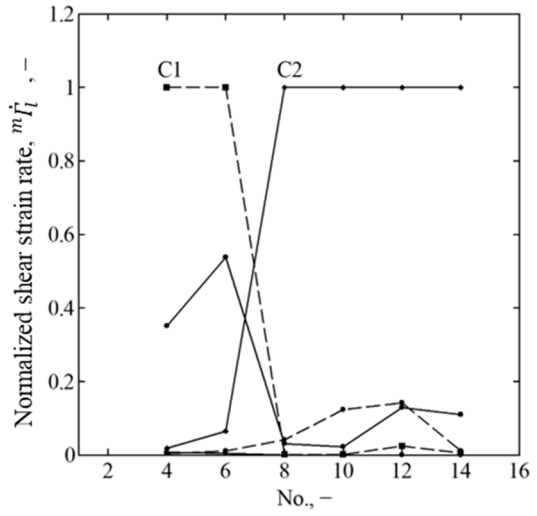
g) Point B ${}^m \dot{\Gamma}_l$



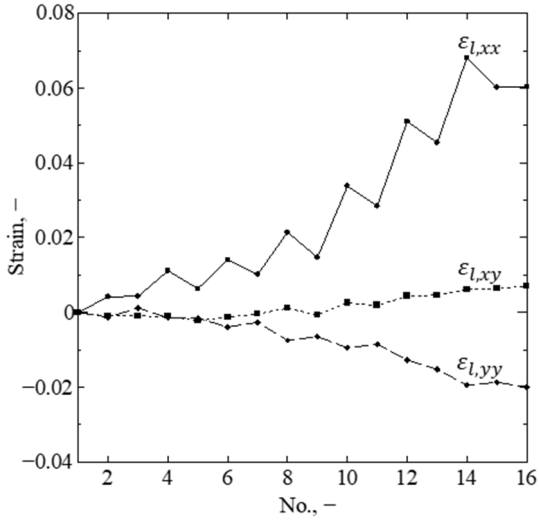
h) Point C strain



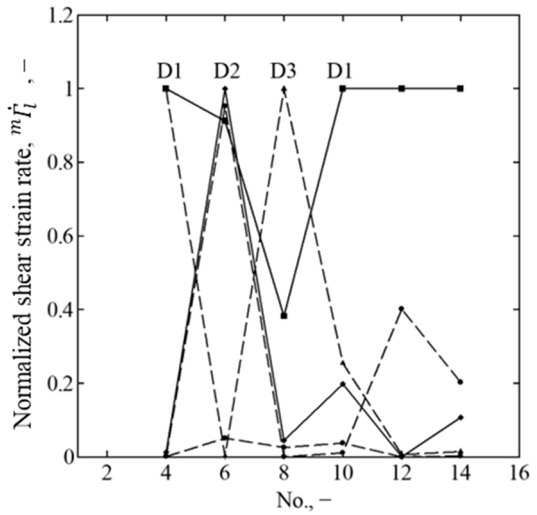
i) Point C $m\dot{\Gamma}_l$



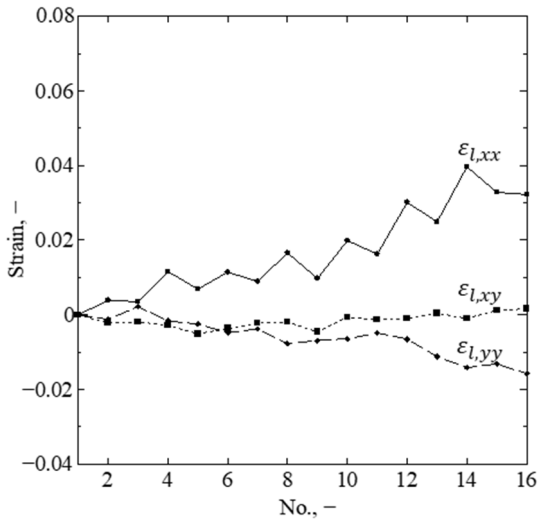
j) Point D strain



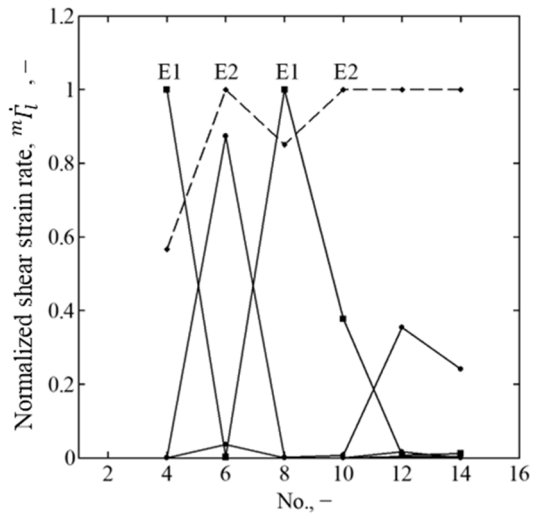
k) Point D $m\dot{\Gamma}_l$



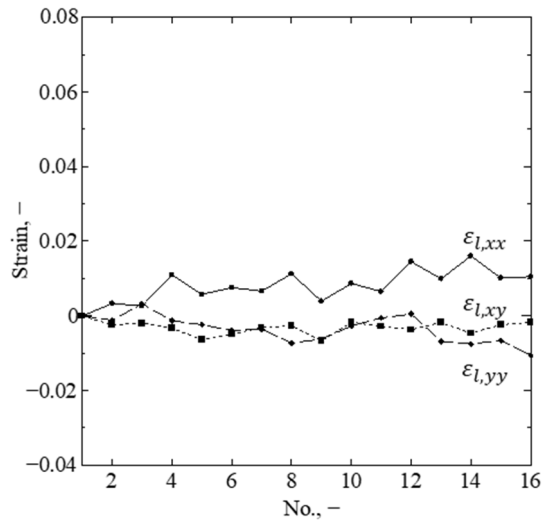
l) Point E strain



m) Point E $m\dot{\Gamma}_l$



n) Point F strain



o) Point F ${}^m\dot{\Gamma}_l$

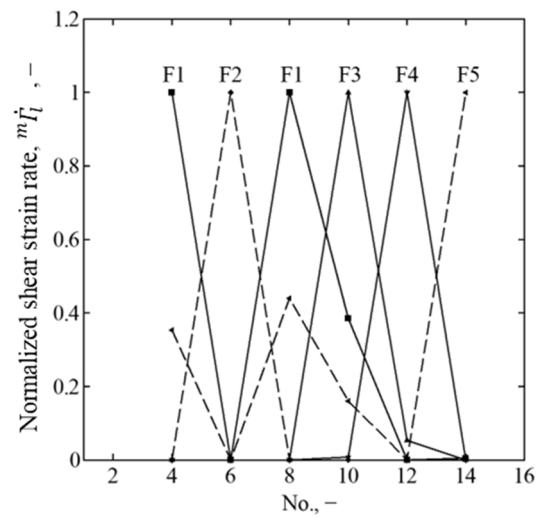


Fig. 4.7. Crystal orientation map measured by EBSD, strain map calculated by the DIC, change of the strain and the shear strain rates of slip system ${}^m\dot{\Gamma}_l$. The plane traces of the first and second slip system ordered with ${}^m\dot{\Gamma}_l$ are indicated on the crystal orientation map. Solid and dash lines indicate $\{1\ 1\ 0\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$ and $\{1\ 1\ 2\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$, respectively.

Table 4.1. Character of positions and its active slip systems in Fig. 4.7.

Position	Stress	Strain	Slip system	Character of slip plane	Value and order of Schmid factor	Order of $m\dot{\Gamma}_i$					
						No. 4	No. 6	No. 8	No. 10	No. 12	No. 14
A	Small	Large	A1: $\{1\ 1\ 0\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	In-lath (Habit)	0.466 / 2nd	1st	1st	2nd	1st	1st	1st
			A2: $\{1\ 1\ 2\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	In-lath	0.474 / 1st	2nd	2nd	1st	2nd	2nd	2nd
B	Small	Small	B1: $\{1\ 1\ 2\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	In-lath	0.474 / 1st	1st	2nd	4th	1st	1st	1st
			B2: $\{1\ 1\ 0\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	In-lath (Habit)	0.466 / 2nd	2nd	1st	7th	2nd	2nd	2nd
			B3: $\{1\ 1\ 0\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	Out-of-lath	0.349 / 4th	3rd	6th	1st	6th	3rd	3rd
C	Small	Large	C1: $\{1\ 1\ 2\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	In-lath	0.487 / 2nd	1st	1st	6th	6th	4th	6th
			C2: $\{1\ 1\ 0\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	In-lath	0.475 / 4th	3rd	3rd	1st	1st	1st	1st
D	Large	Large	D1: $\{1\ 1\ 0\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	Out-of-lath	0.373 / 7th	1st	3rd	2nd	1st	1st	1st
			D2: $\{1\ 1\ 0\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	In-lath	0.372 / 8th	5th	1st	4th	3rd	7th	3rd
			D3: $\{1\ 1\ 2\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	Out-of-lath	0.391 / 5th	2nd	7th	1st	2nd	4th	5th
E	Large	Medium	E1: $\{1\ 1\ 0\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	Out-of-lath	0.472 / 2nd	1st	5th	1st	2nd	4th	3rd
			E2: $\{1\ 1\ 2\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	Out-of-lath	0.486 / 1st	2nd	1st	2nd	1st	1st	1st
F	Large	Small	F1: $\{1\ 1\ 0\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	Out-of-lath	0.472 / 2nd	1st	21st	1st	2nd	14th	5th
			F2: $\{1\ 1\ 2\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	In-lath	0.052 / 17th	24th	1st	24th	24th	15th	7th
			F3: $\{1\ 1\ 0\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	Out-of-lath	0.140 / 14th	19th	23rd	10th	1st	4th	19th
			F4: $\{1\ 1\ 0\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	In-lath (Habit)	0.0002 / 24th	23rd	22nd	16th	8th	1st	24th
			F5: $\{1\ 1\ 2\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$	In-lath	0.0009 / 20th	2nd	12th	2nd	3rd	8th	1st

4.5 小括

ラスマルテンサイト鋼の EBSD 法及び引張試験中のマイクロ組織レベルの DIC 法から得られるデータに対し、結晶弾塑性論を用いた解析について提案し、以下の知見を得た。

1. EBSD 法から得られた結晶方位と DIC 法から得られた 2 次元ひずみから、平面応力状態を仮定することで、3 次元における応力とひずみを算出し、各すべり系の活動割合を見積もる方法を提案した。
2. 位置ごとの応力とひずみの関係として、実験的に(I)応力とひずみの両方が大きいもしくは小さい位置、(II)応力が小さく、ひずみが大きい位置 (soft orientation)、(III)応力が大きく、ひずみが小さい位置 (hard orientation) の 3 種類があることを確認した。
3. Soft orientation である位置では、主として晶癖面すべり系を含むラス面内すべり系、hard orientation である位置では、主としてラス面外すべり系の活動が優先されることが、提案した計算手法により示唆された。さらに、hard orientation である位置では、ラス面外すべり系だけではなく、ラス面内すべり系も優先度が高まっており、ひずみを引き起こしている主たるすべり系が頻繁に変化し得ることがわかった。また、soft orientation と hard orientation の中間である位置が粒界付近に見られた。粒界付近は、粒界でひずみが止められたり、隣接する結晶粒で生じたひずみの影響を受けたりする。そのため、変形の連続性を維持するために、高い応力が必要となるとともに、巨視的な単軸応力状態から乖離した応力モードとなり、Schmid 因子が低いラス面外すべりも活動しやすくなったと考えられる。

Nomenclature

x : Axis parallel to tensile direction on tensile test piece surface

y : Axis perpendicular to tensile direction on tensile test piece surface

z : Axis normal to tensile test piece surface

l : Number of observation (Number in Fig. 4.1)

$\varepsilon_{l,ij}$: Component of total strain tensor on sample coordinate system

$\varepsilon_{l,ij}^{ave}$: Average total strain on sample coordinate system

$\boldsymbol{\varepsilon}_l^e$: Elastic strain tensor

$\varepsilon_{l,ij}^e$: Component of elastic strain tensor

F_l : Macroscopic load

$\boldsymbol{\sigma}_l$: Elastic stress tensor

$\sigma_{l,ij}$: Component of elastic stress tensor on sample coordinate system

D : Elastic stiffness constant

$\boldsymbol{R}_{s \rightarrow c}^{Bunge}$: Rotation matrix of crystal from EBSD

m : Number of slip system

${}^m \vec{n}_l$: Vector of slip system plane normal

${}^m \vec{b}_l$: Vector of slip system direction

${}^m C_l$: Theoretical strain on slip system

${}^m \tau_l$: Theoretical shear stress applied to slip system

σ_l : Magnitude of elastic stress tensor on crystal coordinate system

$\boldsymbol{\Sigma}_l$: Normalized elastic stress tensor on crystal coordinate system

${}^m a_l$: Activity of slip system

${}^m \dot{\Gamma}_l$: Normalized shear strain rate of slip system

${}^m \dot{\gamma}_l$: Shear strain rate of slip system

$\dot{\gamma}_0$: Constant of shear strain rate

${}^m k_l$: Critical resolved shear stress of slip system

q : Strain rate sensitivity exponent

第5章 マンガン含有ラスマルテンサイト鋼の加工硬化

5.1 緒言

ラスマルテンサイト鋼の加工硬化挙動に関して、新野ら[88]は、炭素濃度 0.001 - 0.32 mass%のラスマルテンサイト鋼をオーステナイト系ステンレス鋼で挟み込んだ 3 層からなる複層鋼板の引張試験を行い、炭素濃度の増加に伴い加工硬化率と転位の増殖率が增大することを確認した。加工硬化率の増加を可動転位密度の減少速度の低下で説明を試みている。また、固溶炭素が転位セルの形成を抑制することで加工硬化率の増加が促進されることも示唆した。Harjo ら[72, 89]は、Ungár ら[31]の研究を基にしてラスマルテンサイト鋼の加工硬化には、hard orientation が重要な役割を果たすと結論付けている。マンガン添加の効果について、Hanamura ら[90]は 5 %のマンガンを含む低炭素ラスマルテンサイト鋼の延性が大きなことを報告した。その後、前田ら[91]は、放射光を用いた引張試験中の in-situ 観察により、マンガン濃度を増加させると引張強度と均一伸びが同時に上昇することを明らかにした。さらに、その原因をマンガンが転位セルの形成を抑制し、高ひずみ域でも転位密度が上昇することによる加工硬化能の差であると説明した。また、Arlazarov ら[57]は、中炭素鋼と 5 %のマンガンを含む低炭素鋼を比較することでマンガン濃度が真応力-真ひずみ線図に与える影響を調査し、CCA モデルで真応力-真ひずみ線図をモデル化している。

以上のように、マンガンが加工硬化率を上昇させ、延性と引張強度の両方を上昇させる興味深い添加元素であることが知られるようになり、転位の運動やミクロ組織の不均一性の観点からの議論がなされている。しかしながら、5 %を超えるマンガン添加が加工硬化に及ぼす影響について、ラスマルテンサイト鋼の特徴であるミクロ組織の階層構造との関係が十分に理解されたとは言い難い。本章では、マンガンを含む低炭素ラスマルテンサイト鋼について、EBSD 法と

DIC 法を組み合わせた引張試験を行い、詳細なマイクロ組織観察とマイクロな不均一変形挙動の関係を調べることで、ラスマルテンサイト鋼の加工硬化挙動を支配しているマイクロ組織因子を明らかにすることを目的とする。

5.2 実験方法

試料として 3, 5, 8Mn 鋼を用いた。各試料について、950, 1050, 1100 °C から焼入れした後、機械加工により Fig. 2.2 に示した引張試験片を作製し、DIC 法のためのランダムパターンを塗布した。

SEM (FEI 製 Scios) 付属の EBSD 法結晶方位測定装置 (Oxford Instruments 製 Symmetry S3), XRD 装置によるマイクロ組織観察は、試料の DIC 法用ランダムパターンが付着していない領域で行った。EBSD 法の測定条件は、加速電圧 30.0 kV, 作動距離 20.0 mm, step サイズ 0.5 μm , square grid である。また、引張試験片把持部から FIB 及び電解研磨により試料を作製し、TEM 及び付属の SPED 法結晶方位測定装置で観察した。

力学特性取得のため、インストロン型引張試験機 (島津製作所製 AG-10TA) によるマクロ DIC 引張試験を行った。荷重は引張試験機付属の荷重計で計測した。ひずみは引張試験片両面にランダムパターンとして塗布したスプレー塗料の移動をデジタルカメラ (AnMo Electronics 製 Dino-LitePremier500M) で取得し、DIC 法解析ソフトウェア (Correlated Solutions 製 VIC-2D) で求めた。解析条件は、画像解像度 2592 px \times 1944 px, subset サイズ 29 px, step サイズ 7 px とした。1 px は 5.7 μm に相当する。

マイクロ組織と塑性変形の関係を知るために、5Mn-1050Q 鋼, 8Mn-1050Q 鋼についてマイクロ ex-situ DIC 引張試験を行った。引張試験片の片面にはスプレー塗料を塗布し、マクロ DIC 引張試験と同様にして、マクロなひずみを測定した。

もう一方の面にはランダムパターンとして銀ナノ粒子（平均粒径 50 nm）を塗布し、引張変形過程における銀ナノ粒子の 2 次電子像を撮影した。観察条件は、加速電圧 15.0 kV、作動距離 7.9 - 8.0 mm である。引張前の無ひずみ時に、2 次電子像と同視野で EBSD 法結晶方位測定装置（AMETEK 製 DVC5 型検出器）による結晶方位測定を行った。測定条件は、加速電圧 15.0 kV、作動距離 15.0 mm、step サイズ 0.1 μm 、hexagonal grid である。引張試験機から SEM への移動中及び観察中は、治具により、引張試験片の両端を固定し、ひずみの大きさが変化しないようにした。したがって、応力緩和の影響を無視すれば、弾性ひずみも含めた全ひずみを観察していることになる。取得した 2 次電子像を DIC 法解析ソフトウェア（Correlated Solutions 製 VIC-2D）で解析し、ひずみを求めた。解析条件は、画像解像度 3072 px \times 2304 px, subset サイズ 41 px, step サイズ 14 px とした。1 px は 37 nm に相当する。

5.3 実験結果

5.3.1 真応力-真ひずみ線図

Fig. 5.1 にオーステナイト化温度を変化させて焼入れた 5Mn 鋼 (5Mn-950Q 鋼, 5Mn-1050Q 鋼, 5Mn-1100Q 鋼) の真応力-真ひずみ線図を示す。Fig. 5.2 にオーステナイト化温度を 1050 $^{\circ}\text{C}$ とした 3 鋼種 (3Mn-1050Q 鋼, 5Mn-1050Q 鋼, 8Mn-1050Q 鋼) の真応力-真ひずみ線図を示す。オーステナイト化温度が真応力-真ひずみ線図に与える影響は、組成の変化が真応力-真ひずみ線図に与える影響に比べて小さい。マンガン濃度を変化させた 3Mn 鋼, 8Mn 鋼でも同様の結果が得られた。3Mn-1050Q 鋼と 5Mn-1050Q 鋼に比べて、8Mn-1050Q 鋼の加工硬化率は大きい。Fig. 5.3 に 3Mn-1050Q 鋼, 5Mn-1050Q 鋼, 8Mn-1050Q 鋼の降伏強度, 引張強度, 加工硬化量を示す。ここで、降伏強度は真応力-真ひずみ線図がヤング

率を傾きとする直線から外れる応力，引張強度は真応力 σ_t と加工硬化率 $d\sigma_t/d\varepsilon_t$ が一致する応力とそれぞれ定義した．また，加工硬化量は引張強度と降伏強度の差と定義した．マンガン濃度の増加に対する降伏強度の変化は比較的小さい事が分かる．引張強度はマンガン濃度の増加に伴って著しく上昇することから，加工硬化量もマンガン濃度の増加に伴って上昇している．特に，マンガン濃度が5%から8%に増加する際に引張強度及び加工硬化量の上昇量が大きい．

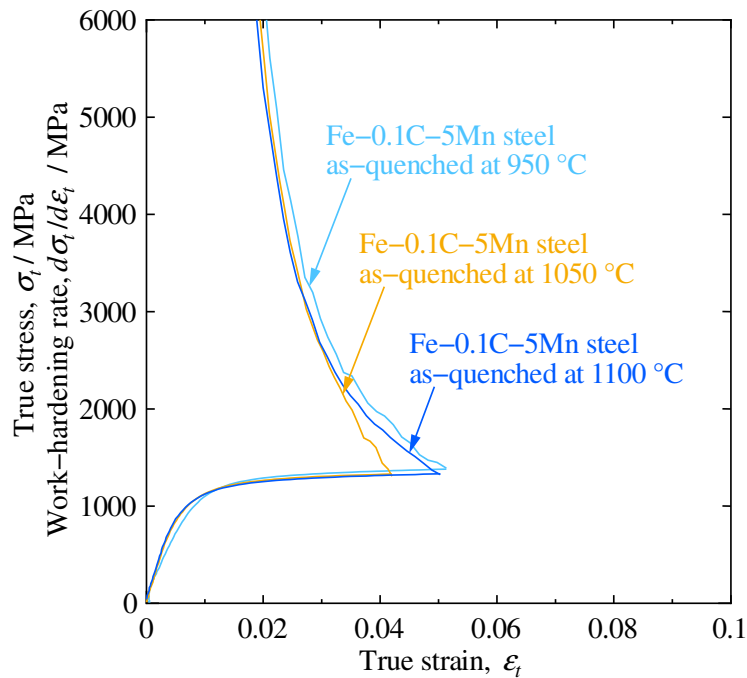


Fig. 5.1. True stress-true strain curves of Fe-0.1C-5Mn steels as-quenched at 950 °C, 1050 °C, and 1100 °C.

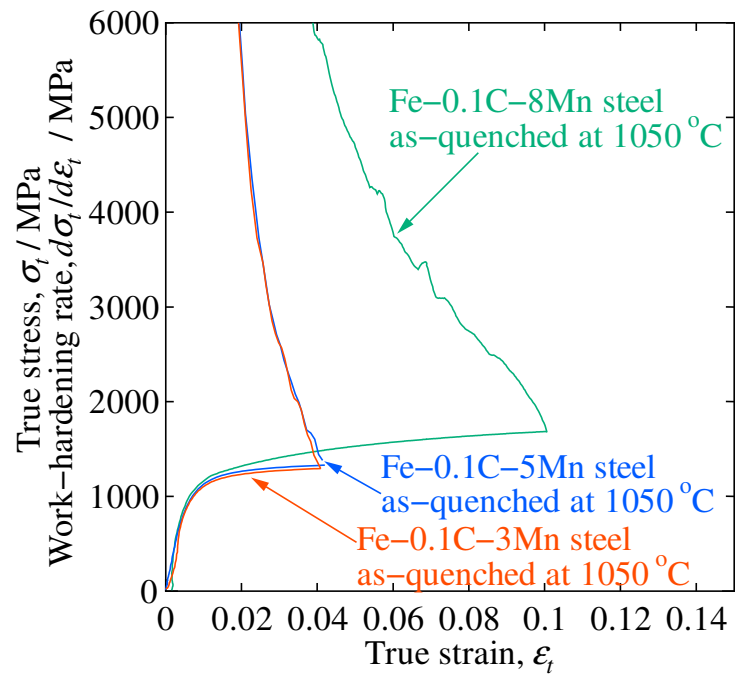


Fig. 5.2. True stress-true strain curves of Fe-0.1C-3Mn, Fe-0.1C-5Mn, and Fe-0.1C-8Mn steels as-quenched at 1050 °C.

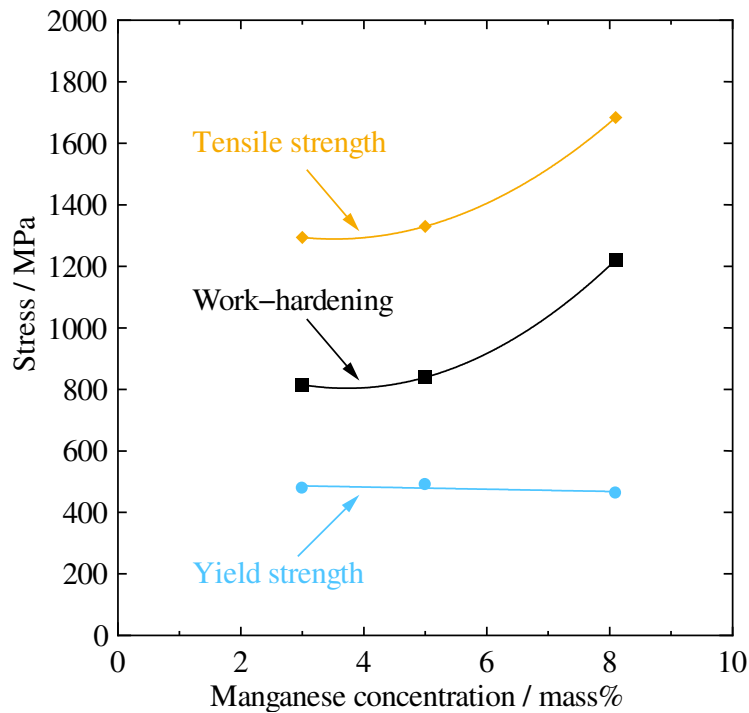


Fig. 5.3. Effect of Mn concentration on yield strength, tensile strength, and work-hardening of Fe-0.1C steels as-quenched at 1050 °C. The yield strength is defined as stress being the true strain-true stress curve deviating from a straight line with slope Young's modulus. The tensile strength is defined as the intersection of the true strain-true stress curve and the work-hardening rate. The work-hardening is defined as the difference of the tensile strength and the yield strength.

5.3.2 ミクロ組織

Fig. 5.4 に EBSD 法で取得した 5Mn-950Q 鋼, 5Mn-1050Q 鋼, 5Mn-1100Q 鋼, 8Mn-950Q 鋼, 8Mn-1050Q 鋼, 8Mn-1100Q 鋼の結晶方位マップを示す. ミクロ組織から全ての試料が典型的なラスマルテンサイトであると判断した. SEM, EBSD 法では, ϵ マルテンサイト, 炭化物, 残留オーステナイトは観察されなかった. Fig. 5.5 a)に引張前後の 5Mn-1050Q 鋼及び 8Mn-1050Q 鋼の XRD 法で取得した回折パターンを示す. b)は引張前の 8Mn-1050Q 鋼の $50 \leq 2\theta \leq 60$ の拡大図である. 引張前の 8Mn-1050Q 鋼でのみ, 残留オーステナイトの 200 ピークが確認された. しかしながら, ほかの回折面におけるピークが見られず, 確認さ

れた2 0 0ピークも小さいことから、定量分析を行うことは困難である。Fig. 5.6に切断法で求めた旧オーステナイトの平均粒径を示す。オーステナイト化温度の上昇に伴い、平均旧オーステナイト粒径は増加した。藤田ら[92]と津村ら[93]は、マンガンのオーステナイト粒微細化効果について、マンガン濃度が1.5%以上で飽和すると報告しており、本研究でも同様の結果が得られた。ブロックの寸法は、結晶方位と観察面での見かけの幅から実際の幅を求める方法ではなく、簡便のため、多数のブロックの見かけの幅を測定し、その平均を求める方法を用いた。Fig. 5.7にブロックの平均幅を示す。加熱温度やマンガン濃度によるブロック幅の変化は小さいと考える。

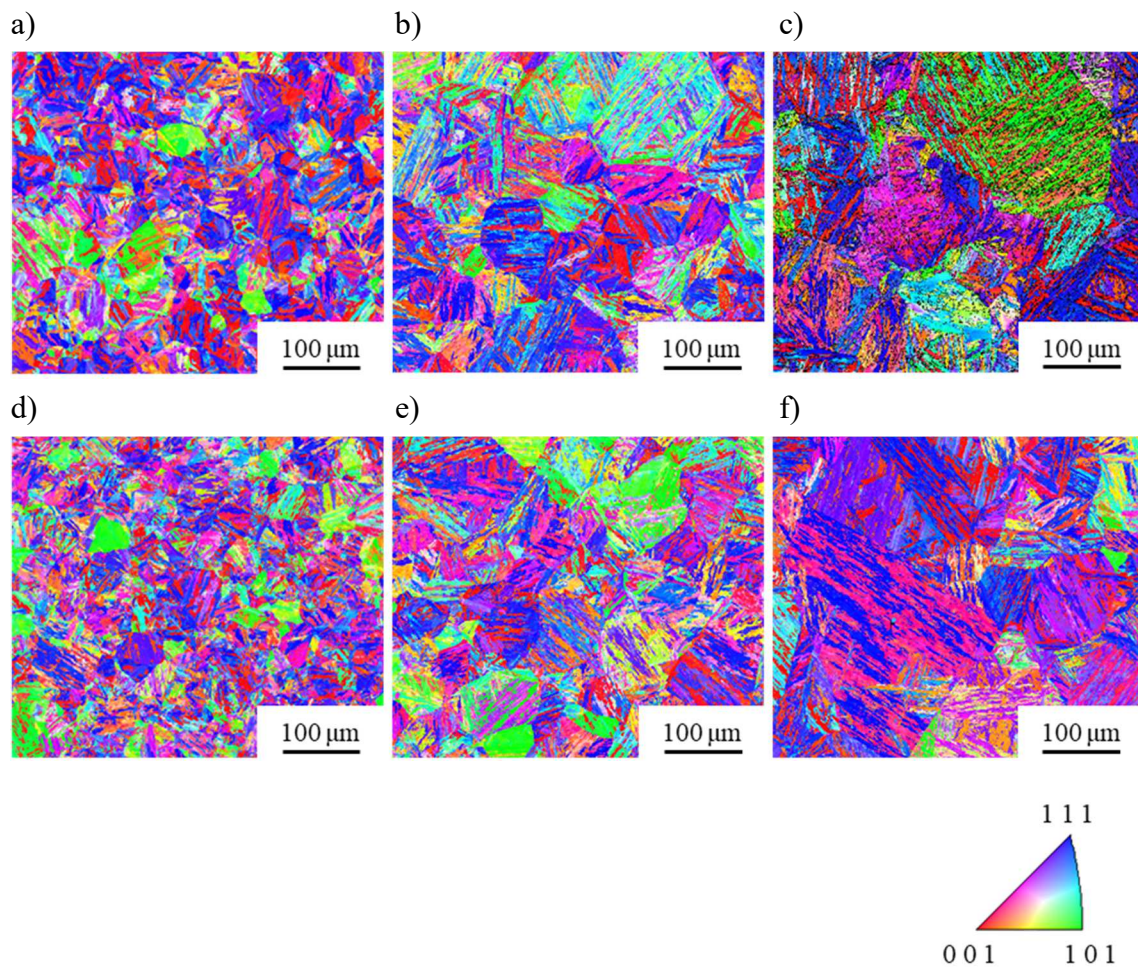
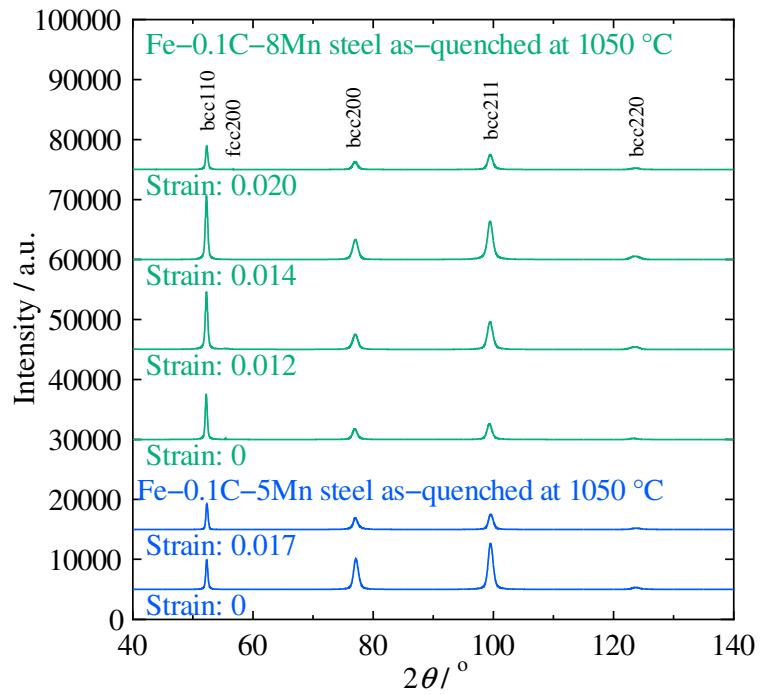


Fig. 5.4. Crystal orientation maps measured by EBSD analysis obtained for Fe-0.1C-5Mn steel as-quenched at 950 °C a), 1050 °C b), and 1100 °C c), and Fe-0.1C-8Mn steel as-quenched at 950 °C d), 1050 °C e), and 1100 °C f).

a)



b)

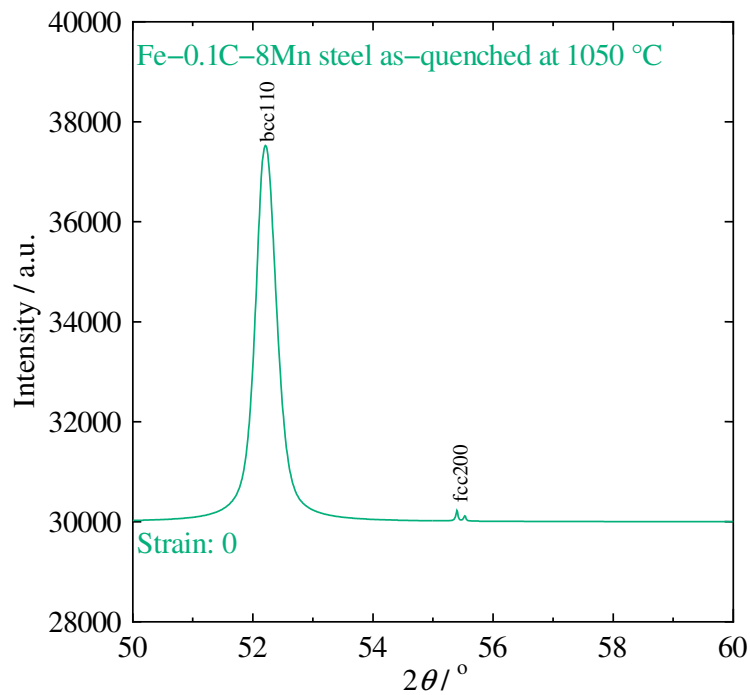


Fig. 5.5. X-Ray diffraction patterns of Fe-0.1C-5Mn, and Fe-0.1C-8Mn steels as-quenched at 1050 °C. a) is the comparison between before and after deformations for each steel. b) is the enlarged view of Fe-0.1C-8Mn steel as-quenched at 1050 °C before deformation.

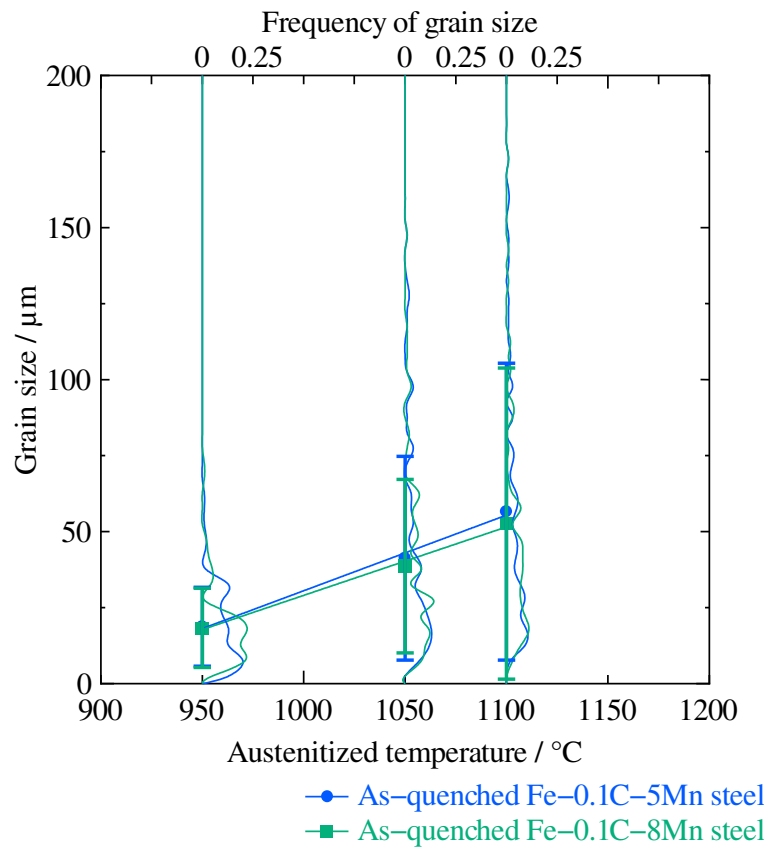


Fig. 5.6. Average grain sizes of prior austenite as-quenched Fe-0.1C-5Mn and Fe-0.1C-8Mn steels. Error bars represent the standard deviation.

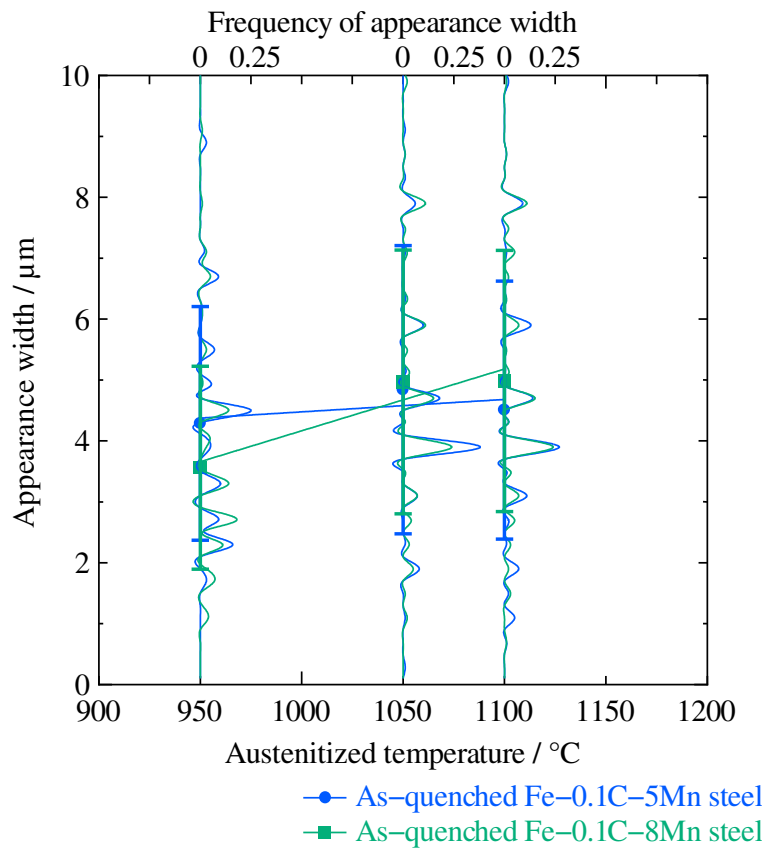


Fig. 5.7. Average appearance widths of martensitic block of as-quenched Fe-0.1C-5Mn and Fe-0.1C-8Mn steels. Error bars represent the standard deviation.

5.3.3 ミクロ ex-situ DIC 引張試験

Fig. 5.8 a), b)に 5Mn-1050Q 鋼, c), d)に 8Mn-1050Q 鋼の結晶方位マップとミクロ ex-situ DIC 引張試験で取得した引張方向に平行な全ひずみの分布をそれぞれ示す。結晶方位マップ a)とひずみの分布 b), 結晶方位マップ c)とひずみの分布 d)はそれぞれ同視野である。マクロな引張方向はx方向(紙面横方向)である。マクロ DIC 引張試験及びミクロ ex-situ DIC 引張試験で取得したひずみの平均値は, 5Mn-1050Q 鋼でマクロひずみ 0.014 のとき, ミクロひずみ 0.017, 8Mn-1050Q 鋼でマクロひずみ 0.015 のとき, ミクロひずみ 0.020 である。ひずみが小さいため, 公称応力-公称ひずみと真応力-真ひずみの差は小さいと考えている。Fig. 5.2 に示した真応力-真ひずみ線図から, すべての試料でマクロには均一伸び以下のひずみ状態にあると判断する。両試料で楕円 H で示すようなブロックの長手方向に平行なひずみの集中(局所ひずみ)が見られた。しかしながら, 8Mn 鋼では, 局所ひずみの集中が 5Mn 鋼に比べて明瞭ではなく, 比較的均一に変形しているように見える。

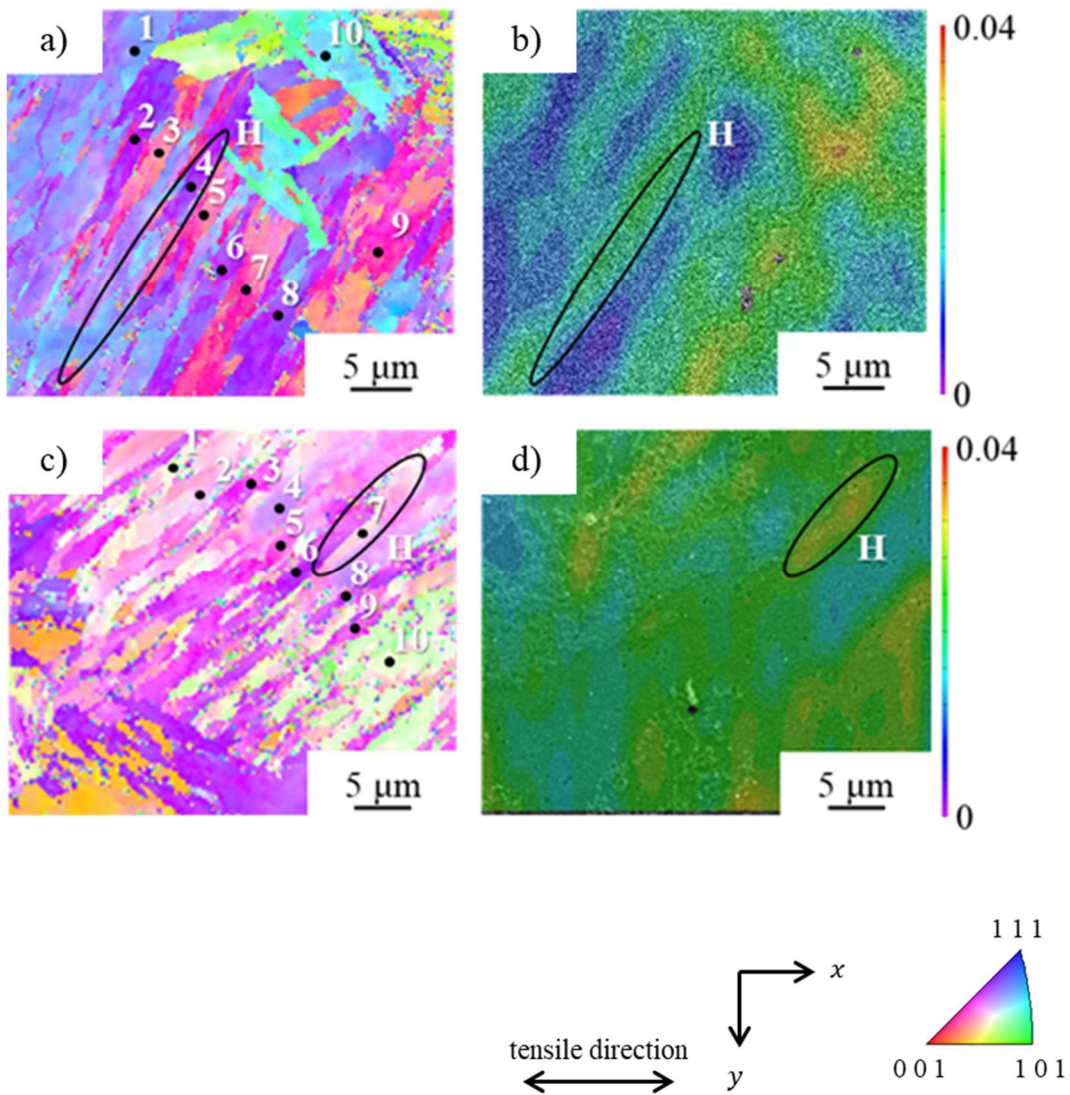


Fig. 5.8. Crystal orientation maps measured by EBSD analysis obtained for Fe-0.1C-5Mn steel a) and Fe-0.1C-8Mn steel c) as-quenched at 1050 °C before tensile deformation, and corresponding engineering total strain distributions parallel to tensile direction measured by DIC analysis obtained at an average microscopic engineering strain of 0.017 b) for Fe-0.1C-5Mn steel as-quenched at 1050 °C, and at an average microscopic engineering strain of 0.020 d) for Fe-0.1C-8Mn steel as-quenched at 1050 °C.

5.4 考察

ラスマルテンサイト鋼の加工硬化挙動に及ぼすマンガンの影響を考察する。本章では、加工硬化量を引張強度と降伏強度の差と定義した。まず引張強度に対

する固溶強化の影響を評価する。Takaki ら[24]が報告している引張強度への炭素の固溶強化の影響と、Allain ら[33]が報告している摩擦応力へのマンガンの固溶強化の影響をまとめると、炭素とマンガンの添加による引張強度の変化量 $\Delta\sigma_{n,TS}$ MPa は (5.1) 式で表すことができる。実験で得られた真応力の引張強度に対応する真ひずみ $\varepsilon_{t,TS}$ を用いれば (5.2) 式に示すように (5.1) 式を真応力の式に変換できる。

$$\Delta\sigma_{n,TS} = 2560 \times C_C^{\frac{2}{3}} + 33 \times C_{Mn} \quad (5.1)$$

$$\Delta\sigma_{t,TS} = \Delta\sigma_{n,TS} \cdot \exp(\varepsilon_{t,TS}) = \left(2560 \times C_C^{\frac{2}{3}} + 33 \times C_{Mn}\right) \exp(\varepsilon_{t,TS}) \quad (5.2)$$

ここで、 C_C 、 C_{Mn} はそれぞれ炭素とマンガンの質量パーセント濃度%である。3Mn 鋼を基準とすると (5.2) 式は次のように書き換えられる。

$$\Delta\sigma'_{t,TS} = \left(2560 \times C_C^{\frac{2}{3}} + 33 \times C_{Mn}\right) \exp(\varepsilon_{t,TS}) - 678 \quad (5.3)$$

Table 5.1 に 3Mn 鋼, 5Mn 鋼, 8Mn 鋼の $\Delta\sigma_{t,TS}$ の計算値と実験値を示す。実験値は 3Mn-1050Q 鋼, 5Mn-1050Q 鋼, 8Mn-1050Q 鋼についての値である。5Mn 鋼については計算値と実験値がほぼ同じである。それに対して、8Mn 鋼では、計算値と実験値が大きく異なる。したがって、5Mn 鋼に対する 8Mn 鋼の引張強度の上昇は炭素、マンガンによる固溶強化のみでは説明できない。

Table 5.1. Comparison of tensile strength (true stress) changes of calculation and experiment.

Specimen name	Tensile strength change (Calculation) $\Delta\sigma'_{t,TS}$	Specimen name	Tensile strength change (Experiment)
3Mn steel	Reference	3Mn-1050Q steel	Reference
5Mn steel	+31	5Mn-1050Q steel	+35
8Mn steel	+98	8Mn-1050Q steel	+390

一方、降伏強度を見ると、ラスマルテンサイト鋼中の残留オーステナイトは、加工を受けるとラスマルテンサイトへ変態するため、一般的に、残留オーステナイトを含むラスマルテンサイト鋼は、フルラスマルテンサイト鋼に比べて、降伏強度や0.2%耐力が低く、加工硬化率と伸びが大きい。ラスマルテンサイト鋼では、ラス間に非常に硬いフィルム状の残留オーステナイトが数 vol. %存在し、マクロな力学特性、特に変形初期の力学特性に作用することが報告されている [29, 40, 45, 94, 95]。Fig. 5.5 に示したように引張前の 8Mn-1050Q 鋼には少量の残留オーステナイトが存在する。しかしながら、Morsdorf ら [26] の報告及び Fig. 5.5 から、残留オーステナイトは変形初期に変態してしまい、塑性変形中の加工硬化には影響しないと考えられる。

以上のことから、加工硬化挙動に及ぼすマンガンの影響を考察するためには、変形の素過程を詳細に調査する必要がある。ここではまず、ミクロ的に引張方向への単軸引張応力状態にあると仮定し、すべり系として $\{0\ 1\ 1\}\{1\ 1\ 1\}$ 及び $\{1\ 1\ 2\}\{1\ 1\ 1\}$ を選んだ場合の Schmid 因子とマクロな引張方向に平行なひずみの大きさ（局所ひずみ）について、5Mn-1050Q 鋼と 8Mn-1050Q 鋼で解析を行った。Table 5.2 に各ブロックの Schmid 因子の最大値とその性格（すべり系、ラス面内すべり系 or ラス面外すべり系）、及びミクロ ex-situ DIC 引張試験で得

られた局所ひずみを示す。ラス面内すべり系に含まれる晶癖面すべり系についても考慮した。ここで晶癖面は $\{0\ 1\ 1\}$ 面を仮定した。ここで局所ひずみは全ひずみである。

5Mn-1050Q 鋼では、ラス面内すべり系かつ晶癖面すべり系に属する $\{0\ 1\ 1\}\{1\ 1\ 1\}$ の Schmid 因子が最大となるブロック 4, 6, 8 で、マイクロ ex-situ DIC 引張試験で観察した視野の局所ひずみの引張方向成分の平均値（視野平均）の 1.5 倍程度の局所ひずみが見られた。一方、8Mn-1050Q 鋼では、ラス面内すべり系に属する $\{1\ 1\ 2\}\{1\ 1\ 1\}$ の Schmid 因子が最大となるブロック 3 で、視野平均の 1.5 倍程度の局所ひずみが見られた。また、5Mn-1050Q 鋼では、すべり系に関わらず、ラス面内すべり系の Schmid 因子が最大となるブロック 1, 2, 10 で、局所ひずみが視野平均よりも小さかった。これらのことから、ラス面内すべり系の Schmid 因子が最大となるブロックでも、必ずしもすべりが集中するわけではないことがわかる。

5Mn-1050Q 鋼では、すべり系に関わらず、ラス面外すべり系の Schmid 因子が最大であるブロック 3, 5, 7, 9 の局所ひずみは視野平均の半分もしくは視野平均と同等である。8Mn-1050Q 鋼では、すべり系に関わらず、ラス面外すべり系の Schmid 因子が最大であるブロック 2, 4, 5, 8, 9 の局所ひずみは視野平均と同等か小さい。しかしながら、5Mn-1050Q 鋼のように視野平均の半分以下であるような極端に小さなひずみを持つブロックはない。また、8Mn-1050Q 鋼では、ラス面外すべり系に属する $\{0\ 1\ 1\}\{1\ 1\ 1\}$ の Schmid 因子が最大であるブロック 1, 6, 7, 10 の局所ひずみは視野平均よりも大きく、最大で視野平均の 2 倍であった。これらのことから、8Mn-1050Q 鋼では、ラス面外すべり系の Schmid 因子が高いブロックでも大きなひずみが生じていることがわかる。

ブロック間の局所ひずみを比較すると，5Mn-1050Q 鋼では，大きな局所ひずみを持つブロックと小さな局所ひずみを持つブロックが交互に存在し，その結果として不均一な様相を呈している．8Mn-1050Q 鋼のブロック間の局所ひずみの変化は 5Mn-1050Q 鋼に比べて穏やかであり，比較的，均一である．

Table 5.2. Relationship between Schmid factor and engineering total strain parallel to the tensile direction of Fe-0.1C-5Mn steel as-quenched at 1050 °C at an average microscopic engineering strain 0.017 and Fe-0.1C-8Mn steel as-quenched at 1050 °C at an average microscopic engineering strain 0.020.

Specimen name	Block	Maximum Schmid factor	Character of maximum Schmid factor	Engineering total strain parallel to the tensile direction
5Mn-1050Q steel	1	0.341	$(1 \bar{2} 1)[\bar{1} \bar{1} \bar{1}]$ In-lath	0.009
	2	0.469	$(0 \bar{1} \bar{1})[1 \bar{1} 1]$ In-lath (Habit)	0.018
	3	0.486	$(\bar{2} \bar{1} 1)[1 \bar{1} 1]$ Out-of-lath	0.009
	4	0.472	$(1 0 1)[1 1 \bar{1}]$ In-lath (Habit)	0.021
	5	0.480	$(\bar{1} \bar{1} \bar{2})[1 1 \bar{1}]$ Out-of-lath	0.012
	6	0.466	$(\bar{1} 0 1)[1 \bar{1} 1]$ In-lath (Habit)	0.022
	7	0.480	$(\bar{2} \bar{1} 1)[1 \bar{1} 1]$ Out-of-lath	0.017
	8	0.470	$(1 1 0)[1 \bar{1} 1]$ In-lath (Habit)	0.028
	9	0.473	$(\bar{2} \bar{1} 1)[1 \bar{1} 1]$ Out-of-lath	0.014
	10	0.365	$(1 \bar{2} 1)[\bar{1} \bar{1} \bar{1}]$ In-lath	0.016
8Mn-1050Q steel	1	0.491	$(1 0 1)[1 1 \bar{1}]$ Out-of-lath	0.028
	2	0.491	$(1 0 1)[1 1 \bar{1}]$ Out-of-lath	0.020
	3	0.477	$(1 \bar{2} 1)[\bar{1} \bar{1} \bar{1}]$ In-lath	0.027
	4	0.491	$(1 0 1)[1 1 \bar{1}]$ Out-of-lath	0.018
	5	0.479	$(0 1 \bar{1})[\bar{1} \bar{1} \bar{1}]$ Out-of-lath	0.016
	6	0.479	$(0 1 \bar{1})[1 \bar{1} \bar{1}]$ Out-of-lath	0.024
	7	0.491	$(1 0 1)[1 1 \bar{1}]$ Out-of-lath	0.030
	8	0.492	$(0 1 \bar{1})[1 \bar{1} \bar{1}]$ Out-of-lath	0.015
	9	0.475	$(\bar{1} 2 1)[1 1 \bar{1}]$ Out-of-lath	0.015
	10	0.484	$(0 1 \bar{1})[1 \bar{1} \bar{1}]$ Out-of-lath	0.027

Fig. 5.9 にミクروسケール DIC で取得した平均ひずみが 0.017 である 5Mn-1050Q 鋼とミクロスケール DIC で取得した平均ひずみが 0.020 である 8Mn-1050Q 鋼の局所ひずみの度数分布を示す. 5Mn-1050Q 鋼に比べて, 8Mn-1050Q 鋼の方がひずみ分布の偏差が小さいことが分かる. 5Mn-1050Q 鋼では, ラス面内すべり系の Schmid 因子が高いブロックにひずみが集中し, ラス面外すべり系の Schmid 因子が高いブロックにはひずみが生じにくいことで, 度数分布が広がりを持つと考えられる. それに対して, 8Mn-1050Q 鋼ではラス面内すべり系の Schmid 因子が高いブロックに加えて, ラス面外すべり系の Schmid 因子が高いブロックにもひずみが生じることで各ブロックが比較的均一に変形する結果, 度数分布の広がりが小さくなることが推測される. Harjo ら[72, 89]は, 引張方向に応じて変形しにくい *hard orientation* と変形しやすい *soft orientation* があり, 特に *hard orientation* が加工硬化と深く関係すると主張している. 8Mn 鋼では, 変形に大きな応力が必要である *hard orientation*, すなわちラス面外すべり系でも変形が生じ, 5Mn 鋼に比べて加工硬化率が大きくなったと考えられる. したがって, 8Mn 鋼には, ラス面内すべり系だけが活動することを抑制し, ラス面外すべり系の活動を促進するマイクロ組織因子が存在することが予想される. SEM 及び EBSD 法による観察では, マンガン濃度を変えても旧オーステナイト粒径や見かけのブロック幅, 残留オーステナイトに明確な変化はなかったため, TEM 及び SPED 法を用いて, ラス内部の観察を行った. Fig. 5.10 に FIB 加工でサンプリングした 5Mn-1050Q 鋼と 8Mn-1050Q 鋼の TEM 明視野像を示す. また, Fig. 5. 11 に 8Mn-1050Q 鋼で見られたラス内の微細な双晶の TEM 明視野像と回折像を示す. どちらの試料でも, ラス内に微細な双晶が観察された. この双晶は双晶面を $\{1\ 1\ 2\}$, せん断方向を $\langle 1\ 1\ 1 \rangle$ としたものである. ラス内の微細な双晶は, 1960 年代に Das ら[96]によって確認されており, 炭素やマンガン, クロムの増

加に伴い、双晶の量が増加することが報告されている。Ping ら[97, 98]と Liu ら [99]は、極低炭素鋼及び低炭素鋼のラス内の微細な双晶を TEM で観察し、ラスの長手方向を分断する short twin とラスの短手方向を分断する long twin があることを報告している。Sugiyama ら[100]は、マンガン濃度 1 %の低炭素鋼を超高压電子顕微鏡、SEM 及び EBSD 法で観察し、ラス内の微細な双晶を SEM 及び EBSD 法で観察できることを示し、FIB 加工を用いて 2 面解析を行っている。しかしながら、この双晶と力学特性の関係は未だ不明である。今回の観察では、5Mn 鋼、8Mn 鋼の両方で矢印 A, B で示すような long twin が見られた。これに対し、8Mn 鋼では矢印 C で示すような short twin も観察された。TEM 試料を作製する際に FIB を用いたことがこれらの twin の生成に影響していないことを確認する為に、電解研磨で作製した 5Mn-950Q 鋼と 8Mn-950Q 鋼についても TEM による観察を行った。その結果、long twin は 5Mn-950Q 鋼と 8Mn-950Q 鋼の両方で、short twin は 8Mn-950Q 鋼でのみ観察され、FIB で作製した試料の観察結果を再現した。これらの双晶の方位解析を行うために SPED 法を用いて 8Mn 鋼のミクロな結晶方位情報を取得した。Fig. 5.12 に 8Mn-1050Q 鋼の short twin を含む領域の結晶方位マップを示す。また、Fig. 5.13 に双晶境界の有無によるすべりの差異を模式図で示す。母相のラスと双晶は、大角の双晶境界を持つため、ラス長手方向の転位の運動を阻害する。そのため、変形により高い応力が必要となり、本来、活動しにくいラス面外すべり系が活動し、その結果、加工硬化率が上昇することが考えられる。以上の観察結果から、マンガン濃度が 5 %から 8 %に増加した際に生じる引張強度や加工硬化量の急激な上昇は、ラス内の微細な双晶によるラス面内すべりの抑制によって面外すべりが誘起された結果であると予想される。

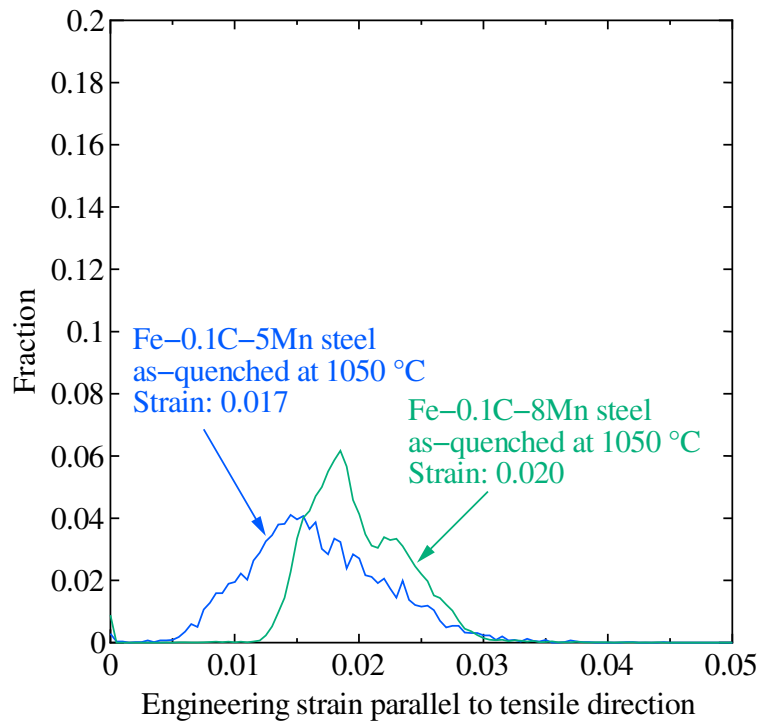
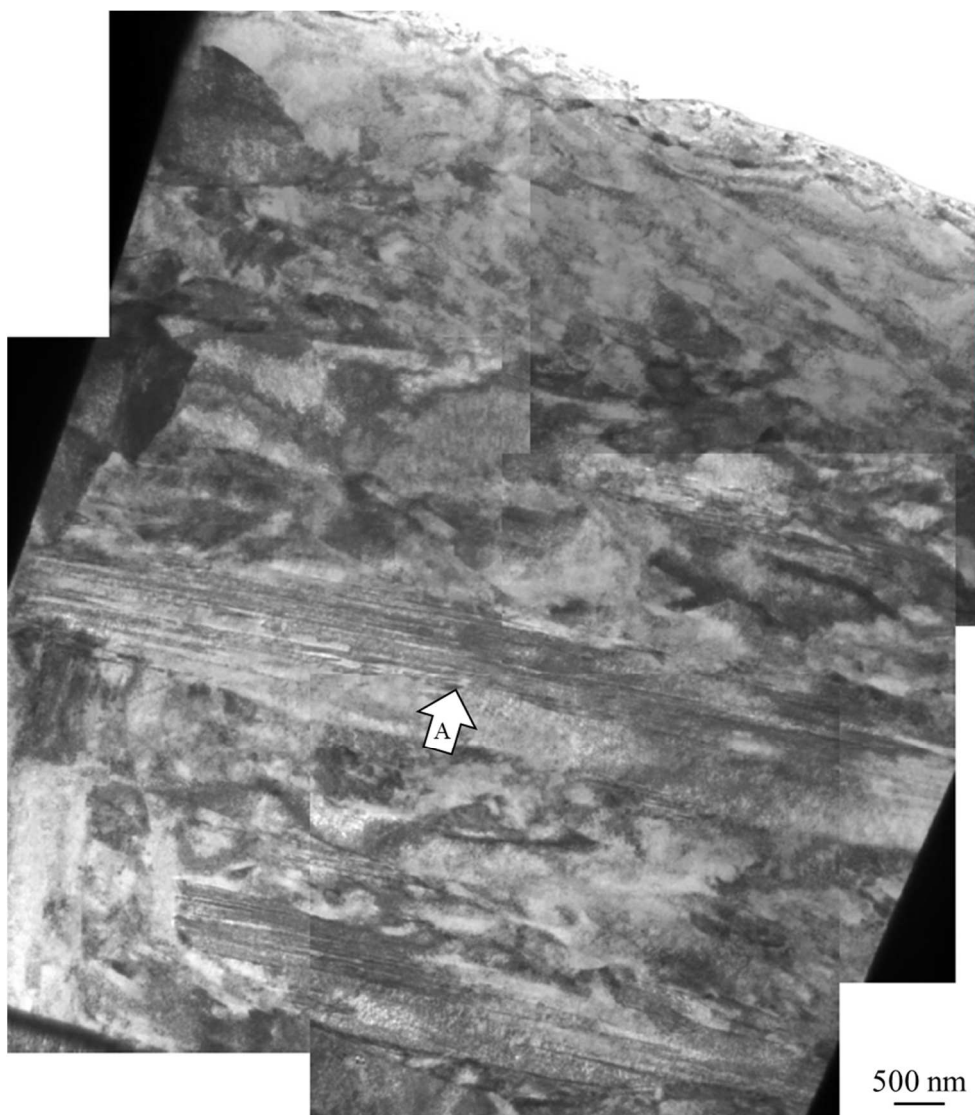


Fig. 5.9. Comparison of engineering total strain distributions parallel to tensile direction measured by DIC analysis obtained at an average microscopic engineering strain of 0.017 for Fe-0.1C-5Mn steel as-quenched at 1050 °C, and at an average microscopic engineering strain of 0.020 for Fe-0.1C-8Mn steel as-quenched at 1050 °C.

a)



b)

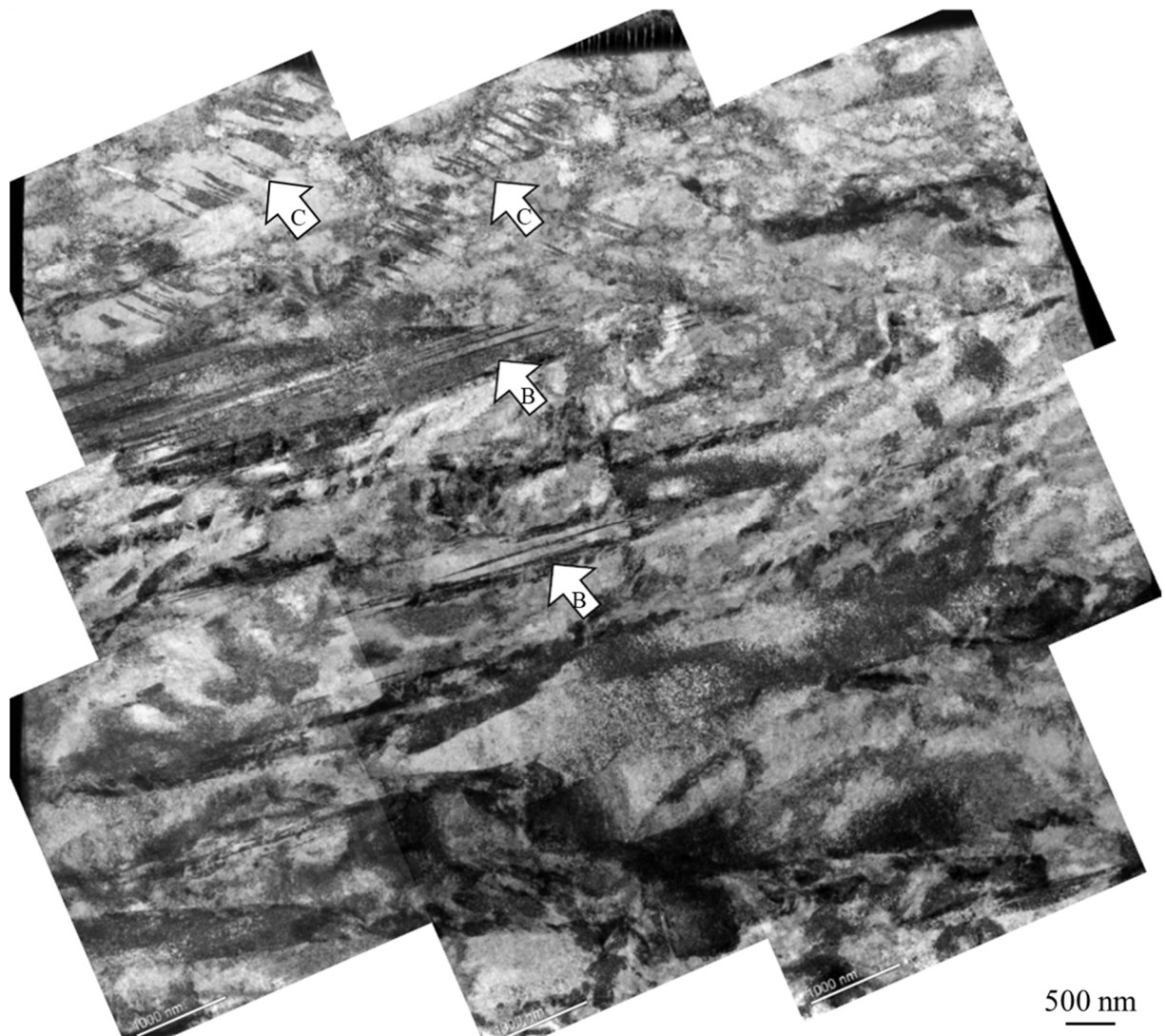
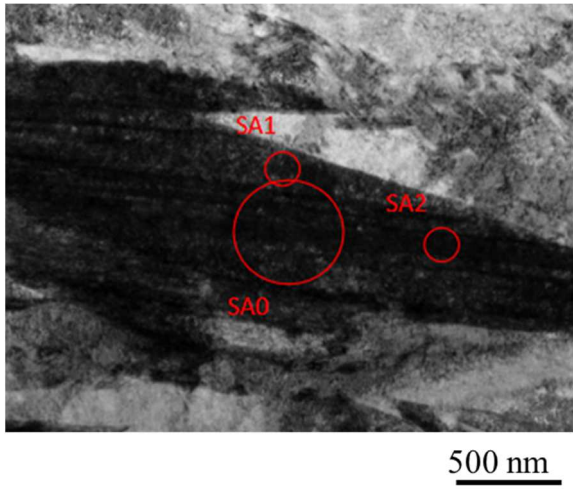
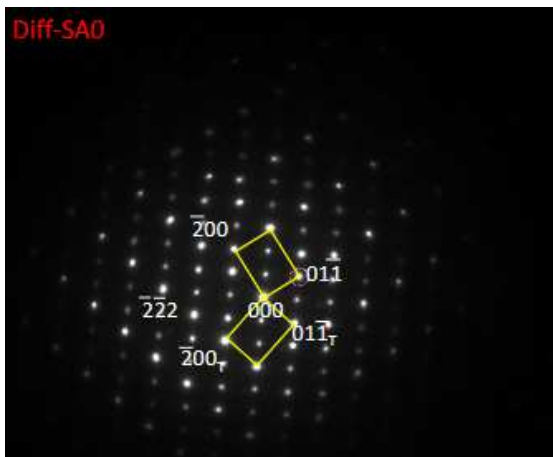


Fig. 5.10. Bright field images obtained by TEM. Fe-0.1C-5Mn a) and Fe-0.1C-8Mn b) steels as-quenched at 1050 °C. Arrows A in a) and B in b) indicate long twins. Arrows C in b) indicate short twins.

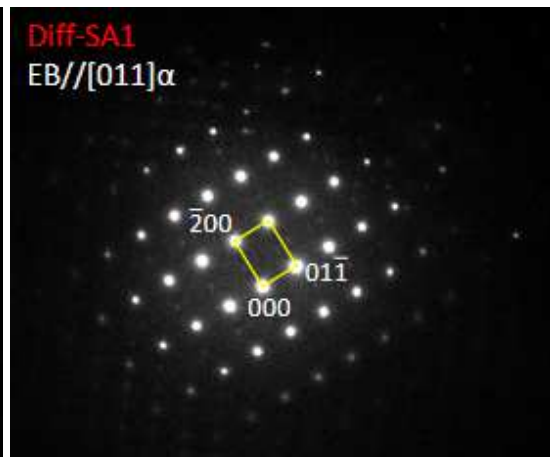
a)



b)



c)



d)

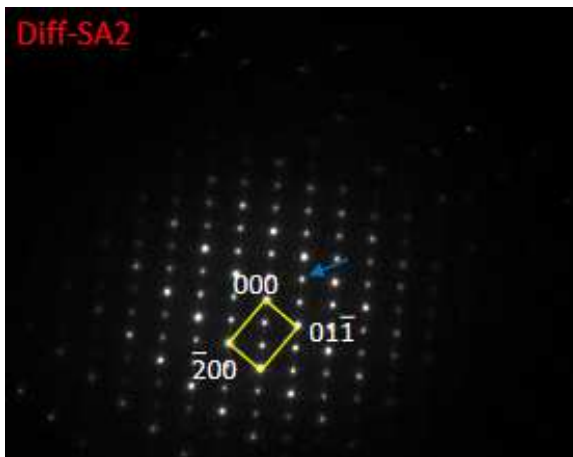


Fig. 5.11. Bright field image a) and diffraction patterns b-d) of Fe-0.1C-8Mn steel as-quenched at 1050 °C obtained by TEM.

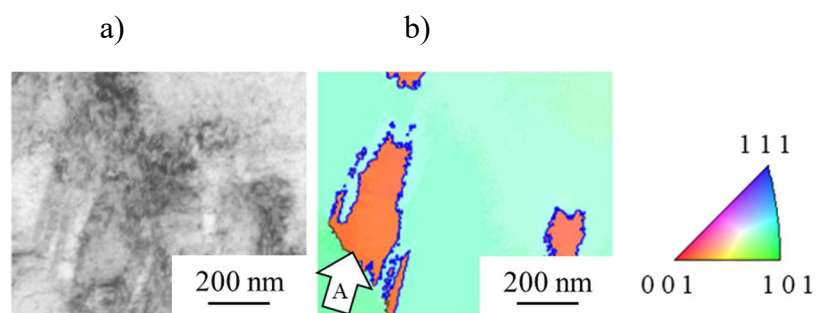


Fig. 5.12. Bright field image a) obtained by TEM and corresponding crystal orientation map b) measured by SPED analysis obtained for Fe-0.1C-8Mn steel as-quenched at 1050 °C. Arrow A in b) indicates a short twin. Blue lines in b) are twin boundaries.

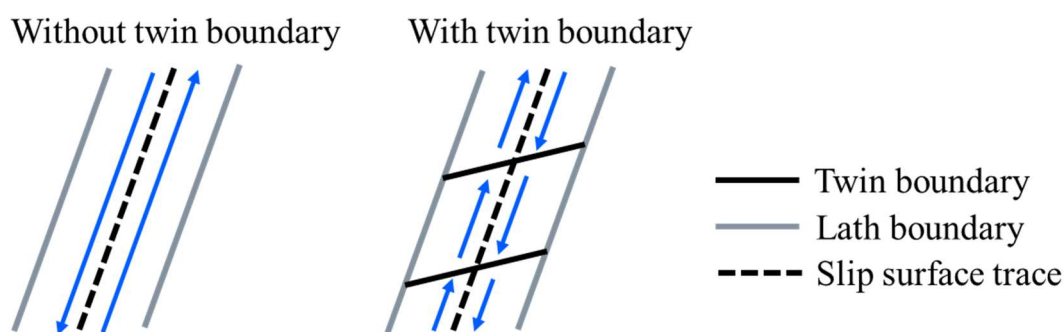


Fig. 5.13. Schematic of the inhibition of slip by the twin boundaries.

5.5 小括

種々の温度から焼入れしたマンガンを含む低炭素ラスマルテンサイト鋼の引張試験とマイクロ組織観察，DIC 法によるマイクロ組織レベルのひずみ分布を調査し，以下の知見を得た．

1. オーステナイト化温度が真応力-真ひずみ線図に与える影響は，組成の変化が真応力-真ひずみ線図に与える影響に比べて小さい．8Mn 鋼の加工硬化率は，3，5Mn 鋼に比べて大きい．
2. ミクロスケール DIC で計測した平均ひずみ約 0.02 におけるミクロスケールのひずみ分布は，5Mn 鋼ではラスマルテンサイトブロック境界近くでラス面

内すべりに起因すると考えられるひずみが集中しているのに対し、8Mn 鋼ではそのようなひずみの集中は顕著ではない。

3. ラス内の微小な双晶の内、ラスの長手方向を分断する双晶 (short twin) は、8Mn 鋼でのみ観察された。
4. Short twin は、ラス長手方向の転位の運動を阻害すると考えられる。Short twin がラス面内すべりを抑制することで、より高い応力が必要なラス面外すべりを誘起し、加工硬化率の上昇に寄与する可能性がある。

なお、本章の内容は論文化されている[101, 102].

第6章 総括

本研究では、ラスマルテンサイト鋼のマイクロ組織と塑性変形能の関係を明らかにするために、ニッケルとマンガンをそれぞれ含む低炭素ラスマルテンサイト鋼の電子顕微鏡によるマイクロ組織観察、力学試験（マクロ DIC 引張試験，マイクロ in-situ DIC 引張試験，マイクロ ex-situ DIC 引張試験，単純せん断試験）を行った。

第3章では、マイクロ組織レベルのひずみ分布を考慮できる改良 CCA モデルを用いて、ニッケルとマンガンをそれぞれ含む低炭素ラスマルテンサイト鋼の引張試験及び単純せん断試験から得られる応力-ひずみ線図を再現した。また、局所不均一変形挙動に対応する全ひずみの分布と塑性加工によるその発展も定性的に再現できることがわかった。

第4章では、ニッケルを含む低炭素ラスマルテンサイト鋼について、マイクロ in-situ DIC 引張試験で得られたマイクロ組織レベルのひずみを結晶弾塑性論に基づいて解析し、以下の知見を得た。

1. EBSD 法から得られた結晶方位と DIC 法から得られた 2 次元ひずみから、平面応力状態を仮定することで、3 次元における応力とひずみを算出し、各すべり系の活動割合を見積もる方法を提案した。
2. 位置ごとの応力とひずみの関係として、実験的に(I)応力とひずみの両方が大きいもしくは小さい位置、(II)応力が小さく、ひずみが大きい位置 (soft orientation)、(III)応力が大きく、ひずみが小さい位置 (hard orientation) の 3 種類があることを確認した。
3. Soft orientation である位置では、主として晶癖面すべり系を含むラス面内すべり系、hard orientation である位置では、主としてラス面外すべり系の活動が優先されることが、提案した計算手法により示唆された。さらに、hard

orientation である位置では、ラス面外すべり系だけではなく、ラス面内すべり系も優先度が高まっており、ひずみを引き起こしている主たるすべり系が頻繁に変化し得ることがわかった。また、soft orientation と hard orientation の中間である位置が粒界付近に見られた。粒界付近は、粒界でひずみが止められたり、隣接する結晶粒で生じたひずみの影響を受けたりする。そのため、変形の連続性を維持するために、高い応力が必要となるとともに、巨視的な単軸応力状態から乖離した応力モードとなり、Schmid 因子が低いラス面外すべりも活動しやすくなったと考えられる。

第 5 章では、マンガンを含む低炭素ラスマルテンサイト鋼のマンガン濃度による加工硬化能の差を明らかにするために、マイクロ組織観察とマクロ DIC 引張試験、マイクロ ex-situ DIC 引張試験を行い、以下の知見を得た。

1. オーステナイト化温度が真応力-真ひずみ線図に与える影響は、組成の変化が真応力-真ひずみ線図に与える影響に比べて小さい。8Mn 鋼の加工硬化率は、3, 5Mn 鋼に比べて大きい。
2. ミクロスケール DIC で計測した平均ひずみ約 0.02 におけるミクロスケールのひずみ分布は、5Mn 鋼ではラスマルテンサイトブロック境界近くでラス面内すべりに起因すると考えられるひずみが集中しているのに対し、8Mn 鋼ではそのようなひずみの集中は顕著ではない。
3. ラス内の微小な双晶の内、ラスの長手方向を分断する双晶 (short twin) は、8Mn 鋼でのみ観察された。
4. Short twin は、ラス長手方向の転位の運動を阻害すると考えられる。Short twin がラス面内すべりを抑制することで、より高い応力が必要なラス面外すべりを誘起し、加工硬化率の上昇に寄与する可能性がある。

本研究では、近年、盛んに行われているマイクロ組織レベルの DIC 引張試験を主軸として得られたデータを理論やモデルに基づいて解析した。マイクロ組織レベルの DIC 引張試験を行っている先行研究の多くは、特徴的な点の定量的な解析もしくは、ある領域の視覚に基づく定性的な解析に基づくものがほとんどであった。銀ナノ粒子を DIC 法のランダムパターンとして用いることで、マルテンサイトブロック内部のひずみを精細に測定することができた。さらに、DIC 法と EBSD 法それぞれから得られるデータを相似変換によってコンピュータ上で高精度に結合し、大規模データとした。複数の方法から得られる精細なデータ群を結合し、1つの大規模データとして扱えるようになったことが、本研究の第一歩であった。この大規模データの定量的な解析から得られている知見は上述の通りである。しかし、この大規模データには、さらなる知見が眠っているように思う。今後も研究を継続し、ラスマルテンサイト鋼のマイクロ組織と塑性変形能の関係の理解を進めたい。

参考文献

- [1] 日本金属学会：鉄鋼材料，日本金属学会，（2020）.
- [2] H. Okamoto: The C-Fe (carbon-iron) system, *Journal of Phase Equilibria*, 13(1992), p.543, <https://doi.org/10.1007/BF02665767>.
- [3] 東部金属熱処理工業組合，<https://tobu.or.jp/photo/>，2024年12月5日閲覧.
- [4] 溝口太一郎：ミクロ組織各論，特殊鋼，67（2018），p.37.
- [5] 日本鑄造工学会，<https://jfs.or.jp/question/>，2024年12月5日閲覧.
- [6] 牧正志：鉄鋼の組織制御，内田老鶴圃，（2017）.
- [7] 古原忠：マルテンサイト・ベイナイト組織の形成メカニズムに関する現状の理解，ふえらむ，14（2009），p.97.
- [8] H. K. D. H. Bhadeshia and J. W. Christian: Bainite in steels, *Metallurgical Transactions A*, 21A(1990), p.767.
- [9] Mats Hillert: The nature of bainite, *ISIJ International*, 35(1995), p.1134, <https://doi.org/10.2355/isijinternational.35.1134>.
- [10] 高橋学：薄板技術の100年 -自動車産業と共に歩んだ薄鋼板と製造技術-, 鉄と鋼，100（2014），p.82.
- [11] 吉岡真平，小野義彦，船川義正：省エネと衝突性能を両立させた「1.5 ギガパスカル級自動車用冷延鋼板」，えねるみくす，97（2018），p.244.
- [12] 上西朗弘：NSafe[®]-AutoConceptにおける自動車用高強度鋼板の開発，日本製鉄技報，412（2019）.
- [13] 大畑充：材料の力学と強度，溶接学会誌，77（2008），p.61.
- [14] 葉山益次郎：塑性学と塑性加工 第2版，オーム社，（2018）.

- [15] A. Reuss: Berücksichtigung der elastischen Formänderung in der Plastizitätstheorie, Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik, 10(1939), p.266, <https://doi.org/10.1002/zamm.19300100308>.
- [16] H. Hencky: Zur Theorie plastischer Deformationen und der hierdurch im Material hervorgerufenen Nachspannungen, Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik, 4(1924), p.323, <https://doi.org/10.1002/zamm.19240040405>.
- [17] 高橋寛：多結晶塑性論，コロナ社，（1999）.
- [18] G. I. Taylor: Plastic strain in metals, Journal of the Institute of Metals, 62(1938), p.307.
- [19] 竹内伸：結晶塑性論，内田老鶴圃，（2013）.
- [20] 友田陽，青山誠，竹中正鋭，倉富英明，谷本一郎：焼入れままの低炭素マルテンサイト鋼の利用に関する基礎的検討，日本機械学会論文集 A 編，62（1996）， p.1605， <https://doi.org/10.1299/kikaia.62.1605>.
- [21] S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi and T. Maki: The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys, Acta Materialia, 51(2003), 1789. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00577-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00577-3).
- [22] 牧正志，田村今男：ラスマルテンサイトの形態と内部微視組織，鉄と鋼，67（1981）， P.852， https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.67.7_852.
- [23] S. Morito, X. Huang, T. Furuhashi, T. Maki and N. Hansen: The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels, Acta Materialia, 54(2006), 5323. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.07.009>.
- [24] S. Takaki, K.-L. Ngo-Huynh, N. Nakada and T. Tsuchiyama: Strengthening mechanism in ultra low carbon martensitic steel, ISIJ International, 52(2012), p.710, <https://doi.org/10.2355/isijinternational.52.710>.

- [25] 土山聡宏 : 「不均一変形組織と力学特性」 特集号発刊に寄せて, 鉄と鋼, 110 (2024), p.89, <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.110.89>.
- [26] L. Morsdorf, O. Jeannin, D. Barbier, M. Mitsuhara, D. Raabe and C. C. Tasan: Multiple mechanisms of lath martensite plasticity, *Acta Materialia*, 121(2016), p.202. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.09.006>.
- [27] 柴田航佑, 藤田基暉, 難波茂信, 古賀紀光 : 焼入れままマルテンサイト鋼のひずみ分布に及ぼす旧オーステナイト粒径の影響, 鉄と鋼, 110 (2024), p.110, <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2023-058>.
- [28] 石元良武, 道内真人, 南部将一, 朝倉健太郎, 井上純哉, 小関敏彦 : ラスマルテンサイト組織の引張変形に伴うひずみ分布の測定, 日本金属学会誌, 73 (2009), p.720, <https://doi.org/10.2320/jinstmet.73.720>.
- [29] K. H. Ryou, S. Nambu, T. Koseki: Effect of carbon content on selection of slip system during uniaxial tensile deformation of lath martensite, *Materials Science and Engineering: A*, 777(2020)139090, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139090>.
- [30] Y. Mine, K. Hirashita, H. Takashima, M. Matsuda, K. Takashima: Micro-tension behaviour of lath martensite structures of carbon steel, *Materials Science and Engineering: A*, 560(2013), p.535, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.09.099>.
- [31] T. Ungár, S. Harjo, T. Kawasaki, Y. Tomota, G. Ribárik and Z. Shi: Composite behavior of lath martensite steels induced by plastic Strain, a new paradigm for the elastic-plastic response of martensitic steels, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 48(2017), p.159. <https://doi.org/10.1007/s11661-016-3845-4>.
- [32] K. Sakaguchi, S. Yamasaki, H. Kawata, K. Hayashi and M. Takahashi: Microstructural size effect on strain-hardening of as-quenched low-alloyed

- martensitic steels, ISIJ International, 62(2022), p.2008, <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2022-114>.
- [33] S. Allain, O. Bouaziz and M. Takahashi: Toward a new interpretation of the mechanical behaviour of as-quenched low alloyed martensitic steels, ISIJ International, 52 (2012), p.717. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.52.717>.
- [34] 牧正志, 田村今男: 鉄合金の“thin plate”マルテンサイトとその性質, 日本金属学会会報, 23 (1984), p.229, <https://doi.org/10.2320/materia1962.23.229>.
- [35] 牧正志: 鉄鋼の相変態 -マルテンサイト変態編 II 鉄合金マルテンサイトの内部微視組織および加工誘起変態-, まてりあ, 54 (2015), p. 626.
- [36] 牧正志: 鉄鋼の相変態 -マルテンサイト変態編 I 鉄合金のマルテンサイト変態の特徴-, まてりあ, 54 (2015), p.557.
- [37] T. Maki, K. Tsuzaki and I. Tamura: The morphology of microstructure composed of lath martensites in steels, Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan, 20(1980), p.207, <https://doi.org/10.2355/isijinternational1966.20.207>.
- [38] E. C. Bain and H. W. Paxton: Alloying elements in steels, 2nd edition, American Society for Metals, (1961).
- [39] A. R. Troiano and A. B. Greninger: The martensite transformation, Metal Progress, 50(1946), p. 303.
- [40] S. Morito, K. Oh-ishi, K. Hono and T. Ohba: Carbon enrichment in retained austenite films in low carbon lath martensite steel, ISIJ International, 51(2011), p.1200, <https://doi.org/10.2355/isijinternational.51.1200>.
- [41] J. A. McMahon and G. Thomas: Proceedings of the 3rd International Conference on the Microstructure and Design of Alloys, 1(1973), p. 180. * Title is unknown.

- [42] W. S. Owen, E. A. Wilson and T. Bell: High strength materials, edition by V. F. Zackay, J. Willy and Sons, (1965).
- [43] A. P. Gulyaev, T. F. Volynova and I. Ya. Georgieva: Phase transformations in high-purity Fe-Mn alloys, Metal Science and Heat Treatment, 20(1978), p. 179, <https://doi.org/10.1007/BF00777087>.
- [44] 龍福進, 友田陽 : Fe-Mn および Fe-Mn-Si 系合金のマルテンサイト変態, 茨城大学工学部研究集報, 34 (1986), p.65.
- [45] 潮田浩作, 吉村仁秀, 海藤宏志, 木村謙 : 鉄鋼材料における合金元素の活用の変遷と将来展望, 鉄と鋼, 100 (2014) ,p.716 , <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.100.716>.
- [46] P. Payson and C. H. Savage: Transactions of the American Society for Metals, 33(1944), p. 261. * Title is unknown.
- [47] R. A. Grange and H. M. Stevert: Transactions of the AIME, 167(1946), p. 467. * Title is unknown.
- [48] A. E. Nehrenberg: Transactions of the AIME, 167(1946), p. 494. * Title is unknown.
- [49] E. S. Rowland and S. R. Lyle: The application of M_s points to case depth measurement, Transactions of the American Society for Metals, 37(1946), p. 27.
- [50] J.H. Hollomon and L.D. Jaffe: Ferrous metallurgical design, Wiley, (1947).
- [51] W. Steven and A. G. Haynes: The temperature of formation of martensite and bainite in low-alloy steels, Journal of the Iron and Steel Institute, 183(1956), p. 349.
- [52] K. W. Andrews: Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures, Journal of the Iron and Steel Institute, 203(1965), p.721.

- [53] K. Ishida: Calculation of the effect of alloying elements on the M_s temperature in steels, *Journal of Alloys and Compounds*, 220(1995), p.126, [https://doi.org/10.1016/0925-8388\(94\)06002-9](https://doi.org/10.1016/0925-8388(94)06002-9).
- [54] G. Masing: Zur Heyn'schen Theorie der Verfestigung der Metalle durch verborgen elastische Spannungen, *Wissenschaftliche Veröffentlichungen aus dem Siemens-Konzern*, 3(1923), p.231, https://doi.org/10.1007/978-3-642-99663-4_17.
- [55] P. S. Bate and D. V. Wilson: Analysis of the baushinger effect, *Acta Metallurgica*, 34(1986), p.1097, [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(86\)90220-8](https://doi.org/10.1016/0001-6160(86)90220-8).
- [56] G. Badinier: Ph.D Thesis, University of British Columbia, (2013), <https://open.library.ubc.ca/soa/cIRcle/collections/ubctheses/24/items/1.0073612> (accessed 2022-03-01).
- [57] A. Arlazarov, O. Bouaziz, A. Hazotte, M. Gouné and S. Allain: Characterization and modeling of manganese effect on strength and strain hardening of martensitic carbon steels, *ISIJ International*, 53(2013), p.1076, <https://doi.org/10.2355/isijinternational.53.1076>.
- [58] B. Hutchinson, D. Lindell and M. Barnett: Yielding behaviour of martensite in steel, *ISIJ International*, 55(2015), p.1114, <https://doi.org/10.2355/isijinternational.55.1114>.
- [59] B. Hutchinson, P. Bate, D. Lindell, A. Malik, M. Barnett and P. Lynch: Plastic yielding in lath martensites – An alternative viewpoint, *Acta Materialia*, 152(2018), p.239, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.04.039>.
- [60] N. Koga, M. Fujita and C. Watanabe: Visualization of Microscopic-Scale Strain Distributions in Martensitic Steel over a Wide Range of Tensile Strain by Using

- Digital Image Correlation Method on Replica Film, *Material Transactions*, 62(2021), p.1424, <https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-M2021118>.
- [61] M. Sugiyama, G. Sawa, K. Hata and N. Maruyama: Heterogeneous microstructure of low-carbon lath martensite with continuous yielding behavior in Fe-C-Mn alloys, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 580(2019), 012045, <https://doi.org/10.1088/1757-899X/580/1/012045>.
- [62] Y. Bergström: A dislocation model for the stress-strain behaviour of polycrystalline α -Fe with special emphasis on the variation of the densities of mobile and immobile dislocations, *Materials Science and Engineering*, 5(1970), p.193, [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(70\)90081-9](https://doi.org/10.1016/0025-5416(70)90081-9).
- [63] U. F. Kocks and H. Mecking: Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case, *Progress in Materials Science*, 48(2003), p.171, [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(02\)00003-8](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(02)00003-8).
- [64] H. Petitgand, H. Réglé, O. Bouaziz, T. Iung and S.Barrois: Modelling of grain growth and mechanical properties of IF Steels, *Proceedings of International Conference on the Processing, Microstructure and Properties of IF Steels, IF Steels 2000, ISS, Warrendale, (2000)*, p. 339.
- [65] R. Blondeau: Soudage et techniques connexes, *Les aciers faiblement alliés soudables Influence des éléments d'additions*, 34(1980), p.21.
- [66] R.J. Asaro: Elastic-plastic memory and kinematic-type hardening, *Acta Metallurgica*, 23(1975), p.1255, [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(75\)90044-9](https://doi.org/10.1016/0001-6160(75)90044-9).
- [67] F. B. Pickering: High-strength, Low alloy steels - A decade of progress, *Microalloying 75, Union Carbide, (1977)*.

- [68] 竹内伸：鉄合金の固溶強化（置換型固溶について），鉄と鋼，55（1969），p. 69, https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.55.1_69.
- [69] D. Akama, N. Nakada, T. Tsuchiyama, S. Takaki and A. Hironaka: Discontinuous yielding induced by the addition of nickel to interstitial-free steel, *Scripta Materialia*, 82(2014), p.13, <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2014.03.012>.
- [70] W. B. Morrison and W. C. Leslie: The yield stress-grain size relation in iron substitutional alloys, *Metallurgical Transactions*, 4(1973), p.379, <https://doi.org/10.1007/BF02649647>.
- [71] 白神聡，吉田亨，桑原利彦：単純せん断試験を用いた加工硬化特性評価法と薄鋼板の加工硬化指数ひずみ依存性の定式，鉄と鋼，103（2017），p. 589, <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2017-037>.
- [72] S. Harjo, T. Kawasaki, Y. Tomota, W. Gong, K. Aizawa, G. Tichy, Z. Shi and T. Ungár: Work hardening, dislocation structure, and load partitioning in lath martensite determined by in situ neutron diffraction line profile analysis, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 48(2017), p.4080, <https://doi.org/10.1007/s11661-017-4172-0>.
- [73] 高橋学，上野虎太郎，坂口健太，林宏太郎，川田裕之，山崎重人：局所的なひずみの不均一分布とマクロな応力-ひずみ曲線を同時に再現する試み，鉄と鋼，110（2024），p.90, <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2023-063>.
- [74] M. Takahashi, K. Ueno, K. Sakaguchi, K. Hayashi, H. Kawata and S. Yamasaki: Bridging between Heterogeneous Local Strain Distribution and Macroscopic Stress-strain Curves, *ISIJ International*, 64(2024), <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2023-140>.

- [75] F. Maresca, V. G. Kouznetsova and M. G. D. Geers: Subgrain lath martensite mechanics: A numerical–experimental analysis, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 73(2014), p.69, <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2014.09.002>.
- [76] T. Fischer, T. Zhou, C. F. O. Dahlberg and P. Hedström: Relating stress/strain heterogeneity to lath martensite strength by experiments and dislocation density-based crystal plasticity, *International Journal of Plasticity*, 174(2024), 103917, <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2024.103917>.
- [77] F. J. G. Basile, Y. Naunheim, F. Roters and M. Diehl: Lath martensite microstructure modeling: A high-resolution crystal plasticity simulation study, *Materials*, 14(2021), 691, <https://doi.org/10.3390/ma14030691>.
- [78] S. Yamasaki, H. Matsuo, T. Morikawa and M. Tanaka: Acquisition of microscopic and local stress-strain curves by combination of HR-EBSD and DIC methods, *Scripta Materialia*, 235(2023), 115603, <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2023.115603>.
- [79] M. Park, S. Yako, Y. Takeda, A. Shibata and N. Tsuji: Making stress visible: A method to quantify local stress distribution in metals using digital image correlation method, *Scripta Materialia*, 252(2024), 116265, <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2024.116265>.
- [80] F. Briffod, T. Shiraiwa, K. Yamazaki and M. Enoki: Integrated experimental-numerical investigation of strain partitioning and damage initiation in a low-carbon lath martensitic steel, *Materials Science and Engineering: A*, 876(2023), 145148, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145148>.
- [81] S. Morito, H. Yoshida, T. Maki and X. Huang: Effect of block size on the strength of lath martensite in low carbon steels, *Materials Science and Engineering: A*, 438-440(2006), p.237, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.12.048>.

- [82] 高木節雄, 増村拓朗, 土山聡宏: 単結晶鉄におけるヤング率と弾性スティフネス, 鉄と鋼, 106 (2020), p.679, <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2019-129>.
- [83] Y. Yu, H. Yu and R. D. Sisson Jr.: The effect of carbon content on the c/a ratio of as-quenched martensite in Fe-C alloys, *Materials Science and Engineering: A*, 700(2017), p.592, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.05.094>.
- [84] O. Sherby, J. Wadsworth, D. R. Lesuer and C. K. Syn: The c a ratio in quenched FeC and FeN steels - A heuristic story, *Materials Science Forum*, 539-543(2007), p.215, <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.539-543.215>.
- [85] C. Tian, G. Dehm and C. Kirchlechner: Influence of strain rate on the activation of {110}, {112}, {123} slip in ferrite of DP800, *Materialia*, 15(2021), 100983, <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2020.100983>.
- [86] W. A. Spitzig and A.S. Keh: Orientation dependence of the strain-rate sensitivity and thermally activated flow in iron single crystals, *Acta Metallurgica*, 18(1970), p.1021, [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(70\)90058-1](https://doi.org/10.1016/0001-6160(70)90058-1).
- [87] N. Nguyen, T. Pham and S. Kim: Strain rate-dependent behaviors of mechanical properties of structural steel investigated using indentation and finite element analysis, *Mechanics of Materials*, 137(2019), 103089, <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2019.103089>.
- [88] 新野拓, 井上純哉, 小島真由美, 南部将一, 小関敏彦: 低炭素鋼ラスマルテンサイトの加工硬化挙動に及ぼす固溶炭素の影響, 鉄と鋼, 106 (2020), p.488, <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2019-109>.

- [89] S. Harjo, W. Gong, T. Kawasaki, S. Morooka and T. Yamashita: Revisit deformation behavior of lath martensite, *ISIJ International*, 62(2022), p.1990, <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2022-207>.
- [90] T. Hanamura, S. Torizuka, S. Tamura, S. Enokida and H. Takechi: Effect of Austenite Grain Size on Transformation Behavior, Microstructure and Mechanical Properties of 0.1C–5Mn Martensitic Steel, *ISIJ International*, 53(2013), p.2218, <https://doi.org/10.2355/isijinternational.53.2218>.
- [91] 前田晃宏, 鳥塚史郎, 足立大樹: 放射光を用いた 0.1%C-2%Si-Mn フレッシュマルテンサイト鋼の 5%Mn 添加による強度延性上昇機構の解析, *自動車技術会論文集*, 49 (2018), p.856, <https://doi.org/10.11351/jsaeronbun.49.856>.
- [92] 藤田清比古, 盛利貞, 大西正之, 橋本精二, 矢田昌宏: 鋼のオーステナイト結晶粒度におよぼすアルミニウム, 窒素, 炭素, けい素, およびマンガンの影響, *鉄と鋼*, 59 (1973), p.764, https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.59.6_764.
- [93] 津村輝隆, 鎌田芳彦, 田ノ上修二, 大谷泰夫: 低合金鋼のオーステナイト結晶粒の微細化と粗大化, *鉄と鋼*, 79 (1984), p.1993, https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.70.15_1993.
- [94] 森戸茂一, 大庭卓也, A. K. Das, 林泰輔, 吉田舞: 低炭素鋼ラスマルテンサイトの加工組織における固溶炭素と残留オーステナイトフィルムの役割, *鉄と鋼*, 98 (2012), p.245, <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.98.245>.
- [95] 棗田浩和, 北原周, 橋本俊一: 5%Mn 鋼における残留オーステナイトの機械的特性に及ぼす影響, *鉄と鋼*, 102 (2016), p.525, <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2015-104>.

- [96] S. K. Das and G. Thomas: On the morphology and substructure of martensite, *Metallurgical Transactions*, 1(1970), p.325, <https://doi.org/10.1007/BF02819291>.
- [97] D. Ping, T. Liu, M. Ohnuma, T. Ohmura, T. Abe and H. Onodera: Microstructural evolution and carbides in quenched ultra-low carbon (Fe–C) alloys, *ISIJ International*, 57(2017), p.1233, <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2016-624>.
- [98] D. H. Ping, S. Q. Guo, M. Imura, X. Liu, T. Ohmura, M. Ohnuma, X. Liu, T. Abe and H. Onodera: Lath formation mechanisms and twinning as lath martensite substructures in an ultra low-carbon iron alloy, *Scientific Reports*, 8(2018), 14264, <https://doi.org/10.1038/s41598-018-32679-6>.
- [99] X. Liu, D. H. Ping, H. P. Xiang, X. Lu and J. Shen: Nanoclusters of α -Fe naturally formed in twinned martensite after martensitic transformation, *Journal of Applied Physics*, 123(2018), 205111, <https://doi.org/10.1063/1.5034146>.
- [100] M. Sugiyama, M. Takei, S. Sekida and N. Maruyama: Characterization of hierarchical lath martensite microstructure in low carbon steels using ultra-high voltage TEM and SEM-EBSD analysis, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 1249(2022), 012020, <https://doi.org/10.1088/1757-899X/1249/1/012020>.
- [101] 上野虎太郎, 藤村里奈, 光原昌寿, 林宏太郎, 樋渡俊二, 高橋学: 低炭素ラスマルテンサイト鋼のミクロ組織と加工硬化挙動に及ぼすマンガンの効果, *鉄と鋼*, 110 (2024), p.364, <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2023-068>.

- [102] K. Ueno, R. Fujimura, M. Mitsuhashi, K. Hayashi, S. Hiwatashi and M. Takahashi: Effects of Manganese on Microstructure and Work-hardening Behavior of Low-carbon Lath Martensitic Steel, *ISIJ International*, 65 (2025). * In press.

謝辞

皆様へのお礼の前に、修士課程、博士課程での生活を振り返らせていただきたい。私の修士課程はコロナウイルス感染症による様々な制限とともに始まった。高橋先生の九州大学への着任も同時であった。研究室を立ち上げようにも登校はできず、最初の数か月はオンラインでの勉強会であった。しかし、この期間に、金属学の基礎を復習し、マルテンサイト変態の結晶学など、実験だけやっていたは触れなかったであろう理論を学ぶことができた。博士課程への進学を決めたのは、修士1年の冬だったと思う。高橋先生、中島先生のご定年と私が博士号を取れるタイミングがちょうど同じで、博士号を取るなら今しかないと思ったことが決め手だった。もちろん、あくまでスムーズに取れた場合の話で、スムーズにいかなければ指導教員が途中で変わるというリスクは存分にあった。また、巷で言われているように博士号を取ると仕事に困るという話や博士課程在学中の金銭面も気にしなかったわけではない。このことについては、私本人よりも両親がかなり心配したようである。しかし、久留米工業高等専門学校に入学して以来、私がお世話になった社会人の方の相当数が博士であったし、博士号の取得を目指す中島・光原研究室の先輩、九州大学や久留米工業高等専門学校の同期が大勢いたので、少なくとも就職についてはあまり心配しなかった。博士課程では、先生方のご紹介や学協会での活動を通して、産官学の研究者や九州大学内外の博士課程の学生と交流させていただき、就職についての心配は皆無になった。金銭面については、手当たり次第に奨学金や博士支援プログラムに応募したかいもあり、科学技術振興機構 次世代研究者挑戦的研究プログラム、日本学生支援機構 第一種奨学金、日本国際教育支援協会 三菱商事科学技術学生奨学金を受給することができた。また、博士課程1年では、久留米工業高等専門学校の先生方のご紹介により、久留米市立牟田山中学校で技術・家庭科技術分野の非常勤講

師をさせていただいた。さらに博士課程 3 年に進級するタイミングで、久留米工業高等専門学校機械工学科の助教として採用いただき、就職・金銭面の不安がまったくなくなった。人との出会いはもちろん、就職にしても、金銭面にしても、非常に恵まれた博士課程を送らせていただいた。これは、私の実力というよりも、運や周りの方々のお陰であると思う。あまりにも運が良かったと感じており、この後の人生が恐ろしくもある。今後は、これまでいただいていたお陰をお返ししていきたいと思う。

修士課程、博士課程で、中島・光原研究室（現 光原研究室）、高橋・樋渡・林研究室の 2 つの研究室に所属したことで、多くの先生、職員の方にお世話になった。高橋先生には、研究とは何かということを教えていただいた。「良いものを作ることは企業がすること。大学がすることは、なぜそういう特性になるのかを明らかにすること。」という先生のお言葉は、今後の研究テーマを決める上での中心に置きたい。先生には、多くの学協会講演会に連れて行っていただき、国内外の第一線の研究者をご紹介いただいた。京都で開催された ISSS 2024 では、高橋先生の指導教員である Bhadeshia 先生とお会いした。私の発表に質問いただき、写真を撮っていただいたことは一生忘れないと思う。また、博士課程に在学しながら、中学校での非常勤講師や久留米工業高等専門学校への就職をお許しいただいたことにとっても感謝している。中島先生は、ご定年の 1 年前に国立高等専門学校機構の理事になるため、九州大学をご退職された。定年よりも早く退職されたことに加え、国立高等専門学校機構の理事という、久留米工業高等専門学校で働く予定の私にとっては、上司になられるということに驚いた。九州大学では、総合理工学府の長として、研究室外でのお仕事が多く、先生とお会いする場は研究室の懇親会であった。懇親会の後は先生を奥様の待つお宅までお送りすることが定例であった。樋渡先生には、日本製鉄フェローとして大変お忙

しい中、主にラスマルテンサイトの変形についてご議論いただいた。元フェローの高橋先生、現フェローの樋渡先生、私という3人の議論では、度々、私がついていけず、私はこの場に必要だろうかと思っていた。しかし、この議論を通して、実験データを理論で考察するということがわかったように感じる。未だ、実験データを理論で考察するということができるようになったとは、断言できない。今後も鍛錬を積みたい。林先生には、議論はもちろん、試料の準備、予備データのご提供、発表の手続きなど、様々なことでお世話になった。私の発表について、厳しい評価をいただいたこともある。しかし、そのことがきっかけで発表の方法や準備を改善することができ、その後の発表では、企業の方から面白いとお声掛けいただいた。光原先生には、主査として研究はもちろん、装置の管理や学内手続きなどで大変お世話になった。中島先生ご退職後は、研究室の中心として、学生一人一人に温かく接し、指導されている。私は、就職による社会人博士への変更という前例のないことを行ったため、ご心配、ご迷惑をおかけした。山崎先生は、コロナウイルス感染症により活動が制限されている間に、工学研究院へ異動された。そのため、直接、ご議論いただいた回数はそれほど多くない。しかし、先生が採られたデータや作られた解析手法によって私は研究を進めることができた。藤村先生には、マルテンサイトラス内の微細双晶をTEMで観察いただくとともに、TEMの扱い方を教えていただいた。研究室での業務は、半年間であったにもかかわらず、私の研究を大きく進めていただいた。研究室秘書の石川様、藤井様、森田様には、事務手続きや出張の手配、いろいろな相談など公私ともにお世話になった。

研究室外の九州大学の教職員の方、共同研究をしていただいた日本製鉄の方にも大変お世話になった。波多先生、工学研究院の田中先生には副査をしていただいた。波多先生には、普段使用する電子顕微鏡や総合理工学特別考究第二でも

お世話になった。田中先生には、先生が日本鉄鋼協会「若手金属材料研究者の交流」フォーラムで講演された際や学協会での懇親会の際にお世話になった。

久留米工業高等専門学校には、入学以来、現在までお世話になっている。専攻科修了時には、「いつか教職員として戻って来たらいいな」と漠然と思っていた。まさか、博士課程在学中に助教として採用いただけるとは夢にも思っていなかった。博士号取得のため、機械工学科の先生方をはじめ、多くの先生、技術職員、事務職員の方々に様々な面でご配慮いただいた。授業や部活動で関わっている学生は、私の拙く、旧式の授業や指導に困惑することも多いと思う。私は、教室という一つの空間に学生と教員が集まり、教員の板書を学生がノートに写す、資料は紙で配布するという古いやり方をしている。板書が多い、検図が厳しいという声も聞こえている。しかし、少なくとも計算を主とする科目や製図では、実際に手を動かして書く（描く）ということが最も学習効果が高いと思っている。また、教室や部室に学生が集まることそれ自体に意義があると思っている。上手く言語化できないが、オンラインでは得られないことが必ずある。

日本鉄鋼協会、日本熱処理技術協会では、多くの研究者、技術者の方にお会いし、研究に関する知見を深めることができた。特に、博士2年生から参加させていただいている日本鉄鋼協会「若手金属材料研究者の交流」フォーラムでは、新進気鋭の若手研究者の方とご議論いただき、とてもよい刺激をいただいている。

修士課程、博士課程を過ごす上で、同世代の研究室内外の仲間の存在も重要である。高橋・樋渡・林研究室の1期生は、木之下君、坂口君、私の3人であった。コロナウイルス感染症による制限の中、中島・光原研究室の同期とも一緒に研究し、充実した日々を過ごした。博士課程の先輩として、出口博士、徳澄博士には、研究や博士号取得の手続きで相談相手になっていただいた。中島・光原研究室、高橋・樋渡・林研究室の先輩や後輩とは、研究はもちろん、様々な行事を

一緒に行った。私は残念ながら力になれなかったが、ソフトボール大会の常勝研究室であることを誇りに思う。2023年度には、九州大学筑紫キャンパス学生協議会の会長をさせていただいた。協議会では、様々な専門分野の学生と交流した。また、教職員、協議会会員の方々と協力し、CSS-EEST 25th を開催した。中学卒業後、5年ないし7年間で共に過ごした久留米工業高等専門学校機械工学科の同期、ロボットコンテスト部の先輩、同期、後輩との交流は今でも続いている。毎月のオンライン飲み会や年数回の飲み会を大変楽しみにしている。機械工学科の同期やロボットコンテスト部の先輩、同期、後輩には、多くの博士課程進学者がいる。現状を報告し合い、励まし合って来られたことは大変幸せであった。

私は、家族の中で初めて高等教育を受けた。大学院に進んだのは、私の知る限り、親族の中で初めてである。高等専門学校、大学院と決して普通ではない進路を選んだことで多くの心配をかけたと思う。両親、祖父母は物心両面で支えてくれた。妹や親族、小中学校の友達、地域の方々に応援していただいた。お付き合いしている青木麻穂さんとは、お互いの家を行き来はしても、遊びに行くことはままならなかった。持ち帰った仕事をすることに理解を示してくれたことにとっても救われた。麻穂さんのご家族には、おいしい料理で迎えていただいた。

これまでお世話になった数え切れないほど多くの方々に最大級の謝意を表す。紙面の都合で一人一人のお名前は割愛させていただくことをご了承いただきたい。これからは、これまでお世話になった方々に恩返しすることはもちろん、日本や世界の平和のために人生を送りたいと思う。

2024年12月吉日

久留米工業高等専門学校旭町宿舎にて記す。

上野虎太郎