

論文 / 著書情報
Article / Book Information

題目(和文)	鉄系マルテンサイトにおける変態内部応力と低温脆性破壊に関する研究
Title(English)	Study on transformation internal stress and cryogenic brittle fracture in ferrous martensite
著者(和文)	福井大介
Author(English)	Daisuke Fukui
出典(和文)	学位:博士(工学), 学位授与機関:東京工業大学, 報告番号:甲第12409号, 授与年月日:2023年3月26日, 学位の種別:課程博士, 審査員:中田 伸生,尾中 晋,木村 好里,稲邑 朋也,寺田 芳弘
Citation(English)	Degree:Doctor (Engineering), Conferring organization: Tokyo Institute of Technology, Report number:甲第12409号, Conferred date:2023/3/26, Degree Type:Course doctor, Examiner:,,,,
学位種別(和文)	博士論文
Type(English)	Doctoral Thesis

令和4年度 博士学位論文

鉄系マルテンサイトにおける
変態内部応力と低温脆性破壊に関する研究

東京工業大学 物質理工学院

福井 大介

第1章 序論	1
1.1 本研究の背景.....	2
1.2 残留応力の定義とその測定手法.....	7
1.2.1 巨視的残留応力と微視的残留応力.....	7
1.2.2 微視的な内部応力分布に適した測定手法.....	10
1.3 ラスマルテンサイト組織の特異な力学特性挙動.....	14
1.4 マルテンサイト組織の低温脆性破壊.....	16
1.5 本論文の目的および構成.....	19
1.6 参考文献.....	20
第2章 マルテンサイト変態の Bain ひずみに起因した変態内部応力	24
2.1 緒言.....	25
2.2 実験方法.....	29
2.2.1 試料作製.....	29
2.2.2 組織観察.....	31
2.2.3 結晶方位測定.....	31
2.2.4 局所的な格子定数比の測定.....	32
2.2.5 巨視的な格子定数比の測定.....	34
2.2.6 集束イオンビームによる微細加工.....	34
2.2.7 デジタル画像相関法による残留ひずみ測定.....	34
2.2.8 硬度試験.....	35
2.3 実験結果.....	36
2.3.1 焼入れままマルテンサイトの結晶学的特徴.....	36
2.3.2 bcc マルテンサイトの巨視的および微視的な正方晶性.....	39
2.3.3 微視的な残留ひずみと Bain ひずみとの関係.....	45
2.3.4 残留ひずみ緩和による軟化.....	50
2.4 考察.....	53
2.4.1 試料内部における残留応力と残留ひずみの評価.....	53
2.4.2 Bain ひずみに起因した残留ひずみとミクروسケールにおける bcc マルテンサイトの正方晶性との関係.....	57
2.4.3 機械的性質に及ぼす内部応力の影響.....	61
2.5 まとめ.....	62
2.6 参考文献.....	63

第3章 マルテンサイト鋼の変態内部応力によるへき開破壊の異方性	65
3.1 緒言.....	66
3.2 実験方法.....	68
3.2.1 試料作製.....	68
3.2.2 変態開始温度測定.....	72
3.2.3 シャルピー衝撃試験.....	72
3.2.4 組織観察.....	73
3.2.5 結晶方位測定.....	73
3.2.6 微視的内部応力測定.....	73
3.3 実験結果.....	75
3.3.1 0.1C-5Mn 鋼におけるラスマルテンサイトの結晶学的特徴.....	75
3.3.2 ラスマルテンサイトにおける Bain ひずみによる変態内部応力の異方性.....	77
3.3.3 焼入れままラスマルテンサイトの低温へき開破壊.....	81
3.3.4 ラスマルテンサイトにおける{001}面へき開破壊の異方性.....	84
3.4 考察.....	89
3.5 まとめ.....	97
3.6 参考文献.....	98
第4章 マルテンサイト鋼の変態内部応力に起因した異方的へき開破壊の力学解析 ...101	
4.1 緒言.....	102
4.2 実験方法.....	103
4.2.1 試料作製.....	103
4.2.2 三点曲げ試験.....	105
4.2.3 組織観察.....	105
4.2.4 結晶方位測定.....	106
4.2.5 拡張有限要素法解析(eXtended Finite Element Method: XFEM).....	106
4.3 実験結果および考察.....	107
4.3.1 静的破壊試験における力学特性挙動と脆性破面の結晶学的解析.....	107
4.3.2 拡張有限要素法(XFEM)を用いたき裂進展解析.....	114
4.5 まとめ.....	120
4.6 参考文献.....	121
第5章 総括	122
謝辞.....	126

第 1 章

序論

第1章 序論

1.1 本研究の背景

鉄鋼材料は、自動車、鉄道、航空機等の輸送機器あるいは高層ビルや橋梁といった建築部材として幅広く使用されており、現代社会において欠かせない構造材料の一つである。特に近年では、社会的な高強度化ニーズの高まりによって、高強度鋼の研究が注目されており、[Fig. 1-1](#)[1]に示すように、他の相変態組織に比べて高強度を有しかつ幅広い強度レベルをカバーすることが可能なマルテンサイト組織に関する研究が盛んに行われている。現在、使用されている自動車用鋼板の引張強さは、約 0.3 GPa~1.8 GPa 超級まで広い強度レベルの材料が実用化されており[2]、更なる高強度鋼を開発する上では、鉄鋼材料におけるマルテンサイト組織の力学特性や強化機構を解明することが重要である。

マルテンサイト組織の中でも、炭素(C)量が 0.6mass%以下の鋼材を焼入れすることで得られるラスマルテンサイト組織は、高強度鋼の基地組織として利用されており、古くから多くの研究がなされているため、ラスマルテンサイト組織に関する力学特性や強化機構について膨大な研究成果が蓄積されている。特に、過飽和に固溶したCによる固溶強化は、ラスマルテンサイト組織の重要な強化因子の一つであり、[Fig. 1-2](#)[3]および [Fig. 1-3](#)[4]に示すように、C量の増加に従って、ビッカース硬さ、引張強さ、降伏応力(0.2%耐力)が増加する。また、Cの固溶のみならず、ラス、ブロック、パケット、旧オーステナイト粒界といった階層的な下部組織の存在[[5], [6], [7], [8], [8], [9], [10], [11], [12]]も強化因子として寄与していると考えられている。ラスマルテンサイトは、前述のように複雑な階層的な下部組織を有していることもあり、結晶粒径の定義が明確とはなっていないが、パケット径やブロック径との間に Hall-Petch の関係が成立する[13]。最近の研究[[7], [10], [11], [12]]では、ブロック境界が転位の運動に対して効果的な障害物として働くことから、ブロック境界が有効結晶粒径であるとの見方もある。また、引張試験における降

伏挙動では、晶癖面の配向に起因して優先的に降伏する塑性異方性[[5], [6], [7], [8]]も報告されており、マイクロ組織と力学特性が密接な関係を持っていることが分かる。当然、マイクロ組織の中には、格子不変変形によって導入された高密度な転位[14]も含まれていることから、転位も重要な強化因子の一つである。このように、複数の強化因子が複合的に働き、一般的にはこれらの単純加算則でマルテンサイトの強化機構が議論されてきた。しかし、最近では、新たな強化因子の一つとして、残留応力の影響[[15], [16]]が報告されている。

古くは1950年代に、Muirら[17]によって残留応力が力学特性に及ぼす影響が報告されており、焼入れマルテンサイトが示す低い弾性限(300MPa~500MPa)は(Fig. 1-3 参照)、焼入れによる残留応力が原因であると指摘している。また、LesileとSoberらは[18]、塑性変形の初期段階における見かけ上の高い加工硬化率は、残留応力緩和の結果であると述べている。最近では、Hutchinsonらが[[15], [16]]、マイクロ組織中に微視的な残留応力を組み込んだ結晶塑性有限要素法解析によって、引張試験中におけるマルテンサイトの連続降伏挙動を適切に表現でき、さらに引張変形後の中性子回折法で見られる回折ピークの非対称性やピークの狭小化を再現できることを報告している。しかしながら、残留応力の分布や発現機構を定量的に評価し、それが力学特性に及ぼす影響を報告した例は、未だにない。

そこで本論文は、マルテンサイト組織中に発生する微視的な残留応力を定量的に評価し、その発現機構とそれに伴う力学特性評価、特に、低温脆性破壊への影響を検討したものである。

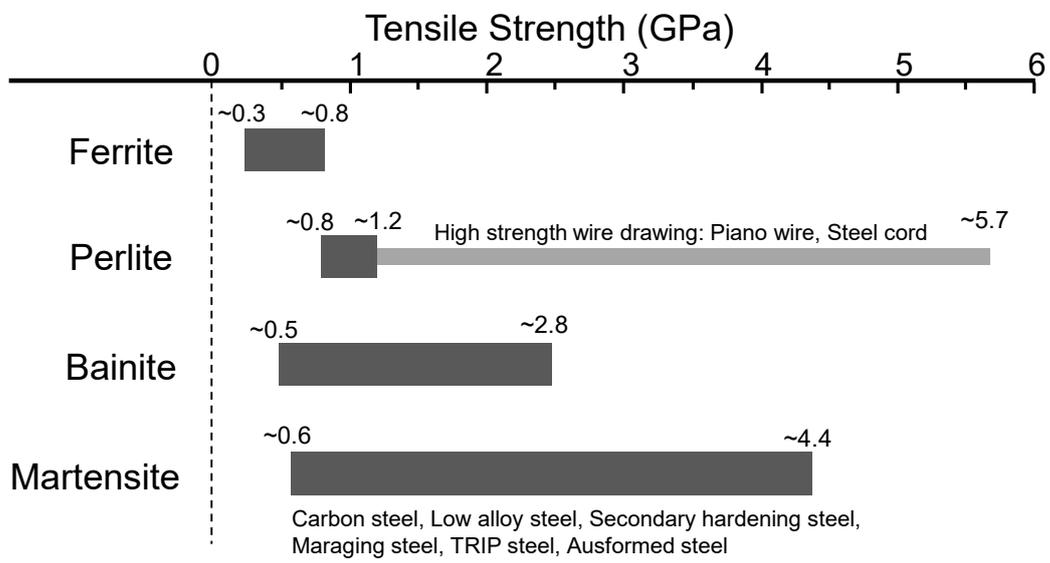


Fig. 1-1. Strength levels of various transformation products in steel. Figure based on [1].

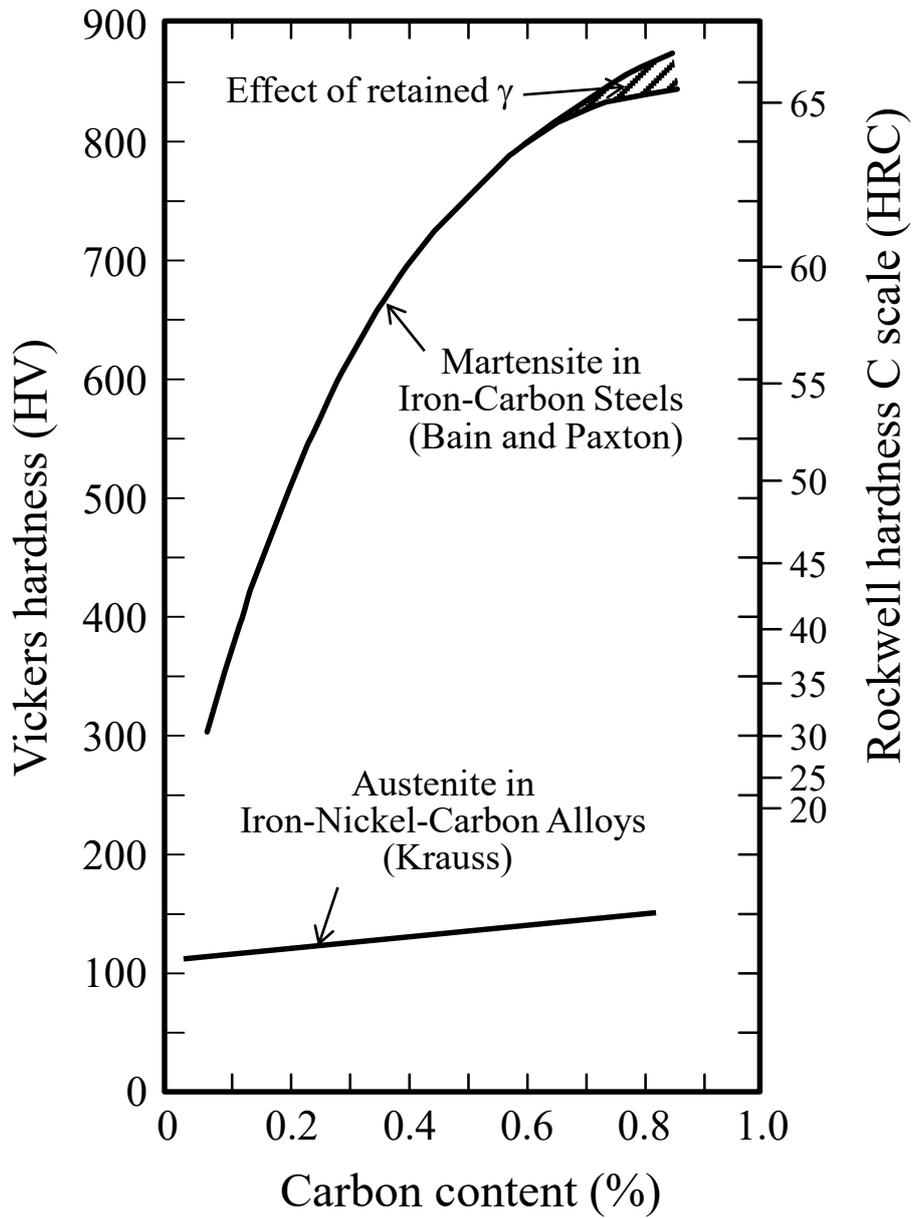


Fig. 1-2. Hardness of as-quenched martensite in steel as a function of carbon content. Figure reproduced from [3].

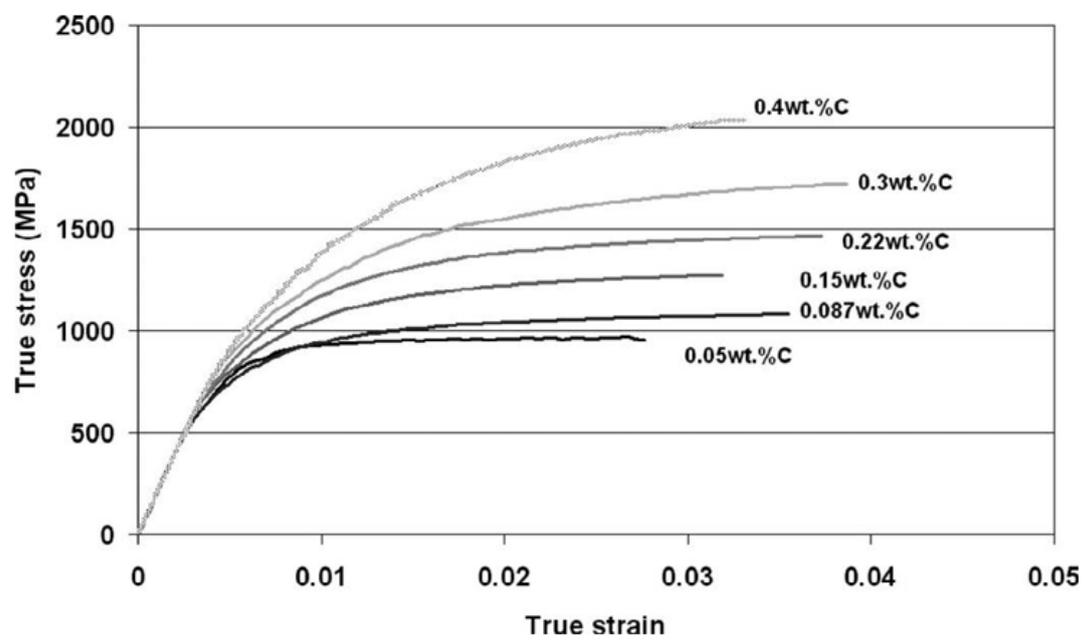


Fig. 1-3. Stress-strain curves of as-quenched martensitic steels with different carbon content. Figure adapted from [4].

1.2 残留応力の定義とその測定手法

1.2.1 巨視的残留応力と微視的残留応力

残留応力は外力を除去した後でも物体内に存在する応力のことであり、Hookeの法則によって残留応力を生み出すひずみを残留ひずみと呼ぶ。残留応力は、塑性変形や熱膨張、相変態など、局所的な変形が不均一に生じた場合に発生するため、残留応力の分布は一樣ではない。ただし、物体の平衡状態を満足するため、物体全体の残留応力は釣り合う性質を持っており、このことから内部応力と呼ばれることもある。本研究では、この応力の釣り合いに着目した議論を行うため、以降では内部応力という呼称に統一する。

鋼を焼入れた場合、材料の表面と内部で温度勾配が生じ、表面に遅れて内部で体積膨張を伴ったマルテンサイト変態が生じる。このようなマルテンサイト変態の時間ならびに場所による差異は鋼材表面に顕著な引張内部応力をもたらし、焼割れや疲労限の低下など、材質劣化につながるものが良く知られている。このようなマルテンサイト変態の時間ならびに場所による差異を考慮すると、マルテンサイトはオーステナイト粒界などを優先サイトとして不均一核生成するうえ、個々のマルテンサイト晶は固有の変態ひずみを生み出すため、結晶粒サイズでも内部応力が発生すると予想される。さらに、より微視的な視点では、成長した個々のマルテンサイト晶が会合する界面では不均一なひずみを生み出し、格子不変変形によって導入された転位も原子スケールでの内部応力を発生させる。すなわち、マルテンサイト組織中には、鋼材表面に発生するような巨視的な内部応力に加え、マイクロ組織中に存在する微視的な内部応力も内在する。これらの内部応力は、便宜的に長さスケールに応じて3つに分類されており、大きい順より Type-I、Type-II、Type-IIIと呼ばれる[19]。Fig. 1-4に α 相と β 相から成る多結晶組織中での内部応力状態を模式的に示す。Type-Iは、複数の結晶粒にわたって長範囲に分布する巨視的な内部応力であり、加熱・冷却が不均一で急激な温度勾配を持つ溶接部品に存在する熱応力や機械加工によって導入される残留応力である。そのため、前述のように、マルテン

サイト変態の体積膨張によって生じるような鋼材表面に発生する引張内部応力は Type-I の内部応力に相当する。一方で、Type-IIは、単一の結晶粒内部に存在する平均的な微視的内部応力を意味し、これは個々のマルテンサイト組織中に分布する固有の変態ひずみに起因した内部応力に相当する。そして、Type-IIIは格子欠陥周りの応力など結晶粒内で不均一に分布する微視的な内部応力である。通常、数十 mm オーダー以上の機械部品や大型構造物の巨視的な力学特性を研究する場合、Type-IIや Type-IIIの内部応力は無視される傾向にあるが、マイクロ組織が力学特性に大きな影響を与えることを考慮すると、マイクロ組織に依存して分布する Type-IIあるいは Type-IIIの内部応力が力学特性に影響を与えることは明らかである。このように、材料の強度や破壊メカニズムを評価する上では、単に巨視的な内部応力を測定するだけでなく、微視的に分布した内部応力状態をも考慮して、材料の変形挙動や強度発現機構を考察することが重要であろう。

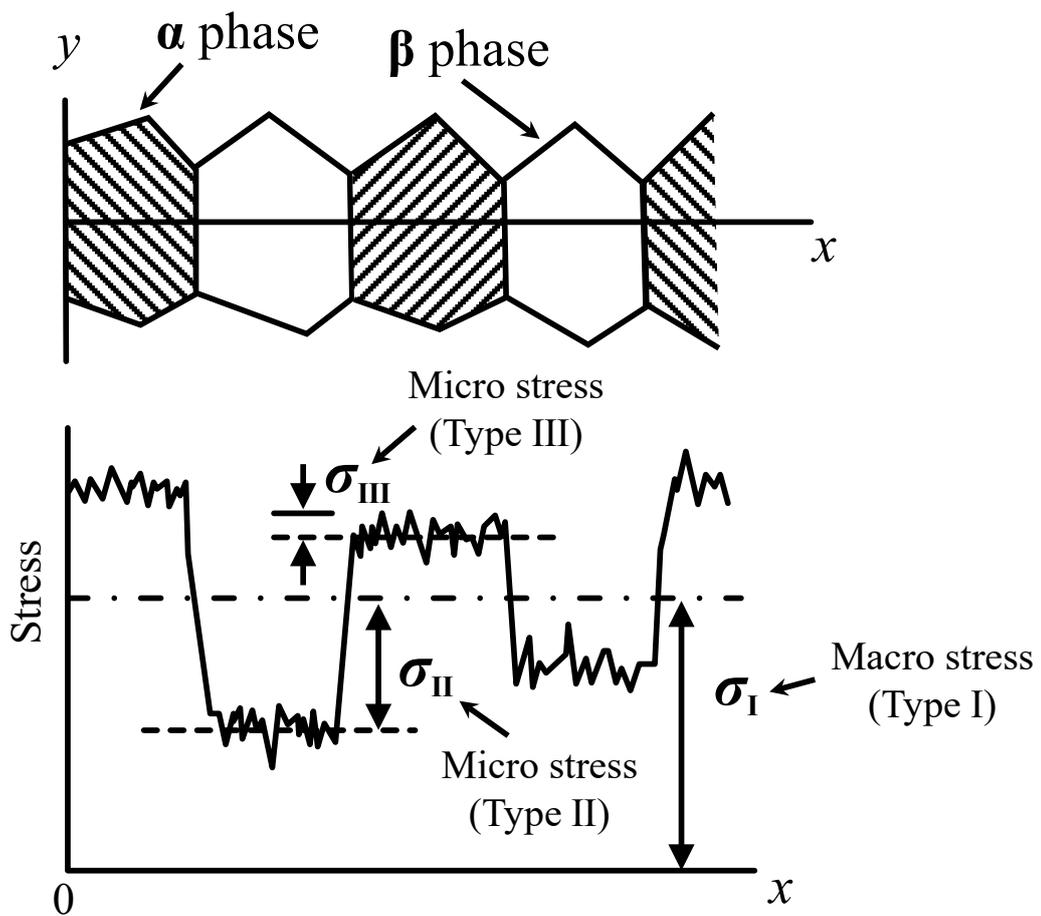


Fig. 1-4. Schematic illustration of Type-I, II, and III internal stresses in a two-phase polycrystal material.

1.2.2 微視的な内部応力分布に適した測定手法

金属などの結晶材料における内部応力測定では、X線や中性子線などの回折法を用いた手法が広く用いられている。特に、中性子回折法は、中性子が電荷を持たないため、電子によって散乱されるX線に比べると透過性が高いので、材料内部の残留応力を測定できる方法として注目されている。[Fig. 1-5](#)[20]は、中性子回折法によって測定された配管溶接部近傍の内部応力分布を示す。このように、溶接構造物のような材料全体の巨視的な内部応力いわゆる Type-I の内部応力を測定する上では有効な手段と言える。また、材料の集合組織や転位密度などのマイクロ組織因子をバルク平均で評価できることから、マルテンサイト組織の巨視的な変形挙動や強度発現機構を理解する上では、非常に重要な手法である[[21], [22], [23], [24], [25], [26], [27]]。しかしながら、X線回折法や中性子回折法などのビーム径は比較的大きく、その空間分解能が低いため、ラスマルテンサイト組織のようなマイクロ組織に依存して不均一に生じた内部応力場の空間分布を特定することは難しい。さらに、これらの測定方法は、基準となる無ひずみ状態における格子面間隔が必要なため、すでに高密度の格子欠陥を含むようなマルテンサイト組織に適応させるためには、様々なマイクロ組織状態を考慮する必要がある。そこで、最近では、このような課題を克服するため、集束イオンビーム(FIB: Focused Ion Beam)による微細加工によって、ミクروسケールに分布した残留ひずみを直接評価する手法が開発されている[[28], [29], [30]]。この手法では、[Fig. 1-6](#)[31]に示すように、FIBによって試料表面にリング状の溝を加工し、外部拘束を除去することで内部応力を解放する。そして、同一視野で観察された加工前後のSEM像を比較することで加工部内の残留ひずみ量を取得し、Hookeの法則から内部応力を評価している。その他にも、FIBを用いたスリット加工法[32]や穿孔法[33]などミクروسケールに内部応力を評価する手法が確立されている。これらは試料表面上における内部応力測定に限定されるものの、ラスマルテンサイト組織のようなマイクロ組織に依存した局所的な内部応力いわゆる Type-II の内部応力を測る上では有効な手段である。そこで本研究では、これらの方法を利用して、変態後のマルテンサイト中

に存在する Type-II の内部応力に焦点を当てた研究を進めることとした。すなわち、転位などの格子欠陥や個々のマルテンサイトラス内に存在する Type-III の内部応力を対象としておらず、これらを内包したより大きなサイズでの微視的内部応力について取り扱うことに注意されたい。

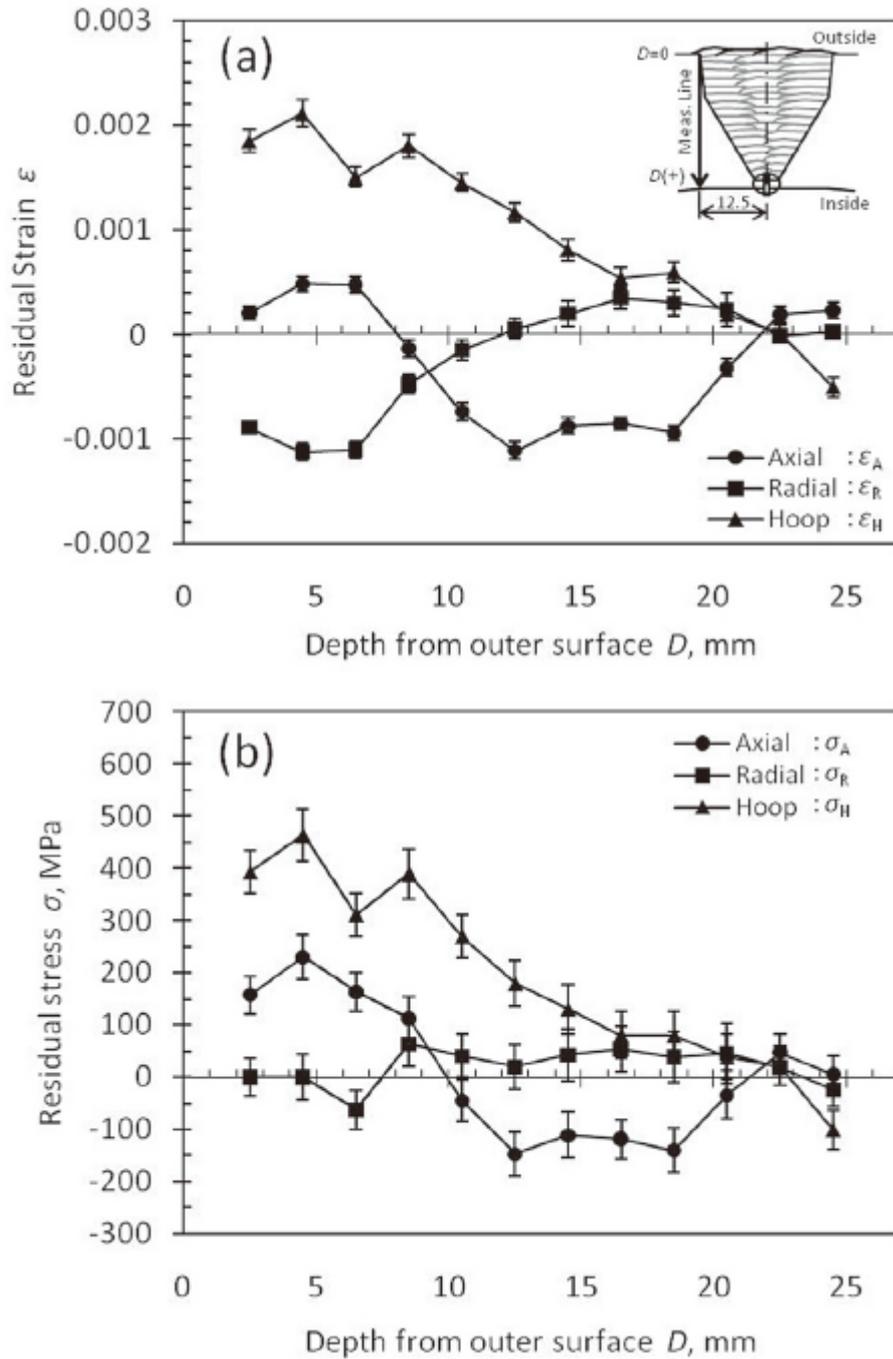


Fig. 1-5. Distributions of (a) residual strain and (b) residual stress in welding joint. Figures adapted from [20].

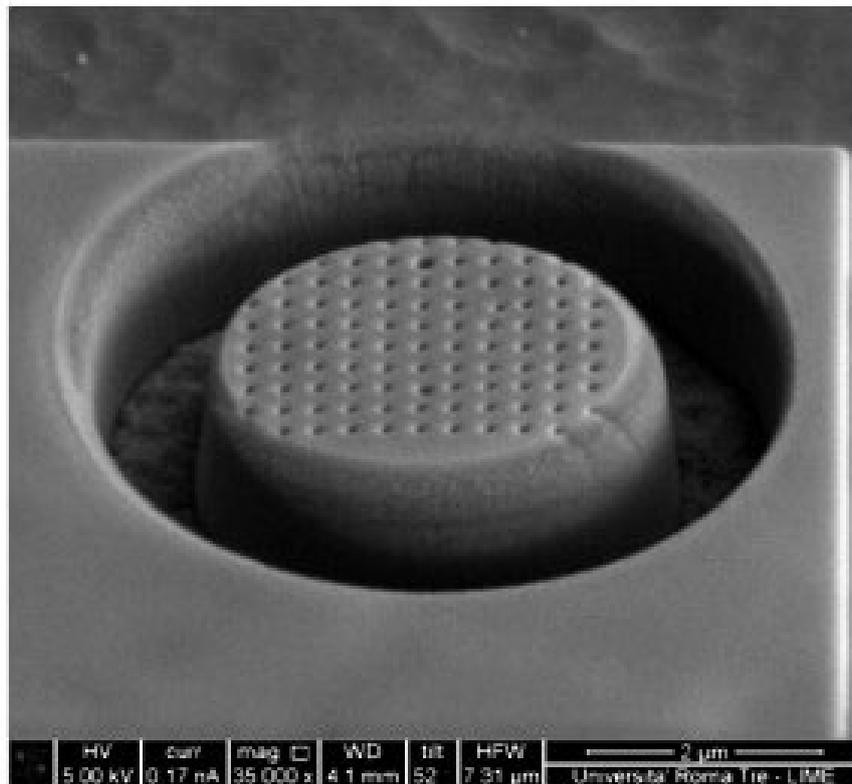


Fig. 1-6. An SEM image showing an example of the FIB ring-core milling technique. Figure adapted from [31].

1.3 ラスマルテンサイト組織の特異な力学特性挙動

鉄鋼材料におけるマルテンサイトの引張強さと降伏応力(0.2%耐力)は、他の変態組織に比べて高く、炭素含有量に比例してほぼ直線的[34]に増加する。しかしながら、焼入れままの低中炭素鋼で得られるラスマルテンサイトの引張試験時では、約 300MPa～500MPa の比較的低応力で降伏し(Fig. 1-3 参照)、その後大きな加工硬化率で塑性変形する連続降伏挙動を示すことが知られている。特に、低応力下における初期降伏現象(低弾性限)の発現については古くから指摘されており、主に、以下の4つのメカニズムが考えられている。

- (1) 焼入れ後のマルテンサイト中には、高密度な転位が生成されるため、低応力下でも比較的容易に移動する可動転位が存在する。
- (2) 残留オーステナイトがマルテンサイト中に存在しており、軟質相である残留オーステナイトが低応力下で降伏している。
- (3) 焼入れ後のマルテンサイト中には炭素が不均一に存在するため、局所的に軟質な部分と硬質な部分が混在しており、負荷時には異なる応力下で順次降伏するので、軟質部分においては低応力下で降伏する。
- (4) 焼入れ後のマルテンサイト中には残留応力を含んでおり、それらが低応力下での初期降伏を助長する。

このように、4つのメカニズムが提唱されているが、いずれのモデルも一長一短がある。例えば、(1)のメカニズムでは、C原子のような侵入型原子のないマルテンサイトには適応できるものの[[35], [36]]、十分にCを含有した炭素鋼などでは焼入れ直後において、C原子が転位などの格子欠陥に偏析していることが最近の原子プローブ解析[[37], [38]]によって報告されているので、Cottrell 固着によってむしろ転位は完全に固定されていると考えるのが妥当に思われる。また、(2)のメカニズムにおいては、残留オーステナイトがほとんど生じない低炭素マルテンサイトでは、そもそも成立しない。(3)は、Allain ら[4]の用いた「連続複合アプローチ(Continuum Composite Approach: CCA)」モデル

によって、その妥当性が示されている。彼らは、マルテンサイトの構成体において、降伏強度が本質的に不均一である場合、柔らかい構成要素が先に降伏して低弾性限を示し、その後硬い構成要素が連続して降伏することで、高い加工硬化率を示すことを提案した。これは、マルテンサイト内の不均質な炭素分布が降伏強度の偏差を生じさせるとし、焼入れままマルテンサイトの引張挙動とバウシinger挙動を表現できることを示した。しかし、局所的な強度分布を調べるために実施されたナノインデンテーション試験では[39]、CCAモデルで必要とされるほどのナノ硬度のバラつきがなく、すべてを合理的に説明するのは難しいとされる。(4)は、最近では、Hutchinsonら[[15], [16]]によって提唱されているメカニズムであり、マルテンサイト変態によって生じるType-IIの内部応力に基づく同様の複合モデルが示されている。彼らは、引張変形後の中性子回折法などで報告されている回折プロファイルの狭小化[[24], [25]]やピークの非対称化[[26], [27]]は必ずしも転位密度の減少に起因するものではなく、個々の組織内での残留応力緩和と不均一な弾性ひずみの発生によるものと指摘している。しかしながら、残留応力のミクロスケールな分布状態やその発現機構については、ほとんど言及されていない。以上のように、マルテンサイトの力学特性を理解する上で、様々のメカニズムが提唱されているが、未だに統一した見解が得られておらず、議論が続いている。

1.4 マルテンサイト組織の低温脆性破壊

ある温度以下で、破壊様式が延性的な破壊から脆性的な破壊へと遷移し、ほとんど塑性変形を伴わずに、急に破壊しやすくなる現象を低温脆性という。この現象は、bcc 構造や hcp 構造を持つ金属材料にみられ、結晶粒内の特定の結晶面(へき開面)に沿って破壊することが知られており、特に、bcc 金属における代表的なへき開面は $\{001\}$ であることが報告されている。一般的に、結晶粒径を小さくすると、延性—脆性遷移温度が低温側に遷移するため、低温脆性が抑制されることが報告されており、フェライト粒径との間には Hall-Petch 則と類似の関係[40]が成り立つことが明らかとなっている。これは、結晶粒界がへき開き裂の発生に対して大きな障害となるためと考えられている。

しかし、ラスマルテンサイト組織は、ラス、ブロック、パケット、旧オーステナイト粒といった種々の大きさの組織単位から構成される階層的な下部組織を有しており、各結晶学的特徴に応じた結晶粒界が存在するため、へき開破壊に対する有効結晶粒界は、様々な議論がなされている。一般的に、常温での引張試験では、塑性変形時の変形抵抗に働く有効結晶粒界は、ブロック境界であることが報告されている[[7], [10], [11], [12]]。また、塑性変形時では、マルテンサイトパケット中の最密面である $\{011\}$ がすべり面として優先的に働くとされているので[[5], [6], [7], [8]]、階層的な下部組織が強度や塑性変形挙動に大きな影響を与えられとされる。一方で、上記で示したように、bcc あるいは bct 構造を持つマルテンサイトの低温脆性破壊では、 $\{001\}$ 面に沿ったへき開面を好むとされており、脆性破壊に対する有効結晶粒径は、Bain グループが重要な役割を持つことが報告されている[[41], [42]]。ここで、Bain グループとは、[Fig. 1-7](#)に示すように、面心立方(face-centered cubic: fcc)構造を持つオーステナイト(A)が $\langle 001 \rangle_A$ 方向に圧縮し、 $[1-10]_A$ 方向と $[110]_A$ 方向に膨張して格子変形することで、体心立方(body-centered cubic: bcc)構造あるいは体心正方晶(body-centered tetragonal: bct)構造を持つマルテンサイトが生じるような格子対応(Bain 格子対応)に由来する結晶領域を示す。この Bain 格子対応は、結晶学的に等価な3つの $\langle 001 \rangle_A$ に対応して3種類存在しているため、一つの旧オーステナイト粒

に対し3つの Bain グループが存在することになる。低炭素鋼の結晶方位関係としてよくみられる Kurdjumov-Sachs(K-S)の関係 $((111)_A // (011)_M, [1-10]_A // [11-1]_M)$ [[43], [44], [45], [46], [47]]を満たす同一 Bain グループ内のバリエーション間の平均方位差は約 16° と比較的小さいのに対し、異なる Bain グループのバリエーション間の平均方位差は約 55° と大きい。そのため、Bain グループはラス組織を有するマルテンサイト鋼やベイナイト鋼の低温脆性破壊におけるへき開破壊の有効結晶粒界として働くと報告されている[[48], [49]]。しかしながら、へき開き裂がパケット境界において大きく屈曲し、さらにパケットサイズの微細化に伴って延性-脆性遷移温度が低下するという結果から、パケット境界がへき開破壊に対して有効な障害となると報告されている例[50]もあり、未だに統一的な得られていない点も多い。

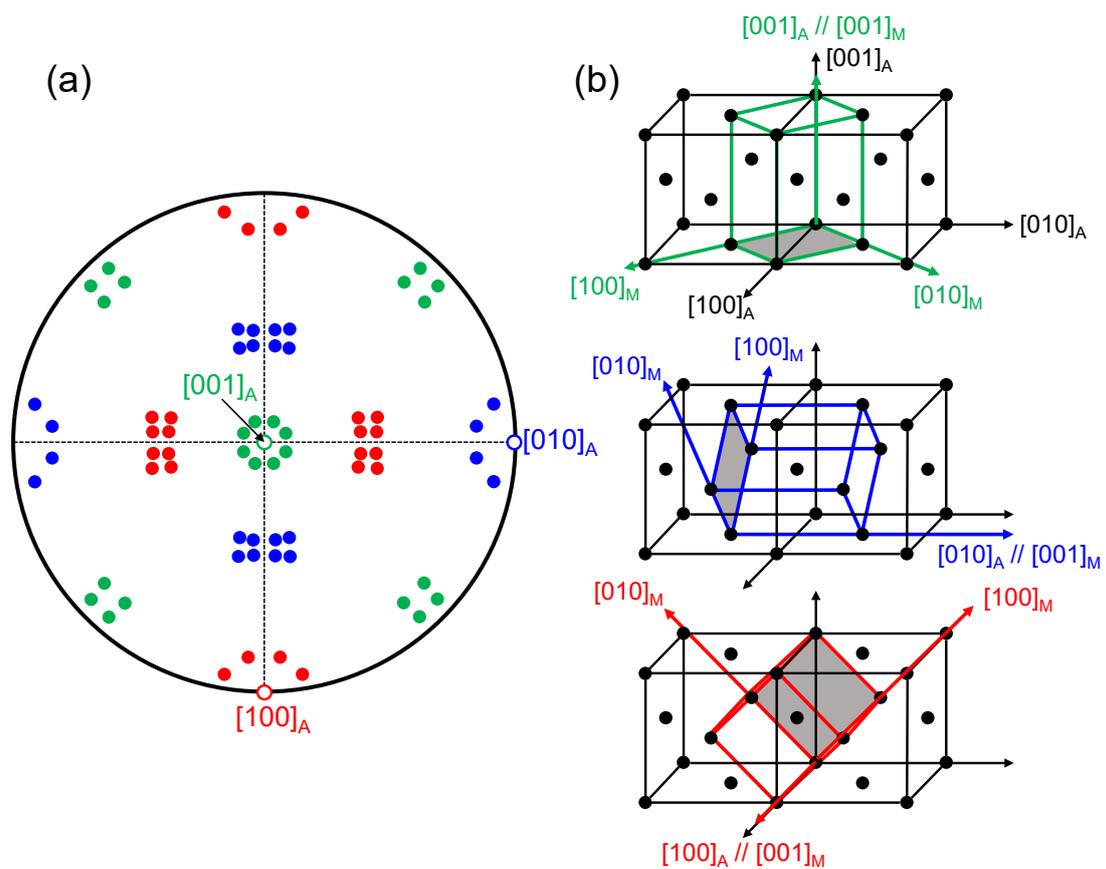


Fig. 1-7. (a) $\langle 001 \rangle$ austenite(A) stereographic projection showing directions of $\langle 001 \rangle$ martensite(M) having K-S orientation relationship with austenite. The open and closed symbols are austenite and martensite of $\langle 001 \rangle$ pole, respectively. (b) Schematic illustration of Bain lattice correspondence between austenite(A) and martensite(M).

1.5 本論文の目的および構成

本論文では、鉄系マルテンサイトで発生するマイクロ組織に依存した Type-II の内部応力発生機構を解明し、その内部応力が力学特性に及ぼす影響、特に、低温脆性破壊への影響について検討する。

本論文は 5 章からなっており、その構成は以下に述べる。

第 1 章は、序論であり、本研究の背景を述べた。

第 2 章では、C などの侵入型元素を完全に排除するため Interstitial Free(IF) の Fe-Ni 合金を用いて、ラスマルテンサイト組織中に存在する微視的な Type-II の内部応力を FIB(Focused Ion Beam) と DIC(Digital Image Correlation) を併用して測定し、電子線後方散乱回折法(Electron Backscatter Diffraction、EBSD)によって得られる結晶学的特徴との関係を調査した。さらに、中性子回折法と EBSD 法によって、マクロとミクロの観点から、正方晶性を評価し、結晶構造と残留ひずみの関係を考察した。そして、内部応力の解放によるナノ硬度の変化を調査し、マルテンサイトの内部応力が力学特性に及ぼす影響について考察した。

第 3 章では、C 量の異なる種々の Fe-C-Mn 合金を用いて、マルテンサイト変態によって誘起された Type-II の内部応力が、ラスマルテンサイトのへき開破壊に及ぼす影響を調査した。シャルピー衝撃試験によるモード I 条件での {001} へき開破壊を電子線後方散乱回折法(EBSD)により詳細に評価し、微視的変態内部応力の観点から結晶学的特徴に基づく {001} へき開破壊の異方性を検証した。

第 4 章では、静的破壊靱性試験と拡張有限要素法(eXtended Finite Element Method、XFEM)を用いて、Type-II の内部応力が低温脆性破壊に及ぼす影響について数値解析の観点から検証した。特に、{001} へき開破壊の異方性と結晶学的特徴を加味してモデル化された XFEM の内部応力状態との関係について調査した。

第 5 章では、各章での研究成果を総括した。

1.6 参考文献

- [1] 牧 正志, 鉄鋼の相変態-マルテンサイト変態編I, まてりあ 54 (2015) 557.
- [2] 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) 8-13.
- [3] A. Moser, A. Legat, Determining hardenability from composition, Härtere Tech. Mitt. 24 (2) (1969) 100-105.
- [4] S. Allain, O. Bouaziz, M. Takahashi, Toward a New Interpretation of the Mechanical Behaviour of Asquenched Low Alloyed Martensitic Steels, ISIJ Int. 52 (2012) 717-722.
- [5] M. Michiuchi, S. Nambu, Y. Ishimoto, J. Inoue, T. Koseki, Relationship between local deformation behavior and crystallographic features of as-quenched lath martensite during uniaxial tensile deformation, Acta Mater. 57 (2009) 5283-5291.
- [6] Y. Mine, K. Hirashita, H. Takashima, M. Matsuda, K. Takashima, Micro-tension behaviour of lath martensite structures of carbon steel, Mater. Sci. Eng. A 560 (2013) 535-544.
- [7] K. Kwak, T. Mayama, Y. Mine, K. Takashima, Anisotropy of strength and plasticity in lath martensite steel, Mater. Sci. Eng. A 674 (2016) 104-116.
- [8] K. H. Ryou, S. Nambu, T. Koseki, Effect of carbon content on selection of slip system during uniaxial tensile deformation of lath martensite, Mater. Sci. Eng. A 777 (2020) 139090.
- [9] K. Okada, A. Shibata, Y. Takeda, N. Tsuji, Crystallographic analysis of fatigue fracture initiation in 8Ni-0.1 C martensitic steel, Int. J. Fatigue, 143 (2021) 105921.
- [10] A. Shibata, T. Nagoshi, M. Sone, S. Morito, Y. Higo, Evaluation of the block boundary and sub-block boundary strengths of ferrous lath martensite using a micro-bending test, Mater. Sci. Eng. A 527 (2010) 7358-7544.
- [11] A. Shibata, T. Nagoshi, M. Sone, Y. Higo, Micromechanical characterization of deformation behavior in ferrous lath martensite, J. Alloys Compd. 577 (2013) S555-S558.
- [12] C. Du, J. P. M. Hoefnagels, R. Vaes, M. G. D. Geers. Block and sub-block boundary strengthening in lath martensite. Scripta Mater. 116 (2016) 117-121.
- [13] S. Morito, H. Yoshida, T. Maki, X. Huang, Effect of block size on the strength of lath martensite in low carbon steels, Mater. Sci. Eng. A 438-440 (2006) 237-240.
- [14] S. Morito, J. Nishikawa and T. Maki, Dislocation Density within Lath Martensite in Fe-C and Fe-Ni Alloys, ISIJ Int. 43 (2003) 1475-1477.
- [15] B. Hutchinson, D. Lindell, M. Barnett, Yielding Behaviour of Martensite in Steel, ISIJ Int. 55 (2015) 1114-1122.
- [16] B. Hutchinson, P. Bate, D. Lindell, A. Malik, M. Barnett, P. Lynch, Plastic yielding in lath martensites—An alternative viewpoint, Acta Mater. 152 (2018) 239-247.
- [17] H. Muir, B.L. Averbach, M. Cohen, The elastic limit and yield behavior of hardened steels, Trans. Am. Soc. Met. 47 (1955) 380-407.
- [18] W. C. Leslie and R. J. Sober. The strength of ferrite and of martensite as functions of composition temperature and strain rate. Trans. Am. Soc. Met. 60 (1967) 459-484.

- [19] P. Withers, H. Bhadeshia, Residual stress part 1—measurement techniques, *Mater. Sci. Technol.* 17 (2001) 355–365.
- [20] 鈴木裕士, 勝山仁哉, 飛田 徹, 森井幸生, 中性子回折法による大口径配管溶接部の残留応力測定, *溶接学会論文集* 29 (2011) 294–304.
- [21] 鈴木 裕士, 秋田 貢一, 中性子回折法による残留応力測定, *日本中性子科学会誌「波紋」* 25 (2015) 32–38.
- [22] Y. Tomota, H. Tokuda S. Torii, T. Kamiyama, Axial ratio of an Fe–30Ni–0.23C bct martensite determined by neutron diffraction, *Mater. Sci. Eng. A* 434 (2006) 82–87.
- [23] Z. M. Shi, W. Gong, Y. Tomota, S. Harjo, J. Li, B. Chi, J. Pu, Study of tempering behavior of lath martensite using in situ neutron diffraction, *Mater. Charact.* 107 (2015) 29–32.
- [24] S. Morooka, Y. Tomota, T. Kamiyama, Heterogeneous deformation behavior studied by in situ neutron diffraction during tensile deformation for ferrite, martensite and pearlite steels, *ISIJ Int.* 48 (4) (2008) 525–530.
- [25] S. Harjo, T. Kawasaki, S. Morooka, Changes of Dislocation Density and Dislocation Arrangement during Tensile Deformation in Lath Martensitic Steels, *Adv. Exp. Mech.* 2 (2017) 112–117.
- [26] S. Harjo, T. Kawasaki, Y. Tomota, W. Gong, K. Aizawa, G. Tichy, Z. Shi, T. Ungár, Work Hardening, Dislocation Structure, and Load Partitioning in Lath Martensite Determined by In Situ Neutron Diffraction Line Profile Analysis, *Metall. Mater. Trans. A* 48 (2017) 4080–4092.
- [27] T. Ungár, S. Harjo, T. Kawasaki, Y. Tomota, G. Ribárik, Z.M. Shi, Composite Behavior of Lath Martensite Steels Induced by Plastic Strain, a New Paradigm for the Elastic-Plastic Response of Martensitic Steels, *Metall. Mater. Trans. A.* 48 (2017) 159–167.
- [28] A.J.G. Lunt, A.M. Korsunsky, A review of micro-scale focused ion beam milling and digital image correlation analysis for residual stress evaluation and error estimation, *Surf. Coating. Technol.* 283 (2015) 373–388.
- [29] A.M. Kosunsky, E. Salvati, A.G.J. Lunt, T. Sui, M.Z. Mughal, R. Daniel, J. Keckes, E. Bemporad, M. Sebastiani, Nanoscale residual stress depth profiling by Focused Ion Beam milling and eigenstrain analysis, *Mater. Des.* 145 (2018) 55–64.
- [30] J. Lord, D. Cox, A. Ratzke, M. Sebastiani, A. Korsunsky, E. Salvati, M.Z. Mughal, E. Bemporad, A good practice guide for measuring residual stresses using FIB-DIC, *Measurement Good Practice Guide* 143 (2018) 1–182.
- [31] A.M. Korsunsky, M. Sebastiani, E. Bemporad, Focused ion beam ring drilling for residual stress evaluation, *Mater. Lett.* 63 (2009) 1961–1963.
- [32] M. Krottenthaler, L. Benker, M.Z. Mughal, M. Sebastiani, K. Durst, M. Göken, Effect of elastic anisotropy on strain relief and residual stress determination in cubic systems by FIB-DIC experiments, *Mater. Des.* 112 (2016) 505–511.

- [33] T. Valente, C. Bartuli, M. Sebastiani, A. Loreto, Implementation and development of the incremental hole drilling method for the measurement of residual stress in thermal spray coatings, *J. Therm. Spray Technol.* 14 (4) (2005) 462–470.
- [34] 今井 勇之進, 沢田 昇龍, 鉄合金マルテンサイトの強度因子, 日本金属学会会報 8 (1969) 820–832.
- [35] 中島 孝一, 藤村 佳幸, 松林 弘泰, 土山 聡宏, 高木 節雄, 極低炭素マルテンサイト鋼における降伏挙動と転位組織の変化, 鉄と鋼 93 (2007) 459–465.
- [36] S. Takaki, K. L. Ngo-Huynh, N. Nakada, T. Tsuchiyama, Strengthening Mechanism in Ultra Low Carbon Martensitic Steel, *ISIJ Int.* 52 (2012) 710–716.
- [37] B. Hutchinson, J. Hagström, O. Karlsson, D. Lindell, M. Tornberg, F. Lindberg, M. Thuvander, Microstructures and hardness of as-quenched martensites (0.1–0.5%C), *Acta Mater.* 59 (2011) 5845–5858.
- [38] N. Maruyama, S. Tabata, H. Kawata, Excess solute carbon and tetragonality in as-quenched Fe-1Mn-C (C:0.07 to 0.8 mass pct) martensite, *Metall. Mater. Trans. A*, 51 (2020) 1085–1097.
- [39] L. Zhang, T. Ohmura, K. Tsuzaki, Application of Nanoindentation Technique in Martensitic Structures, *Nanoindentation in Materials Science*, edited by Jiri Nemecek, IntechOpen, 2012.
- [40] J. Heslop, N. J. Petch, The ductile-brittle transition in the fracture of α -iron: II, *Phil. Mag.* 3 (1958) 1128–1136.
- [41] J. W. Morris, On the Ductile-Brittle Transition in Lath Martensitic Steel, *ISIJ Int.* 51 (2011) 1569–1575.
- [42] J. W. Morris, C. Kinney, K. Pytlewski, Y. Adachi, Microstructure and cleavage in lath martensitic steels, *Sci. Technol. Adv. Mater.*, 14 (2013) 1–9.
- [43] G.V. Kurdjumov, G. Sachs, Über den Mechanismus der Stahlhärtung, *Z. Phys.* 64 (1930) 325–343.
- [44] S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi, T. Maki, The morphology and crystallography of lath martensite in Fe–C alloys, *Acta Mater.* 51 (2003) 1789–1799.
- [45] H. Kitahara, R. Ueji, N. Tsuji, Y. Minamino, Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel, *Acta Mater.* 54 (2006) 1279–1288.
- [46] N. Takayama, G. Miyamoto, T. Furuhashi, Effects of transformation temperature on variant pairing of bainitic ferrite in low carbon steel, *Acta Mater.* 60 (2012) 2387–2396.
- [47] T. Furuhashi, S. Abe, G. Miyamoto, Anisotropic Ferrite Growth and Substructure Formation during Bainite Transformation in Fe-9Ni-C Alloys: In-Situ Measurement, *Mater. Trans.* 59 (2018) 214–223.
- [48] M. Tsuboi, A. Shibata, D. Terada, N. Tsuji, Role of different kinds of boundaries against cleavage crack propagation in low temperature embrittlement of low-carbon martensitic steel, *Metall. Mater. Trans. A*, 48(2017) 3261–3268.

- [49] S. Morito, T. Hayashi, A. H. Pham, T. Kawabata, Relationship between the Effective Grain Size of Brittle Crack Propagation and Microstructural Size in Low-carbon Low-alloy Bainitic Steels, *Tetsu-to-Hagané*, 102 (2016) 286–294.
- [50] C. Wang, M. Wang, J. Shi, W. Hui, H. Dong, Effect of microstructural refinement on the toughness of low carbon martensitic steel, *Scripta Mater.* 58 (2008) 492–495.

第 2 章

マルテンサイト変態の

Bain ひずみに起因した変態内部応力

第2章 マルテンサイト変態の Bain ひずみに起因した変態内部応力

2.1 緒言

マルテンサイト変態によって生成する鉄鋼のマルテンサイト組織は非常に高い強度を持つことから、更なる高強度鋼を開発するためには、マルテンサイトの組織と力学特性の関係を理解することが重要となる。マルテンサイトの強度は、いくつかの強化因子に起因しており[[1], [2]]、特に、侵入型原子である炭素(C)の過飽和固溶は、炭素鋼におけるマルテンサイトの強度を大幅に向上させる[3]。

過飽和に固溶した C は、マルテンサイトの強度に働くだけでなく、その結晶構造にも影響を与え、炭素鋼のマルテンサイトは bct 構造を有することが知られている。bct 構造を持つマルテンサイトの a 軸と c 軸の格子定数をそれぞれ a ならびに $c(a < c)$ とした時、bct 構造の正方晶性を示す軸比 c/a は次式で表され、固溶 C 量の増加に伴って直線的に増加することが知られている[[4], [5]]。

$$c/a = 1.000 + 0.045[\text{mass}\%C] \quad (2-1)$$

この固溶 C 量に依存したマルテンサイトの正方晶性は、fcc 構造を持つオーステナイト(A)と bcc 構造のマルテンサイト(M)との間に存在する Bain 格子対応($([1-10]_A // [11-1]_M, [110]_A // [010]_M, (001)_A // (001)_M)$)[6]に基づいて理解されている。[Fig. 2-1](#)に示すように、fcc 構造の八面体位置に固溶した C 原子は、bcc 構造において c 軸に沿った規則的な八面体位置に配置するため、c 軸に沿って伸長した bct 構造が得られる。しかしながら、C 含有量が 0.6%以下(以下、mass%)の C 鋼では、マルテンサイト変態開始点(M_s)が比較的高温であるため、冷却中でさえもマルテンサイトの自己焼戻しが生じ、C 原子が転位やラス境界に偏析あるいは炭化物として析出することで固溶 C 量が減少し、その結果、 c/a が低下することが報告されている[7]。一方で、最近、Maruyama ら[8]は、3次元アトムプローブトモグラフィー解析によって自己焼戻しに伴うナノスケールの炭化物析出や粒界・転位での C 偏析を考慮することで、焼入れ後のマルテンサイト中の固溶 C 量を厳密

に評価しており、0.6%以下においても正方晶性が発現することを報告している。また、彼らは、3次元アトムプローブトモグラフィ解析とリートベルト解析法を用いたX線回折を併用することで、自己焼戻しによって固溶C量が0.1%程度まで減少した低炭素鋼においても、式(2-1)で表される正方晶性と固溶C量の線形関係が成立することを証明した。さらに、マルテンサイトはbccフェライトよりもC溶解度が大きいことを指摘し、マルテンサイトの正方晶性はマルテンサイトに分布する微視的ひずみに関係する可能性を指摘した。鉄鋼のマルテンサイト変態において、固溶Cの有無にかかわらずBain格子対応が成立することを考えると、Cを含まないマルテンサイトにおいてもBainひずみに起因する微視的残留ひずみが存在することが予想される。

Archieら[9]は、集束イオンビーム(FIB)とデジタル画像相関法(DIC)[10]を組み合わせ、低炭素鋼のラスマルテンサイトに微視的に分布する残留ひずみを直接測定した。その結果、FIB加工で作製したマイクロピラーが残留ひずみの解放により異方的に変形し、その微視的な残留ひずみがDICで評価できることを確認した。また、Hutchinsonら[11]は、残留ひずみの空間分布を調べるため、焼入れた0.21%C鋼を繰り返し研磨し、その都度、X線回折を実施することで回折ピークの半価幅の変化を測定した。その結果、板圧が5 μ m以下になったとき回折ピークの半価幅が急激に減少することを確認し、微視的な残留ひずみが存在することを報告した。しかし、微視的な残留ひずみとBainひずみの関係は未だ不明である。さらに、ある程度の残留ひずみが分布している場合、残留ひずみによって発生する内部応力がマルテンサイトの機械的性質に影響を与えると予想される。

そこで、本研究では、Bain格子対応に起因するマルテンサイトの結晶構造と微視的な残留ひずみの関係を明らかにするため、微量のTiを添加することで固溶Cを固着させてIF(interstitial-free)化したFe-Ni合金のマルテンサイトを用いて、焼入れ後のマルテンサイトの正方晶性を調査した。特に、FIBによる微細加工技術と高精度DICを用いたひずみ解放試験を行い、中性子回折および電子線後方散乱回折(EBSD)法で評価したマルテンサ

イトのマクロ／マイクロな正方晶性との関係を検討した。さらに、残留ひずみの解放によるナノ硬度の変化を調べ、マルテンサイトの内部応力が機械的性質に及ぼす影響について考察した。

†: 一般的に、正方晶性は bct 構造の格子定数比 c/a を定義している。しかし、本研究での正方晶性は bcc 構造における正方晶ひずみの大きさを意味する。

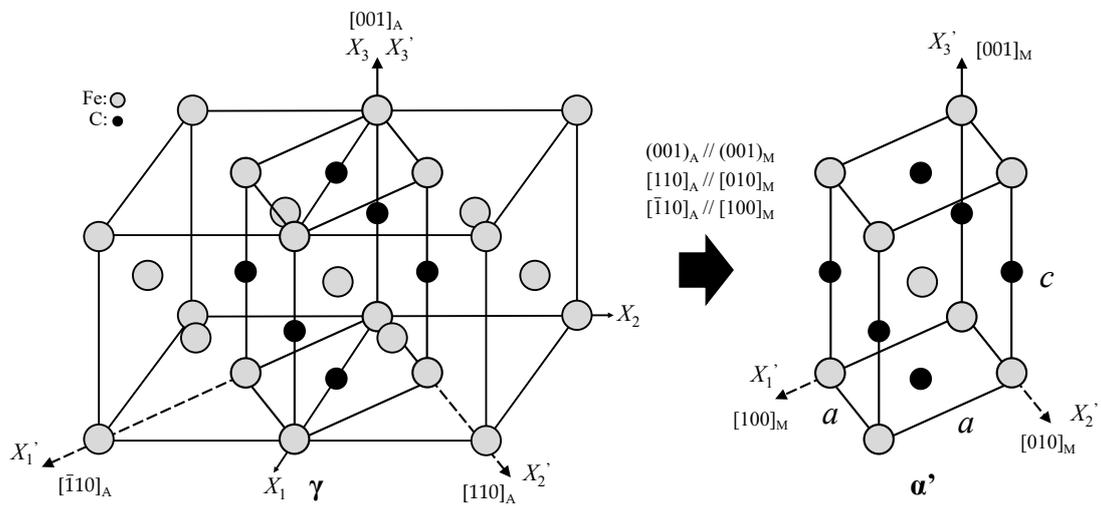


Fig. 2-1. Schematic illustration of Bain lattice correspondence between austenite (A) and martensite (M) lattices.

2.2 実験方法

2.2.1 試料作製

本研究では、マルテンサイトの正方晶性に大きな影響を及ぼす C と窒素(N)の影響をなくすために、それぞれの含有量を極めて低くしたうえ、微量の Ti を添加した Interstitial Free(IF)の Fe-16%Ni 合金を用いた(IF-martensite 鋼)(日鉄ステンレス株式会社より提供)。IF-martensite 鋼は、25 kg のインゴットとして溶製し、1523 K で 7.2 ks の均質化処理の後、熱間鍛造することによって $55^t \times 140^w \times 300^l \text{ mm}^3$ に成形した。その後、再び 1523 K で 3.6 ks の均質化処理後、 16^t mm まで熱間圧延を行い、 $10^t \times 10^w \times 10^l \text{ mm}^3$ の角材に切削した。ついで、1373 K で 1.8 ks の溶体化処理を行った後、速やかに水冷することで焼入れ状態のラスマルテンサイト単一組織を得た。なお、比較材として、同様に微量の Ti を添加したフェライト単相組織を有する IF-ferrite 鋼も準備し、973 K で 0.6 ks の焼鈍処理を行った。詳細な化学組成を [Table 2-1](#) に示す。

Table 2-1. Chemical composition of steels used in this study (mass%).

Steel	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Ti	Al	O	N	Fe
IF- martensite	0.001	0.02	0.77	0.001	0.0002	15.85	0.01	0.136	0.024	0.0025	0.0004	Bal.
IF-ferrite	0.0004	0.003	0.003	0.002	0.0003	-	-	0.024	0.004	0.0023	0.001	Bal.

2.2.2 組織観察

組織観察には光学顕微鏡(株式会社ニコン社製、エクリップス LV150)および集束イオンビーム(Focused Ion Beam : FIB)を付属した電界放出型走査電子顕微鏡(Field Emission Scanning Electron Microscope : FIB/FE-SEM、日本 FEI 株式会社製、Scios)を用いた。光顕観察用試料は、ファインカッターを用いて各試料を切断し、切断面が観察面となるように樹脂に埋め込んだ。この試料を#220~4000のエメリー紙で順次、湿式研磨した後、粒子径 12 nm のコロイダルシリカを研磨液として、自動研磨機による 1.8 ks の仕上げ研磨を行い、研磨面を王水(塩酸 : 硝酸 = 3 : 1)で腐食した後、観察した。SEM 観察用試料は、光顕用試料の作製手順と同様に機械切断と湿式研磨、自動研磨による 3.6 ks の仕上げ研磨を行った後、デシケーターに入れ真空引きによる脱ガス処理を行った。この際、導電性の樹脂(クルツァーージャパン株式会社、Technovit5000)を用いた。これらの試料を加速電圧 10 kV、測定時の作動距離 7.0 mm の条件で観察し、二次電子により SEM 像を得た。各 SEM 像は、解像度 1536×1024 pixel、各 pixel の滞留時間 50 ns、画像積算枚数 128 枚の条件で取得した。

2.2.3 結晶方位測定

各試料の結晶方位解析は、電子線後方散乱回折(Electron Back Scattering Diffraction: EBSD)法により実施した。FE-SEM(日本電子株式会社製、JSM-7001F)を用いて、加速電圧 15 kV、作動距離 15.0 mm の条件で、観察倍率に応じてステップサイズを 0.1~0.4 μm に変化させて観察した。FE-SEM に搭載された専用検出器によって EBSD パターンを検出し、これを OIM Data Collection ver. 7.1.0. (株式会社 TSL ソリューションズ製)により解析することで結晶方位を測定した。その後、得られたデータを OIM Analysis ver. 7.3.0 (株式会社 TSL ソリューションズ製)を用いて、逆極点図に準じた結晶方位マップ(inverse pole figure: IPF map)および極点図として出力した。なお、EBSD 測定用試料は、2.2.2 項で示した試料と同じである。

2.2.4 局所的な格子定数比の測定

各試料の局所的な格子定数比を EBSD 法によって測定した[[12], [13]]。OIM Data Collection では、実際に取得された EBSD 図形に対して、指定した結晶構造と格子定数によって理論的に予想される図形を比較し、両者が最もよく一致するように指数付けを行う。この際、実測される EBSD 図形における各バンドの幅は回折面の面間隔に相当するが、このバンド幅を実測することは非常に難しい。そのため、EBSD 法では各回折面から得られるバンドの角度関係を比較することで指数付けを行う。具体的には各バンドの位置と角度を Hough 変換法によって二次元変換した後、理論値と実測値の角度誤差を Fit 値として算出し、これが最小となる結晶方位を探索する。つまり、対象とする相が立方晶のように単位胞のすべての軸長が等しく対称性の高い結晶系である場合、格子定数に変化しても EBSD 図形の形状は変化しない。ところが、対象とするマルテンサイトが bct 構造($a = b \neq c$)を持つ場合、格子定数比 c/a に依存して得られる EBSD 図形の形状が変化する。一例として、OIM Data Collection によって予想される EBSD 図形に及ぼす格子定数の影響を [Fig. 2-2](#) に示す。(a)は、OIM Data Collection に初期値として設定されている格子定数 $a = 2.847 \text{ \AA}$ 、 $c = 3.014 \text{ \AA}$ ($c/a = 1.059$) で取得される bct 構造の EBSD 図形である。これに対して、 c のみ 10% 増加させると ($a = 2.847 \text{ \AA}$ 、 $c = 3.315 \text{ \AA}$ 、 $c/a = 1.164$)、EBSD 図形が水平方向に延伸していることが確認できる(b)。そこで、本研究ではこの EBSD 法の特徴を利用して、 $a = 2.847 \text{ \AA}$ と固定し、 c のみ任意に変化させることで、最も Fit 値が小さくなる格子定数の組み合わせを測定し、各試料の局所的な c/a およびその分布を評価した。

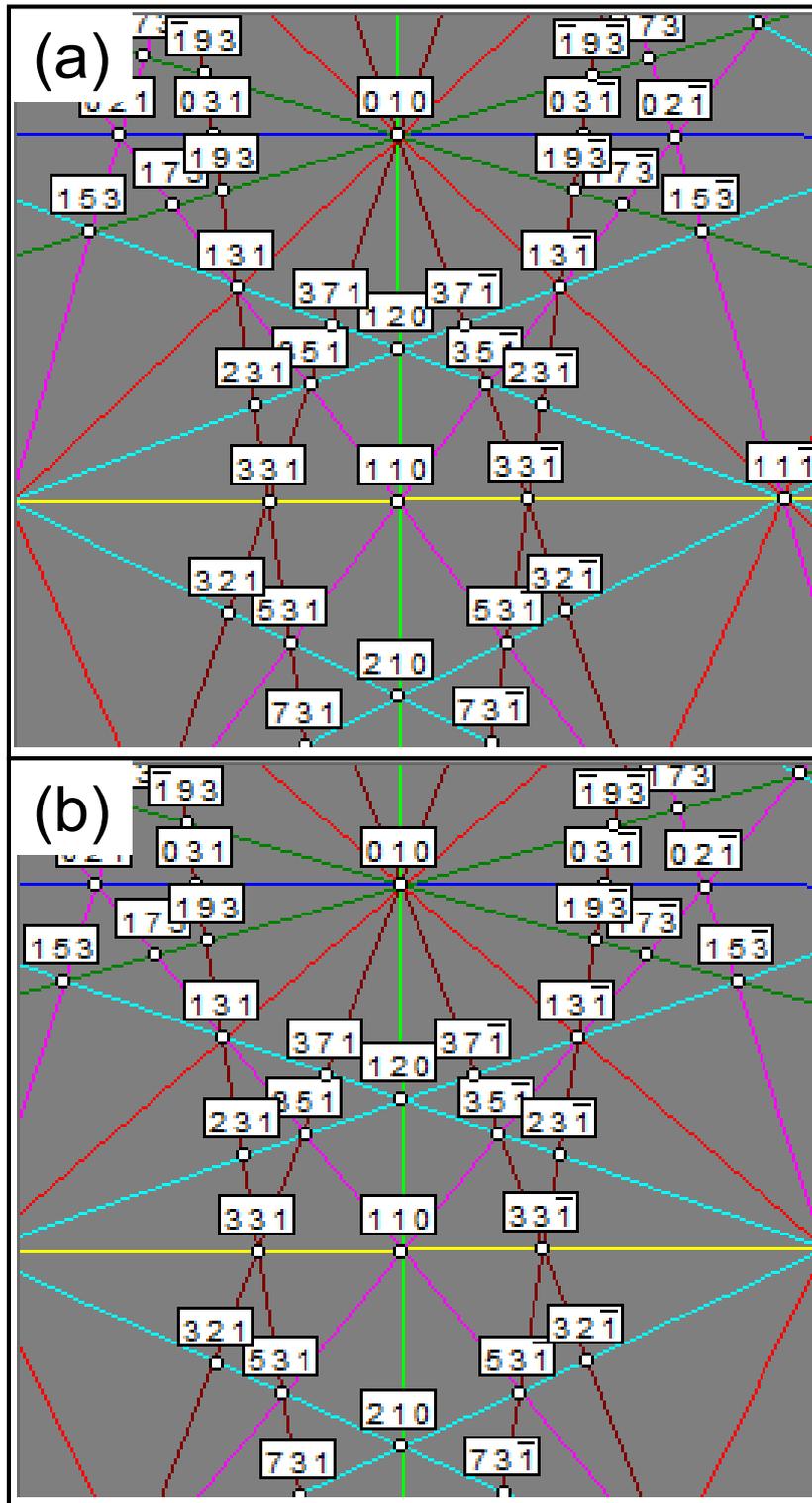


Fig. 2-2. Calculated EBSD patterns of bct phase with different lattice parameters.

(a) $a = 2.847 \text{ \AA}$, $c = 3.014 \text{ \AA}$, $c/a = 1.059$

(b) $a = 2.847 \text{ \AA}$, $c = 3.315 \text{ \AA}$, $c/a = 1.164$

2.2.5 巨視的な格子定数比の測定

各試料の巨視的な格子定数を、中性子回折法(日本原子力研究開発機構(茨城県東海村)の大強度陽子加速器施設(J-PARC)/物質・生命科学施設(MLF)にある飛行時間型中性子回折装置“匠”)により測定した。ゲージ体積は $5 \times 5 \times 5 \text{ mm}^3$ の条件で、測定時間は 1.8 ks で測定した。結晶構造と格子定数は、Z-Rietveld ソフトウェア(J-PARC 開発)を用いて、bcc 格子($Im-3m$)と bct 格子($I4/mmm$)の独立した 2 つの結晶構造を仮定した Rietveld 法によって同定した。

2.2.6 集束イオンビームによる微細加工

各試料の微細加工は FIB/FE-SEM(日本 FEI 株式会社製、Scios)に装備された FIB を用いて、加速電圧 30 kV、照射電流 1.0 nA の条件下で実施した。予め結晶方位解析を行った IF-martensite 鋼ならびに IF-ferrite 鋼の目的領域内に直径 $d = 10 \text{ }\mu\text{m}$ の円柱状マイクロピラーを作製した。この時、1 回の加工による深さ $h = 0.5 \text{ }\mu\text{m}$ 程度になるように加工時間を設定し、積算した加工深さ h_{total} が、 $h_{\text{total}} > d/2(5 \text{ }\mu\text{m})$ となるまで加工した。そして、1 回の加工毎に後述するひずみ測定を実施した。

2.2.7 デジタル画像相関法による残留ひずみ測定

FIB 加工に伴う円柱状マイクロピラーの形状変化を DIC(GOM 社製、GOM Correlate Professional)法により測定した。DIC 法は、物体表面に描かれた変形前後のランダムパターンをデジタル画像として取得し、これを比較することで観察面の各所における変位やひずみを直接測定する手法である。変位を探索するのに各ピクセルが持つ輝度値を相関性の指標とするが、輝度値の階調数は総ピクセル数に比べて格段に小さいため、各ピクセルの変位を単体の輝度値で決定することは理論上不可能である。そのため、サブセットと呼ばれる複数のピクセルで構成される領域を設定し、そのサブセットが持つ輝度値分布の相関によってサブセット中心の変位を測定し、その変位勾配からひずみテンソル

を測定する。上述したように変形前後のデジタル画像の相関性を定量的に計算するためのランダムパターンが必要不可欠であるため、本研究では、2.2.2 項の王水を用いた腐食により現出する下部組織ならびに腐食痕をランダムパターンとして活用した[14]。そして、FIB 加工前後における同一視野領域での SEM 像を 2.2.2 項で示す条件下で取得し、比較することで、円柱状マイクロピラーの上端部における平面ひずみテンソルを測定した。この時、サブセットサイズは 148×148 pixel ($\sim 2.5 \times 2.5 \mu\text{m}^2$)、測定間隔は 10 pixel (170 nm) に設定した。なお、評価領域は 10 mm 角試料の中央切断部の中心付近とし、試料作製によって導入される表面のひずみをできる限り除去するため、2.2.2 項で示す SEM 観察用試料の作製要領で、丁寧に仕上げ研磨まで実施した。

2.2.8 硬度試験

各試料の硬度は、ビッカース硬さ試験(マイクロハードネステスター、株式会社マツザワ製、MHT-1)およびナノインデンテーション試験(HYSITRON 社製 TI 950 TriboIndenter)によって評価した。ビッカース硬さ試験は、荷重 1.0 kgf、負荷時間 10 s の条件で実施した。ビッカース硬度試験により形成された圧痕の対角線長さをマイクロハードネステスターで測定し、算出される硬度を記録した。そして、10 回の測定の後、最大・最小値を除いた 8 回の測定点の平均値を評価した。ナノインデンテーション試験における試料は、2.2.2 項で示した手順と同様の方法で研磨し、その後 DIC 法と同様の条件で腐食した試料を用いた。圧子は Berkovich 型を用い、最大荷重 1000 μN 、最大荷重到達後の保持時間 10 s、負荷および除荷速度 50 $\mu\text{N/s}$ の荷重制御条件で実施した。各試料は 5~10 点測定し、明らかに変位が逸脱した結果については除外して、測定点の平均値を求めてナノ硬度を評価した。さらに、FIB 加工で作製した円柱状マイクロピラー上端面に対しても同様の条件下で測定し、最大荷重 P 、接触深さ h_c を用いて、式(2)よりナノ硬度 H を算出した[[15], [16]]。

$$H = \frac{P}{24.56h_c^2} \quad (2-2)$$

2.3 実験結果

2.3.1 焼入れままマルテンサイトの結晶学的特徴

[Fig. 2-3](#)は IF-martensite 鋼を用いて得られた焼入れままのマルテンサイトの光顕組織と硬度を示す。供試材は、パケット、ブロックで構成された典型的なラスマルテンサイト単一組織を呈しており、その硬度は比較的低い。求積法によって求めた旧オーステナイト粒径は $172\ \mu\text{m}$ であった。[Fig. 2-4](#)は、単一の旧オーステナイト粒を対象に、bcc 相として EBSD 解析したラスマルテンサイト組織の結晶学的特徴を示している。なお、白矢印で示すリングは、後述する FIB 加工の痕跡である。焼入れ後の材料はパケットとブロックからなる階層的な下部組織を持つ典型的なラスマルテンサイトであり、比較的粗大なブロックがよく発達していた[Fig. 2-4(a)]。また、マルテンサイトの $\langle 001 \rangle_{\text{bcc}}$ 極点図[Fig. 2-4 (b)]では、Kurdjumov-Sachs 結晶方位関係 $((111)_A // (011)_M, [0-11]_A // [1-11]_M, \text{K-S 関係})$ に特有な方位分布を確認することができ、旧オーステナイトとマルテンサイトの間には K-S 関係が成立していたことがわかる[17]。従って、K-S 関係に基づく逆解析によって旧オーステナイト方位を予想することが可能であり、実際に逆解析した旧オーステナイトの $\langle 001 \rangle_A$ を Fig. 2-4 (b)に赤丸、青丸、緑丸で示した。次に、マルテンサイトの結晶方位を、旧オーステナイトとほぼ同じ Bain 軸 $(\langle 001 \rangle_A // \langle 001 \rangle_M)$ を持つ 3 つの Bain グループに分類し、Fig. 2-4 (c)の Bain マップにおいて、各グループをそれぞれ赤、青、緑で色分けした。3 つの Bain グループは複雑に発達しているものの、その面積割合はほぼ同じであることがわかる。

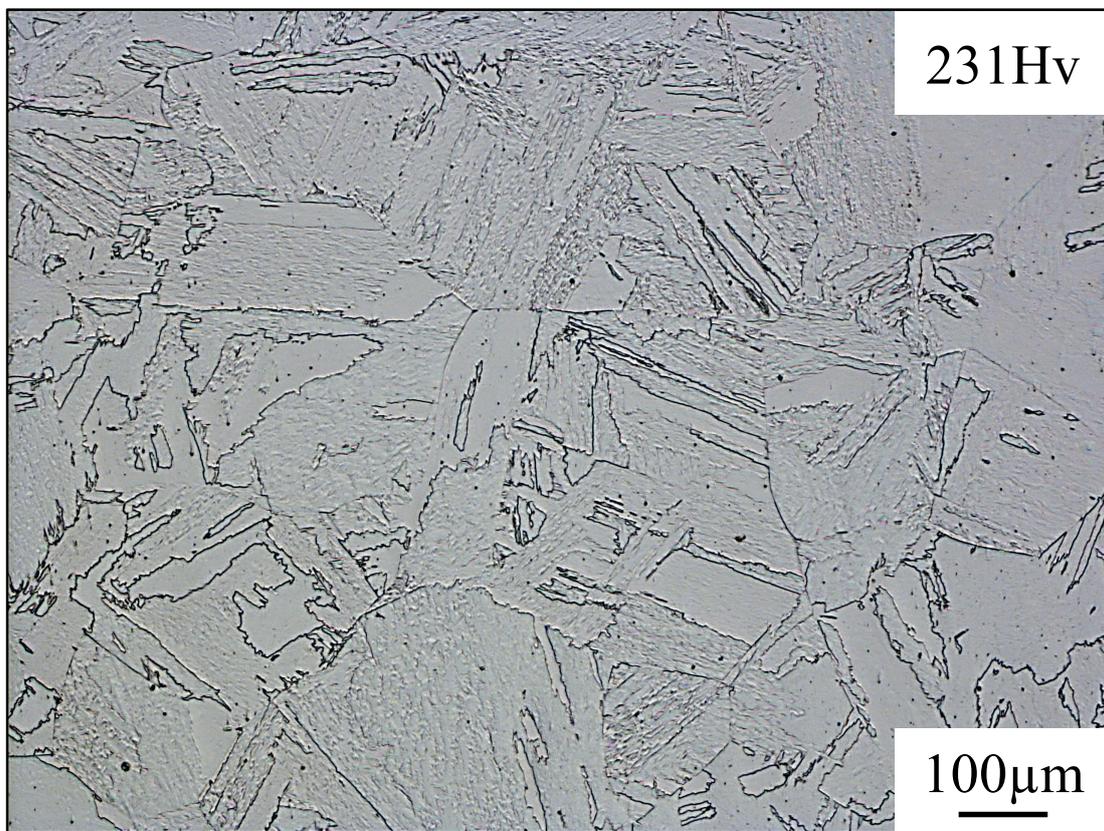


Fig. 2-3. Optical micrograph of as-quenched IF-Fe-16%Ni martensite.

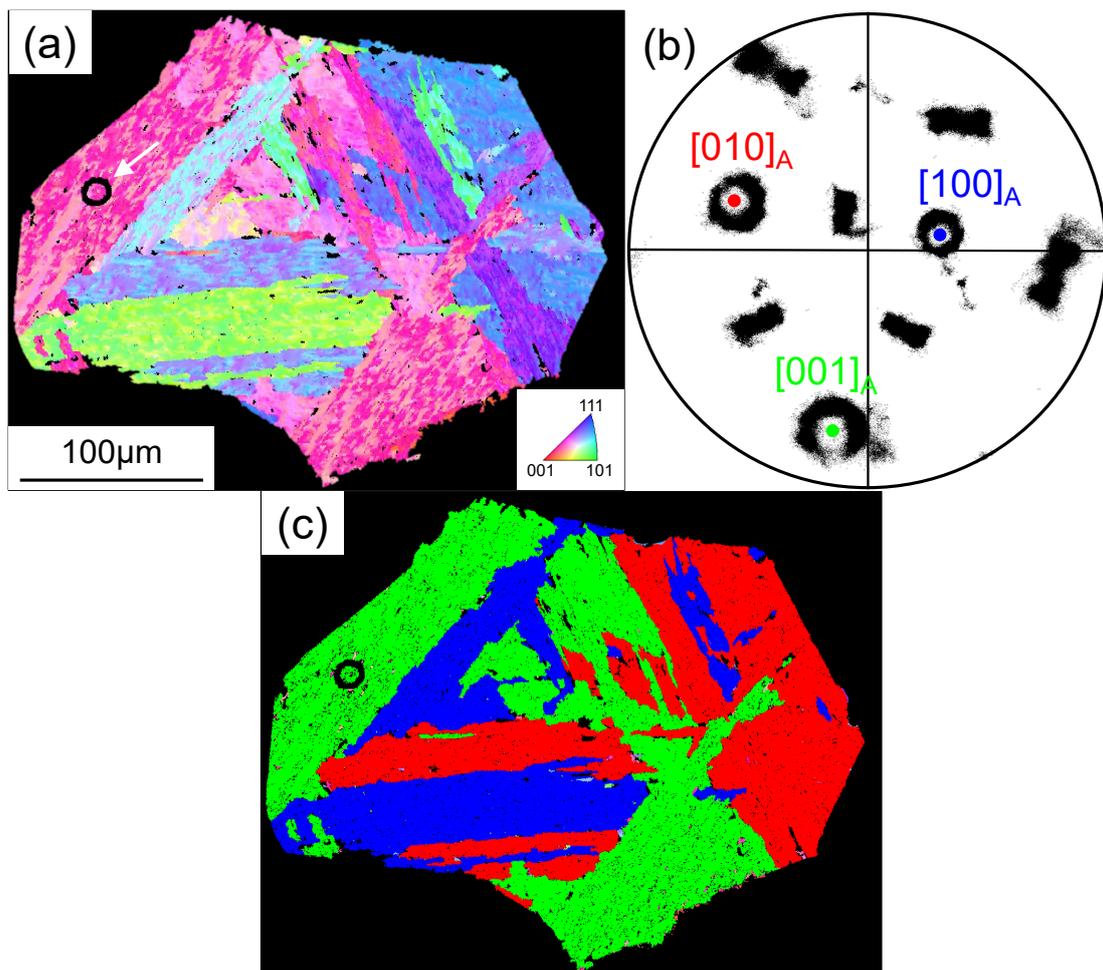


Fig. 2-4. EBSD result of crystal orientation analysis for lath martensite formed within a prior austenite grain. (a) Inverse pole figure map, (b) $\langle 001 \rangle_{\text{bcc}}$ pole figure and (c) Bain map of bcc-martensite.

2.3.2 bcc マルテンサイトの巨視的および微視的な正方晶性

[Fig. 2-5](#)に、中性子回折法で取得した IF-martensite 鋼と IF-ferrite 鋼の(200)回折ピークプロファイルを示す。マルテンサイトの回折ピーク幅はフェライトのそれに比べ、かなり拡大していることがわかる。一般的に、マルテンサイトは転位密度が高いため、回折ピーク幅が拡大すると考えられているが、ここでは、マルテンサイトの回折ピーク幅が、主として正方晶性の発達によるものと仮定し、Rietveld 法により回折プロファイル全体を bcc 相または bct 相として解析した。それぞれの解析した格子定数を [Table 2-2](#)にまとめる。マルテンサイトは $c/a = 1.0052$ という小さな正方晶性を示したが、フェライトのそれよりも明らかに高い値であった。なお、Maruyama ら[8]も同様の正方晶性を報告しているが、アーチファクトの可能性を指摘している。

[Fig. 2-6](#)は、IF-martensite 鋼と IF-ferrite 鋼の Image Quality マップ(IQ ; a, b)と微視的な c/a マップ(c, d)を示している。 c/a マップは、bct 相として方位解析を行い、各測定点に対して c/a を 1.000~1.040 で変化させ、そのうち最も Fit 値が小さくなる c/a を表示したものである。なお、信頼性の低いデータを除くため、bcc 相($c/a = 1.000$)として解析したときに、IF-martensite 鋼では 1.0 以下、IF-ferrite 鋼では 0.5 以下の Fit 値を有するデータのみを抽出した。Tanaka ら[18]は、EBSD 解析において、結晶軸の誤認識のためか、マルテンサイトの c/a 値が 1.0 より小さい値を示す可能性を指摘しているが、本研究では、 c/a を 1.0 よりも大きな範囲で解析した。IF-martensite 鋼の IQ マップ[Fig. 2-6(a)]では、Fig. 2-4に見られるように微細な下部組織が発達しているのに対し、IF-ferrite 鋼は結晶性の高い等軸粒組織であることがわかる[Fig. 2-6(b)]。また、 c/a マップ[Fig. 2-6(c, d)]において、IF-martensite 鋼[Fig. 2-6(c)]では IF-ferrite 鋼[Fig. 2-6(d)]よりも相対的に高い c/a を持つ様子が明確に観察されるが、その値は下部組織によって若干ばらつきがあることがわかる。そこで、両材料の微視的な c/a の分布をヒストグラムとして整理した結果を [Fig. 2-7](#)に示す。両者ともヒストグラムに偏差があるものの、IF-martensite 鋼の平均 c/a は 1.010 であり、IF-ferrite 鋼の 1.003 よりも明らかに高い。Table 2-2 の中性子回折法の結果を考

慮すると、微視的な c/a 測定は、マルテンサイトが固溶 C を含まないとしても、マルテンサイトの bcc 結晶が正方晶、すなわち、ひとつの [001] に伸びていることを強く示唆する。なお、Fig. 2-7 で $c/a = 1.000$ に局在している理由は不明である。また、IF-martensite 鋼では、EBSD 法によって得られる微視的な c/a の平均値(1.010)が中性子回折によって測定した巨視的な平均値(1.0052)よりも高い値を示していた。そのため、EBSD 法による c/a 測定は、定性的には信頼できるものの、現状として定量性は高くないと思われる。

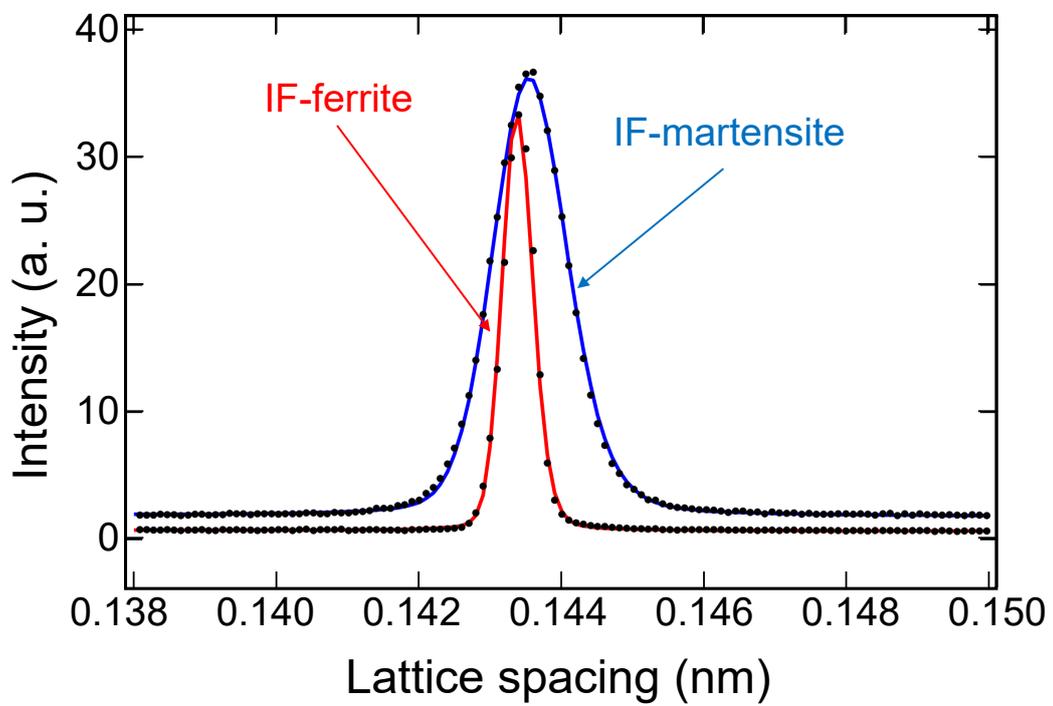


Fig. 2-5. (200) diffraction peaks of IF-martensite and IF-ferrite by neutron diffractometry.

Table 2-2. Respective lattice parameters for bcc and tetragonally distorted bcc in IF-martensite and IF-ferrite measured by neutron diffractometry.

Steel	bcc	tetragonally distorted bcc		
	$a(\text{nm})$	$a(\text{nm})$	$c(\text{nm})$	c/a
IF-martensite	0.286898 $\pm 8.0\text{E-}7$	0.28644 $\pm 3.8\text{E-}6$	0.28794 $\pm 3.9\text{E-}6$	1.0052
IF-ferrite	0.286622 $\pm 6.0\text{E-}7$	0.28657 $\pm 6.0\text{E-}6$	0.28667 $\pm 6.0\text{E-}6$	1.0003

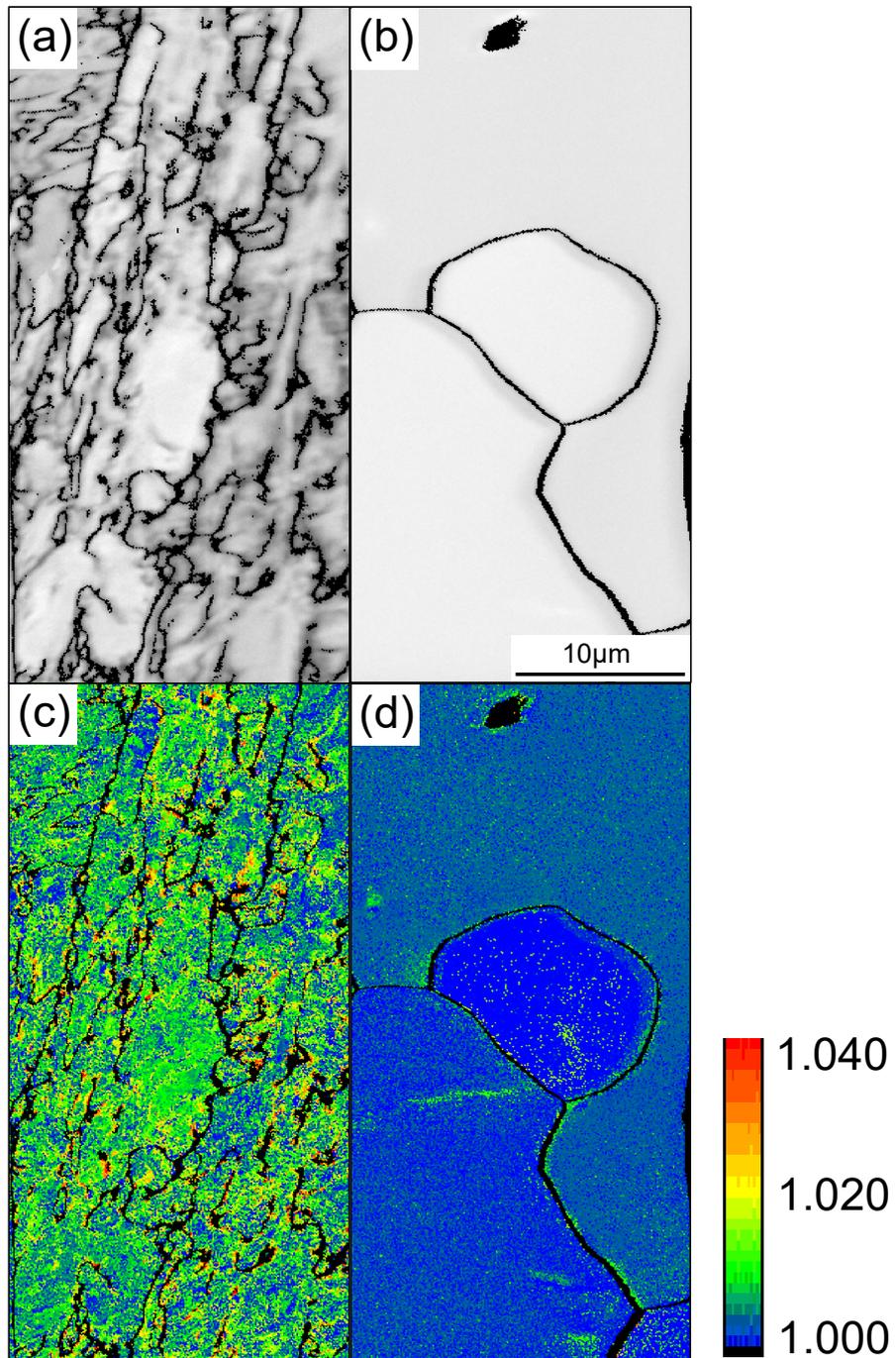


Fig. 2-6. EBSD maps showing Image Quality and microscopic c/a in (a, c) IF-martensite and (b, d) IF-ferrite.

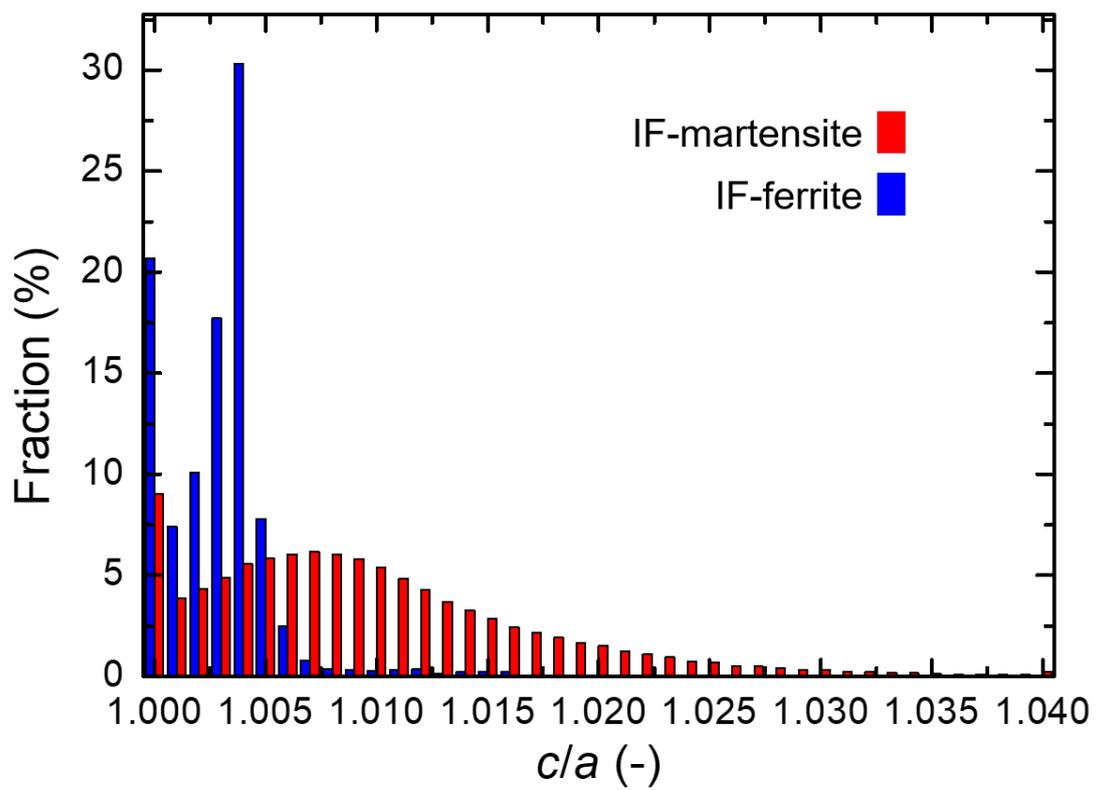


Fig. 2-7. Distribution profile of microscopic c/a evaluated by EBSD analysis in IF-martensite and IF-ferrite.

2.3.3 微視的な残留ひずみと Bain ひずみの関係

Fig. 2-4 で示すように、旧オーステナイト粒内の単一ブロック領域を対象として、FIB による円柱状マイクロピラー加工を施した。その加工工程の様子の一例を Fig. 2-8(a)-(d) に示す。FIB 加工が進むにつれて加工領域は深くなり、最終的に直径 10 μm 程度の円柱状マイクロピラーが形成されていく様子がわかる。その際、ピラー上端面の端部には、加工によるダレが若干形成されているものの、試料表面中央部の腐食組織が加工前後で広範に維持されているため、精度の高い DIC 解析が可能となった。Fig. 2-8(e)に、加工対象領域におけるマルテンサイトの $\langle 001 \rangle_{\text{bcc}}$ 極点図を示す。 $\langle 001 \rangle_{\text{bcc}}$ 極点図には、K-S 関係から予想される旧オーステナイト粒の $\langle 001 \rangle_{\text{fcc}}$ とピラー上端面で測定したマルテンサイトの $\langle 001 \rangle_{\text{bcc}}$ を青丸と赤丸でそれぞれ表示している。このとき、Bain 格子対応を仮定して、 $[001]_{\text{fcc}}$ に最も近い $\langle 001 \rangle_{\text{bcc}}$ を $[001]_{\text{bcc}}$ と決定し、それ以外の2つの $\langle 001 \rangle_{\text{bcc}}$ を $[100]_{\text{bcc}}$ 、 $[010]_{\text{bcc}}$ と記述した。Fig. 2-9は、異なる領域における旧オーステナイト粒内の単一ブロック組織から得られた FIB 加工による残留ひずみの解放ならびにその面内ひずみ成分と結晶方位の関係を示す。各サブセットにおける中心点の変位から算出された局所的な2つの主ひずみ e_{p1} [Fig. 2-9(a)]と e_{p3} [Fig. 2-9(b)]($e_{p1} > e_{p3}$)を DIC で解析し、その方向をそれぞれ赤と青の矢印で SEM 画像に重ねた。さらに、マイクロピラー内のマルテンサイトの結晶方位を示す極点図を Fig. 2-9(c)に示す。ダレが形成されているためピラー端部では不均一に配向する傾向があるが、ピラー中心部で見ると、白い矢印で示すように、 e_{p1} と e_{p3} は固有の方向に配向する傾向があることが確認でき、ほぼ均一に変形していることを物語っている。この結果は、Archie ら[9]が報告したように、マルテンサイト中に、ある程度の残留ひずみが存在し、その残留ひずみはマルテンサイトブロック内で同一方向に一様に分布していることを示唆している。この関係をより詳細に解析するため、マイクロピラー上端面において試料面法線方向を回転軸として試料座標系を 15° ずつ回転させながら取得した平均の垂直ひずみを合成し、2次元平面ひずみとして Fig. 2-10(a)にまとめる。なお、図中には前掲 Fig. 2-9(c)の結晶方位解析によって、Bain 格子対

応に基づくオーステナイトの結晶座標系とマルテンサイトの結晶座標系 $x_1 = [1-10]_{\text{fcc}} // [100]_{\text{bcc}}$ 、 $x_2 = [110]_{\text{fcc}} // [010]_{\text{bcc}}$ 、 $x_3 = [001]_{\text{fcc}} // [001]_{\text{bcc}}$ も表示している。面内ひずみ解析 [Fig. 2-10(a)]の結果、2つの主ひずみは $e_{p1} = 0.18\%$ と $e_{p3} = -0.24\%$ と測定され、Fig. 2-10(b) で表されるように FIB 加工によって残留ひずみが徐々に解放されていく様子が確認できる。そして、非常に興味深いことに、面内ひずみとオーステナイトの結晶座標系を比較すると、 e_{p1} と e_{p3} の方向はそれぞれ $[1-10]_{\text{fcc}}$ と $[001]_{\text{fcc}}$ にほぼ平行であった。他の4つの領域におけるマルテンサイトブロックに対しても、Fig. 2-8～Fig. 2-10 の解析を同様に実施したところ、いずれも同じ傾向が確認され、 x_3 を観察面法線方向に持つブロックに対して測定した x_2 の垂直ひずみと x_1 の垂直ひずみはほぼ同じであることが分かった。すなわち、残留ひずみの主軸が Bain ひずみのそれと一致することを明示しており、マルテンサイト変態時に Bain ひずみの一部がマルテンサイト中に弾性ひずみとして残留することを示している。

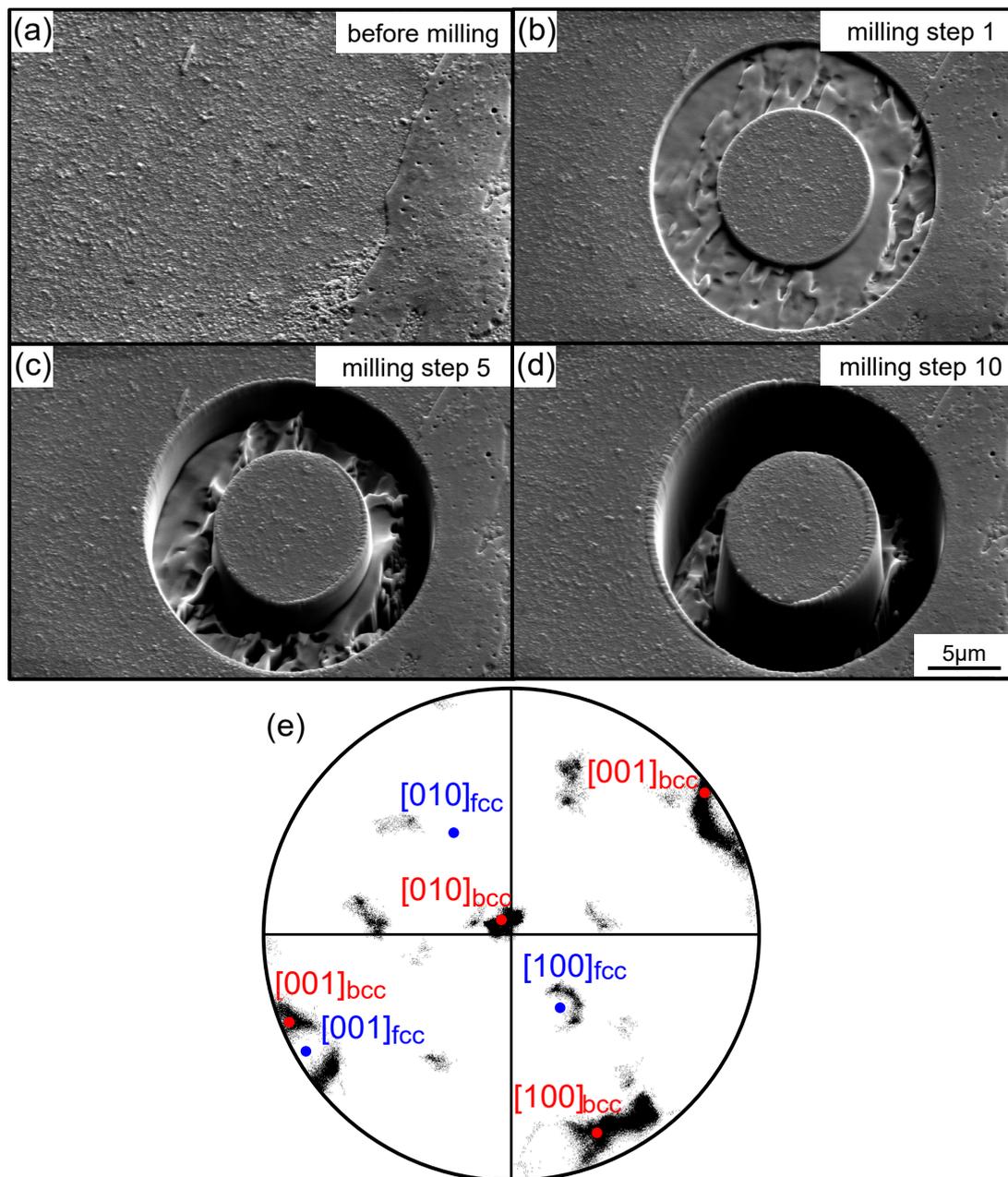


Fig. 2-8. SEM images (a-d) showing the fabrication of a micro-pillar by FIB processing. (e) $\langle 001 \rangle_{bcc}$ pole figure of the martensite being the micro-pillar.

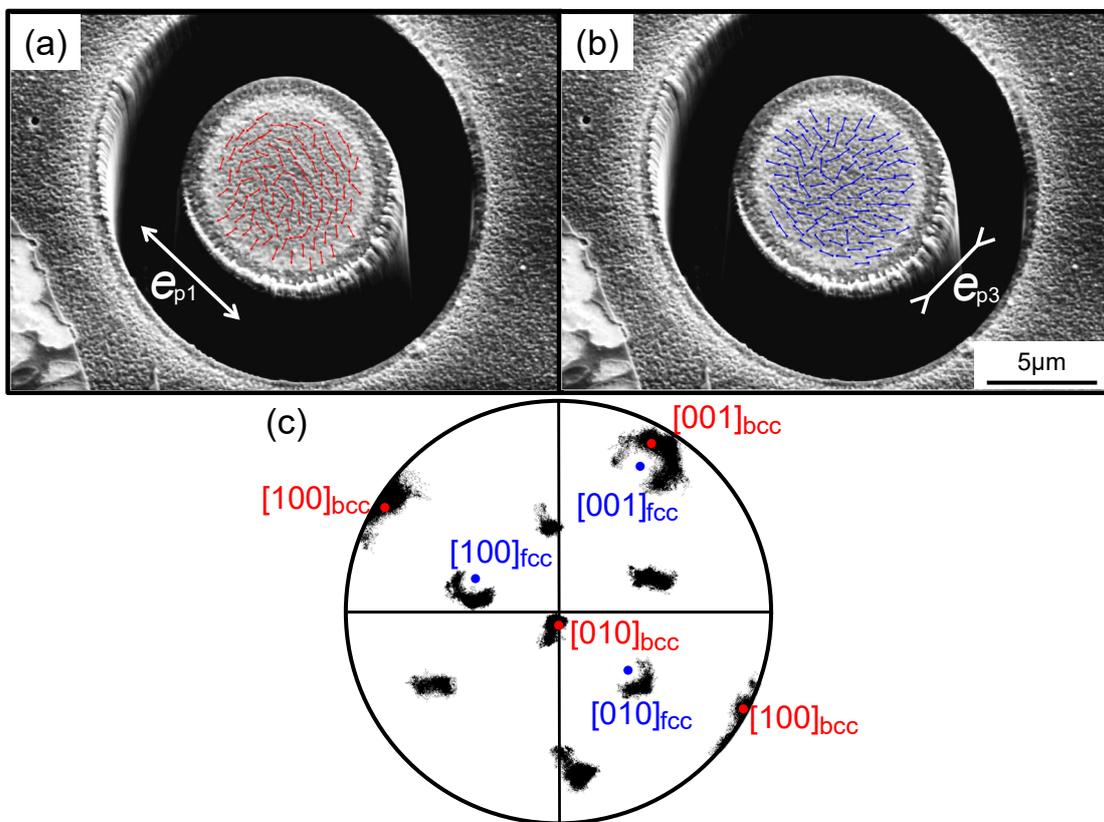


Fig. 2-9. The results of DIC analysis showing the strain released by the FIB processing. (a, b) shows the directions of two principal strains at individual analytical points on the top surface of the micro-pillar with SEM image. (c) is $\langle 001 \rangle_{\text{bcc}}$ pole figure indicating the orientation of Bain correspondence in the micro-pillar.

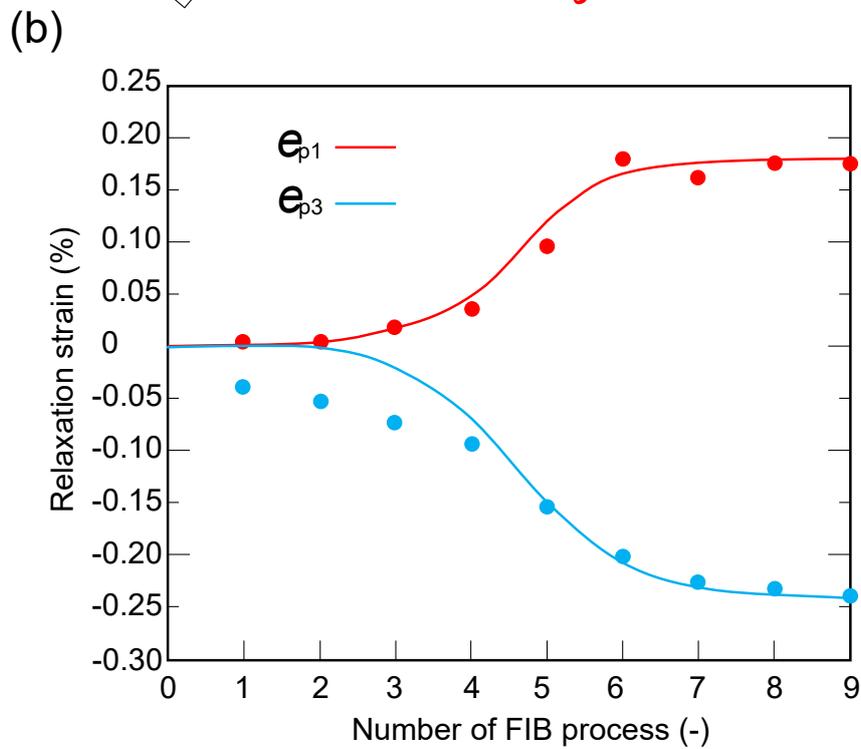
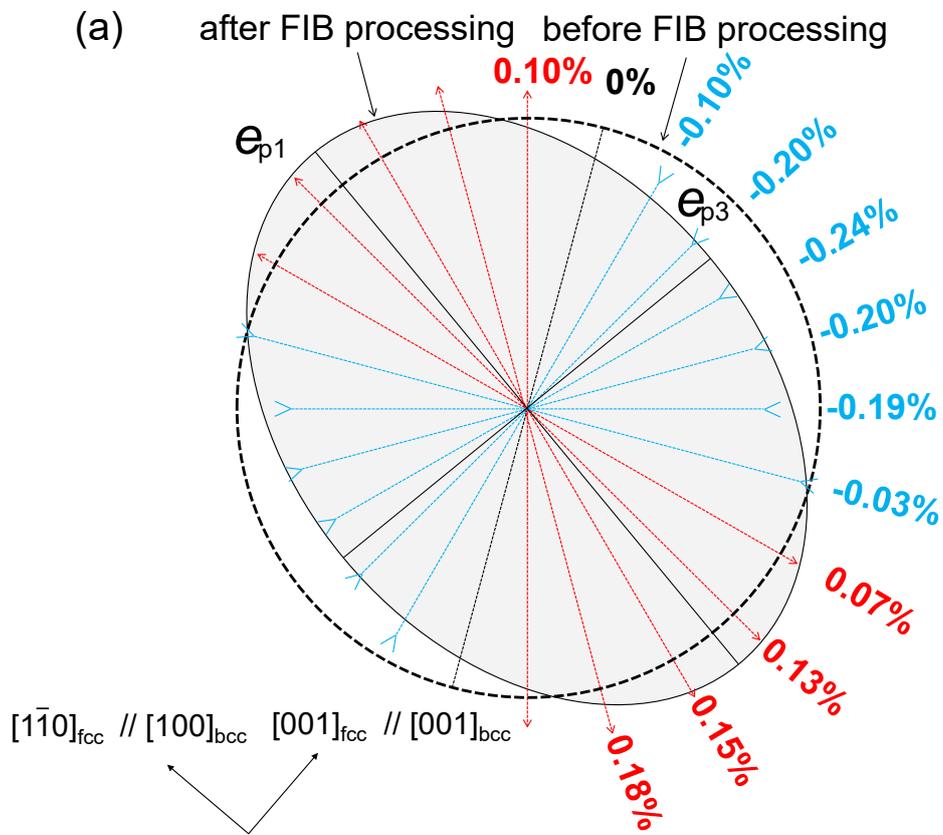


Fig. 2-10. The results of (a) the in-plane strain on the top surface of the micro-pillar, and (b) the development of the principal strains as a function of FIB processing step.

2.3.4 残留ひずみ緩和による軟化

[Fig. 2-11](#) は、ナノインデンテーション試験で得られた IF-martensite 鋼の荷重-変位曲線を示している。ナノインデンテーション試験では、転位の急激な増殖を伴った塑性変形の開始によって pop-in[19]と呼ばれる不連続な変位増加が起こるが、IF-martensite 鋼は pop-in を伴わない連続したカーブを示した。他の研究者らもマルテンサイトでは pop-in がほとんど発生しないことを報告しているが[[20], [21]]、これはマルテンサイトにあらかじめ存在する可動転位の影響によるものと考えられる。マイクロピラー加工前後の曲線を比較すると、同一荷重において FIB 加工されたマイクロピラー材の方がより大きな変位を示しておりナノ硬度が低下したことがわかる。そこで、[Fig. 2-12](#) に IF-martensite 鋼と IF-ferrite 鋼のナノ硬度に対するマイクロピラー加工の影響を示す。IF-martensite 鋼と IF-ferrite 鋼では、絶対的なナノ硬度は大きく異なるものの、FIB 加工前後によるナノ硬度の変化量は両方で大きく異なる。IF-ferrite 鋼では FIB 加工によりナノ硬度がわずかに上昇するか、もしくはほとんど変化しなかったが、IF-martensite 鋼では FIB 加工により約 400MPa のナノ硬度の低下が確認できる。2.3.3 項で確認されたように、FIB 加工により残留ひずみが解放されることを考慮すると、ナノ硬度の低下は残留ひずみの解放に起因するものと考えられる。

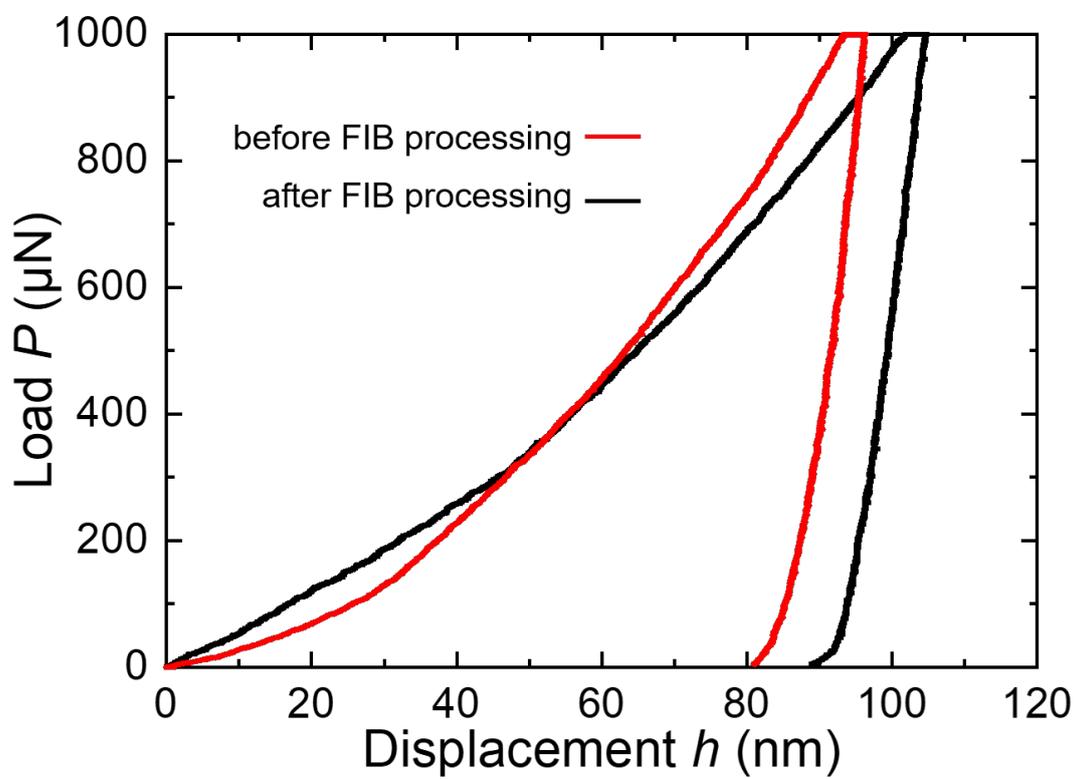


Fig. 2-11. Load-Displacement curves of nano-indentation test in IF-martensite before and after the micro-pillar fabrication.

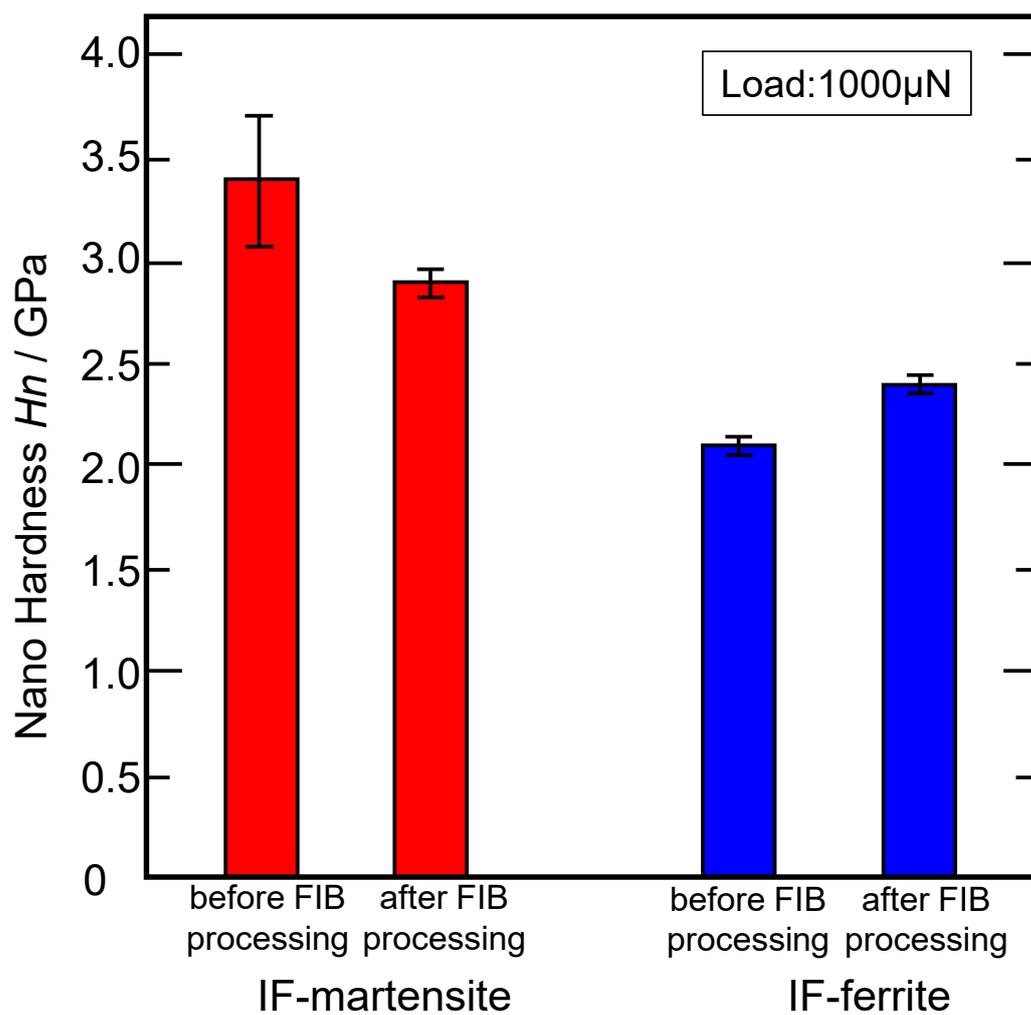


Fig. 2-12. Changes in nano-hardness by the micro-pillar fabrication in IF-martensite and IF-ferrite.

2.4 考察

残留応力は、材料内部に結晶粒よりはるかに大きなスケールで巨視的に発達する Type-I 残留応力がある。マルテンサイト変態の体積膨張により、材料表面には相当量の Type-I 残留引張応力が発生し、炭素鋼マルテンサイトの機械的特性、特に疲労挙動に影響を与えることが知られている[[22], [23]]。しかし、従来の X 線回折法などの残留応力測定技術では、数個の結晶粒または粒内にわたって微視的に分布する残留応力、いわゆる Type-II や Type-III 残留応力を評価するには空間分解能が不十分なため、微視的な残留応力に関する実験報告はほとんどないのが実情である。以下では、自由表面上で求められた残留ひずみから試料内部における残留ひずみと残留応力を推定し、微視的な内部応力、特に Type-II の内部応力の発生機構とマルテンサイトの強度に及ぼす影響について考察を行う。

2.4.1 試料内部における残留応力と残留ひずみの評価

2.3.3 項でマルテンサイト中に微視的に分布する残留ひずみが $[100]_M$ - $[010]_M$ - $[001]_M$ 結晶座標系を主軸とすることを確認した。そこで、[Fig. 2-13](#) に示すようにマルテンサイトの結晶座標系に相当する x_1 - x_2 - x_3 直行座標系を設定すると、試料表面での残留ひずみテンソル e'_{ij} は下記のようなになる。

$$e'_{ij} = \begin{pmatrix} e'_{11} & 0 & 0 \\ 0 & e'_{22} & 0 \\ 0 & 0 & e'_{33} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -0.0018 & 0 & 0 \\ 0 & e'_{22} & 0 \\ 0 & 0 & 0.0024 \end{pmatrix} \quad (2-3)$$

しかしながら、FIB-DIC 解析では、 x_2 軸が試料表面法線方向とほぼ平行であるため、 e'_{22} は検出されない。以下では、試料表面法線方向でのひずみ緩和の有無を考慮して、実際に内在する試料内部の残留ひずみ e_{ij} と残留応力 σ_{ij} を推定する。

試料表面法線方向での残留ひずみの緩和を無視できれば、Bain 格子対応に基づき $e'_{22} = e'_{11}$ とみなすことができ、試料表面と内部では残留ひずみが同様である($e'_{ij} = e_{ij}$)と考えられる。この場合、 σ_{ij} は単純に弾性定数 C_{ijkl} を用いて次のように与えられる。

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl}e_{kl} = C_{ijkl} \begin{pmatrix} e'_{11} & 0 & 0 \\ 0 & e'_{11} & 0 \\ 0 & 0 & e'_{33} \end{pmatrix} = C_{ijkl} \begin{pmatrix} -0.0018 & 0 & 0 \\ 0 & -0.0018 & 0 \\ 0 & 0 & 0.0024 \end{pmatrix} \quad [\text{GPa}] \quad (2-4)$$

ここで、マルテンサイトの弾性定数が Voigt 表記で $C_{11} = 228.1 \text{ GPa}$ 、 $C_{12} = 135.0 \text{ GPa}$ 、 $C_{44} = 113.2 \text{ GPa}$ とすると[24]、 σ_{ij} は次のように見積もられる。

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} -0.33 & 0 & 0 \\ 0 & -0.33 & 0 \\ 0 & 0 & 0.061 \end{pmatrix} \quad [\text{GPa}] \quad (2-5)$$

一方で、試料表面法線方向での残留ひずみの緩和を考慮し($e'_{11} \neq e'_{22}$)、ひずみ緩和が自由表面の影響を受ける場合、次のように自由表面に垂直な応力成分は試料表面でゼロ ($\sigma'_{22} = 0$)になると考えられる。

$$\sigma'_{ij} = \begin{pmatrix} \sigma'_{11} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma'_{33} \end{pmatrix} = C_{ijkl}e'_{kl} = C_{ijkl} \begin{pmatrix} e'_{11} & 0 & 0 \\ 0 & e'_{22} & 0 \\ 0 & 0 & e'_{33} \end{pmatrix} \quad [\text{GPa}] \quad (2-6)$$

式(2-6)に $e'_{11} = -0.0018$ 、 $e'_{33} = 0.0024$ を代入し、上記の弾性定数を代入すると、 e'_{22} 、 σ'_{11} 、 σ'_{33} は、それぞれ -0.00036 、 -0.14 GPa 、 0.26 GPa と見積もられる。そして、 x_1 - x_3 面上の σ'_{ij} が試料内部でも一定であれば、 $\sigma_{11} = \sigma_{22}$ として、 σ_{ij} は以下のように推定される。

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{11} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{33} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -0.14 & 0 & 0 \\ 0 & -0.14 & 0 \\ 0 & 0 & 0.26 \end{pmatrix} \quad [\text{GPa}] \quad (2-7)$$

さらに、推定された残留応力 σ_{ij} を用いて、試料内部の残留ひずみ e_{ij} を以下のように算出することができる。

$$e_{ij} = C_{ijkl}^{-1} \sigma_{kl} = \begin{pmatrix} -0.0014 & 0 & 0 \\ 0 & -0.0014 & 0 \\ 0 & 0 & 0.0028 \end{pmatrix} \quad (2-8)$$

式(2-5)および式(2-7)を比べると、マルテンサイト中に存在する残留応力の最大主応力値は、自由表面の影響の有無を考慮することで 330MPa から 260MPa に減少する。中島ら[25]は、Fe-18%Ni 合金の極低炭素マルテンサイト鋼を用いた引張試験において、その弾性限が 300MPa 程度であることを報告しており、彼らは低弾性限の原因として可動転位の消滅あるいは再配列が関係していると報告している。一方で、Hutchinson ら[26]は、マルテンサイト鋼における低弾性限の原因を内部応力の影響と考えており、彼らの指摘を考慮すると、自由表面の影響を考慮して算出された式(2-7)の値の方が妥当であると思われる。そこで、a 軸と c 軸の格子定数がそれぞれ a_a^{bcc} と a_c^{bcc} となる bcc 構造のマルテンサイトが(2-8)式の残留ひずみによって弾性変形した場合を考えると、その軸比は、 $a_c^{\text{bcc}}/a_a^{\text{bcc}} = (1+0.0028)/(1-0.0014) = 1.0042$ となる。この値は、中性子回折法で評価した c/a 値(1.0052)に非常に近い値であり、Bain 格子対応に起因した残留ひずみによってマルテンサイトがわずかな c/a を持ったと理解できる。仮に、自由表面の影響を無視した場合の残留弾性ひずみを用いて、軸比を算出したとしても、 $a_c^{\text{bcc}}/a_a^{\text{bcc}} = (1+0.0024)/(1-0.0018) = 1.0042$ であることから、自由表面の影響の有無によらず、わずかに c/a を持つことが分かる。内部応力に対する自由表面の影響については、今後さらに深く議論する必要があるが、いずれにしても IF-martensite 鋼中では、変態内部応力によって正方晶ひずみが生じることが明らかとなった。

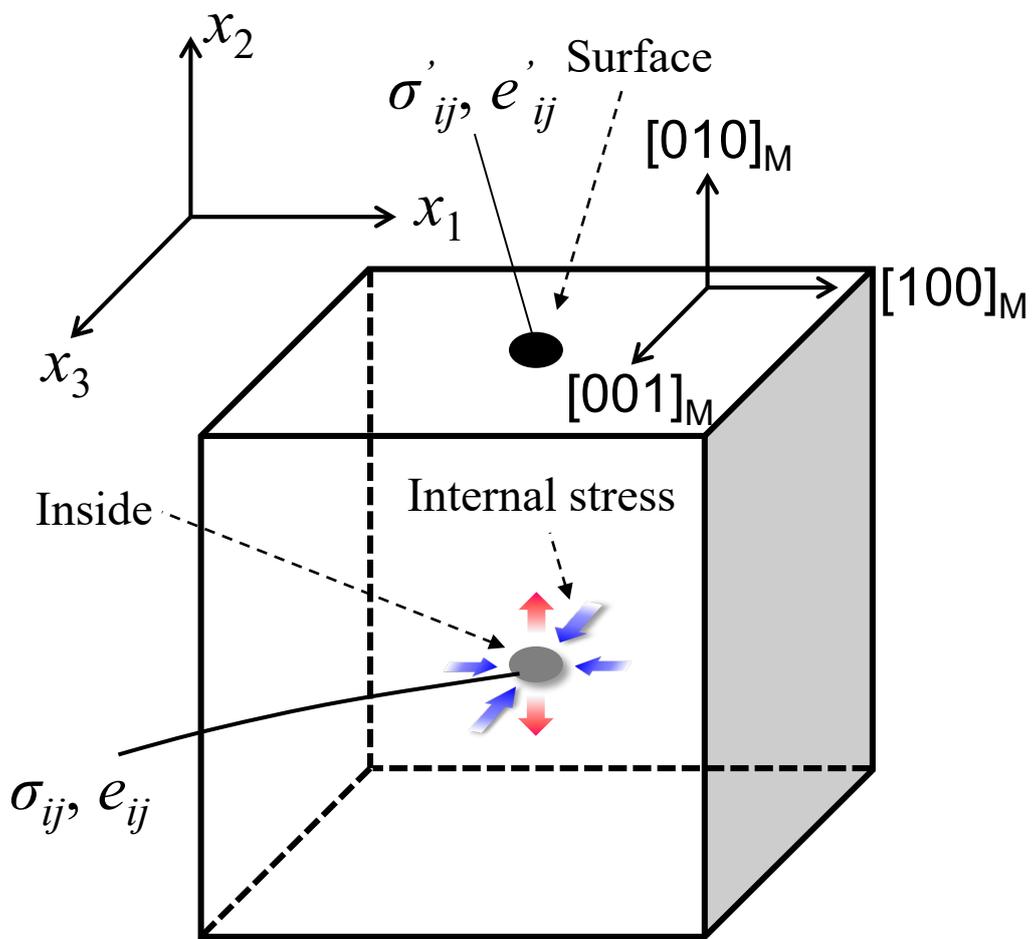


Fig.2-13. Schematic illustration showing residual stress and strain on the surface, and showing actual residual stress and strain inside the material.

2.4.2 Bain ひずみに起因する残留ひずみとミクロスケールにおける bcc マルテンサイトの正方晶性との関係

Fig. 2-4 の同一領域に対して、2.3.2 項で求めた平均格子定数比 $c/a = 1.010$ を用いて bcc 構造で再解析した結果を [Fig. 2-14](#) に示す。(a)は bct-IPF マップであり、(b)は $[001]_{\text{bct}}$ 極点図である。なお、極点図[Fig. 2-14(b)]は、 $[001]_{\text{bct}}$ の強度を相対密度として計算し、カラーコンターで表示したものである。また、旧オーステナイトの $\langle 001 \rangle_{\text{fcc}}$ 極点図は、上記説明と同様に白丸で付記してある。 $[001]_{\text{bct}}$ は Fig. 2-4(b)に示したものと同じパターンで分布した。しかし、実線で囲ったように bcc 構造の c 軸が $[001]_{\text{fcc}}$ と $[010]_{\text{fcc}}$ に集積していることがわかる。一方、点線で囲んだ $[100]_{\text{fcc}}$ に配向した $[001]_{\text{bct}}$ の強度は、他の2方向より低かった。これは、 $[001]_{\text{bct}}$ が観察面の法線方向に近い場合、正方晶にひずんだ bcc および bcc マルテンサイトの EBSD パターンから c 軸を特定することは幾何学的に難しいことに起因する。配向強度解析の結果、 $[001]_{\text{fcc}}$ に配向した $[001]_{\text{bct}}$ の割合が60%程度であったが、上記の幾何学的拘束を考慮すると、大部分のマルテンサイトにおいて、その $[001]_{\text{bct}}$ が $[001]_{\text{fcc}}$ に平行に近いと考えられる。そこで、伸張した $[001]_{\text{bcc}}$ が旧オーステナイトの $\langle 001 \rangle_{\text{fcc}}$ とほぼ平行となる bcc マルテンサイトのみを選択し、その平行関係を $[100]_{\text{fcc}}$ 、 $[010]_{\text{fcc}}$ 、 $[001]_{\text{fcc}}$ の3つに分類して表示した[Fig. 2-14(c)]。その結果、解析領域の大部分が可視化され、Fig. 2-4(c)に示した Bain グループマップに類似した結果が得られた。これらの解析は、正方晶にひずんだ bcc マルテンサイトは c 軸を Bain 軸の $\langle 001 \rangle_{\text{fcc}}$ と平行に保つ傾向にあることを示している。つまり、マルテンサイト変態後も Bain ひずみが部分的に残留し、Bain 軸にほぼ平行な $[001]_{\text{bcc}}$ が弾性的に引張られる結果、マルテンサイトがわずかに正方晶性を示すと考えられる。このことは、マイクロピラー作製によるひずみ解放試験の結果とよく一致する([Fig. 2-10](#) 参照)。

Bain ひずみが部分的にマルテンサイトに残留する理由は、マイクロメカニクスの観点から次のように理解することができる。マルテンサイト変態の変態後期において、未変態のオーステナイト(γ)が、すでにマルテンサイト変態を起こしたマルテンサイト組織

(α')に取り囲まれている状態を考える(Fig. 2-15)。このとき、すでに変態した周囲のマルテンサイトでは複数のバリエーションを形成することで変態ひずみの等方化が図られており、均一な応力状態にあると仮定する。したがって、マルテンサイトの巨視的応力状態は均一であると考えられる。その後、Bain 格子対応に基づき未変態オーステナイトがマルテンサイトに変態すると、その格子変形が周囲のマルテンサイトによって制限され、内部応力が発生する。この際、マルテンサイト変態時の格子不変変形により Bain ひずみの大部分は緩和されることが予想される。Bain ひずみ $\varepsilon_{ij}^{\text{Bain}}$ は、格子定数を fcc : a_{fcc} 、bcc : a_{bcc} とすると、そのひずみテンソルは次式で与えられる。

$$\varepsilon_{ij}^{\text{Bain}} = \begin{pmatrix} \frac{\sqrt{2}a_{\text{bcc}}}{a_{\text{fcc}}} - 1 & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\sqrt{2}a_{\text{bcc}}}{a_{\text{fcc}}} - 1 & 0 \\ 0 & 0 & \frac{a_{\text{bcc}}}{a_{\text{fcc}}} - 1 \end{pmatrix} \quad (2-9)$$

式(2-9)に $a_{\text{fcc}} = 0.363 \text{ nm}$ と $a_{\text{bcc}} = 0.286 \text{ nm}$ を代入すると、 $\varepsilon_{11}^{\text{Bain}} = \varepsilon_{22}^{\text{Bain}} = 0.11$ と $\varepsilon_{33}^{\text{Bain}} = -0.21$ が得られ、これらの値を式(2-4)および(2-8)と比較すると、Bain ひずみの 1.1~1.6% が弾性ひずみとして残存するものと考えられる。つまり、マルテンサイト変態の変態ひずみ ε_{ij}^* を、Bain ひずみによる格子変形とそれを緩和するために働く格子不変変形として考えると、Bain ひずみの一部が残留することで生じた変態ひずみ ε_{ij}^* によって弾性ひずみ e_{ij} が生じ、内部応力 σ_{ij} を発生させると考えることができる(Fig. 2-15 参照)。しかしながら、マルテンサイト変態中の応力状態は動的に変化するので、マルテンサイト変態による微視的な内部応力の動的な発達と分布をより詳細に理解するためには、フェーズフィールドシミュレーションのような時間発展型の数値解析[27]を行う必要があるだろう。

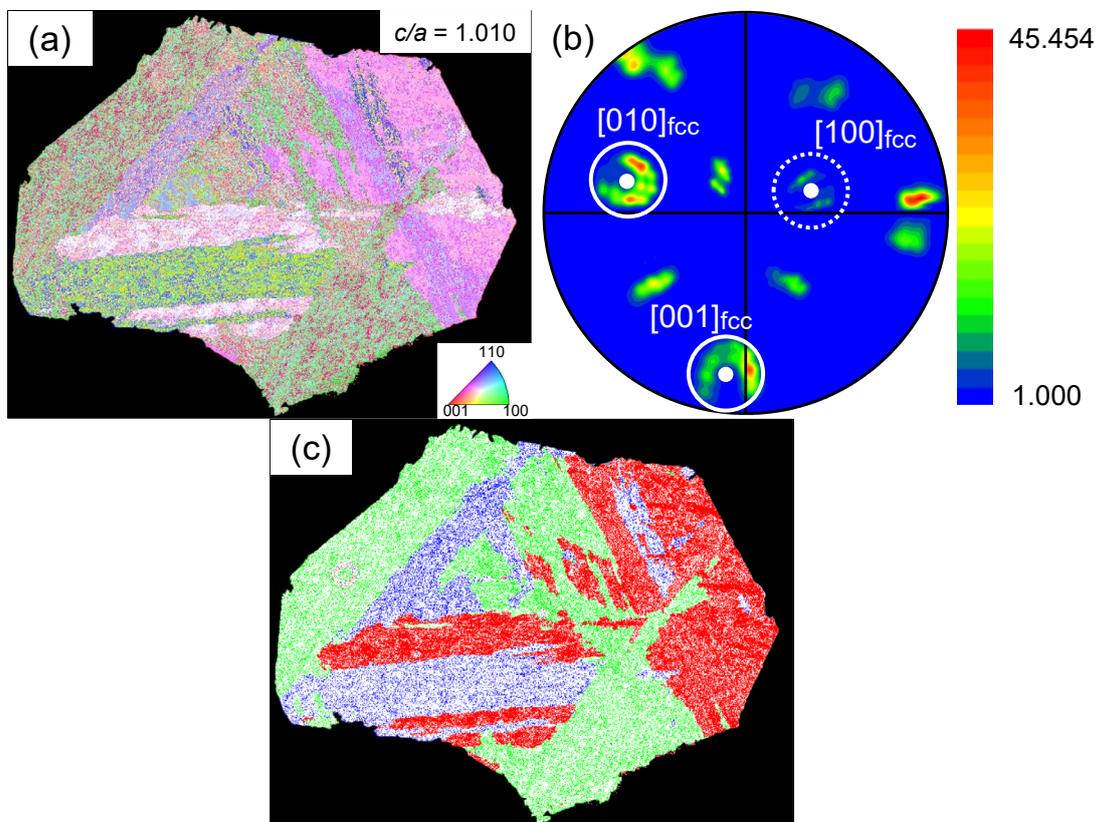


Fig.2-14. EBSD analysis results for martensite within a prior austenite grain. (a) Inverse pole figure maps of bct crystal with $c/a = 1.010$, (b) $[001]_{\text{bct}}$ pole figure shown by integration density and (c) distribution map of bcc martensite shared the c-axis with the $\langle 001 \rangle_{\text{fcc}}$ of prior austenite.

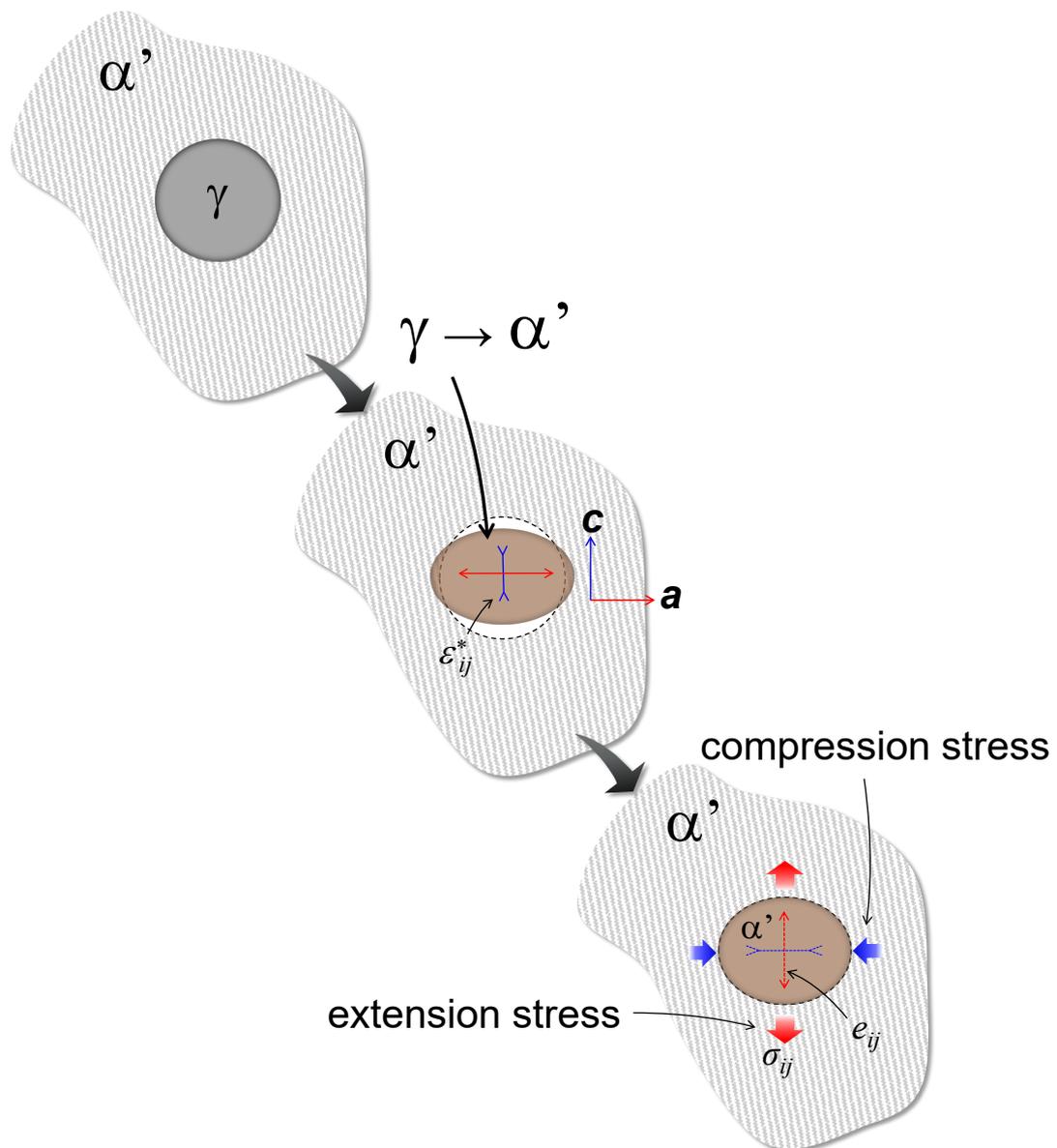


Fig. 2-15. Schematic illustration of the generation mechanism of internal residual stress originating from Bain strain on martensitic transformation. Martensite and austenite are defined as α' and γ , respectively.

2.4.3 機械的性質に及ぼす内部応力の影響

マルテンサイト中の残留ひずみによって発生する内部応力のうち、静水圧応力 σ_H は体積弾性係数 K を用いて式(2-10)および(2-11)で得られる。

$$\sigma_H = K(e_{11} + e_{22} + e_{33}) \quad (2-10)$$

$$K = \frac{E}{3(1-2\nu)} \quad (2-11)$$

ここで、 E 、 ν はそれぞれヤング率、ポアソン比である。 $E = 200\text{GPa}$ 、 $\nu = 0.3$ として、式(2-8)の e_{ij} を代入すると、 σ_H は約 -5MPa となり、残留ひずみによってわずかに静水圧応力が作用していることがわかる。同様に、マルテンサイトの残留ひずみによって発生する相当応力 σ_{eq} は、以下の式(2-12)、(2-13)を用いて、約 660MPa と算出される。

$$\sigma_{\text{eq}} = E e_{\text{eq}} \quad (2-12)$$

$$e_{\text{eq}} = \frac{1}{1+\nu} \sqrt{\frac{1}{2} \{ (e_{11}^* - e_{22}^*)^2 + (e_{22}^* - e_{33}^*)^2 + (e_{33}^* - e_{11}^*)^2 \}} \quad (2-13)$$

これらの静水圧応力や相当応力はナノ硬度と直接比較することはできないが、これらの計算結果は、内部応力がマルテンサイトの高い強度に寄与していることを暗示している。実際、FIB加工によってIF-martensite鋼のナノ硬度が大きく減少した実験事実は、これを支持するものであろう。さらに、Hutchinsonら[28]は、その場シンクロトロン放射光回折測定と結晶塑性有限要素モデルを用いて、マルテンサイト鋼の降伏強度と加工硬化挙動を調査した。彼らは、下部組織に依存して分布する微視的かつ異方的な内部応力が、マルテンサイト鋼の特徴的な降伏挙動を支配する重要な因子であることを提示した。すなわち、マルテンサイト中のBainグループ間に存在する微視的な内部応力がマルテンサイト鋼の降伏強度および疲労強度に影響を及ぼすと考えられる。

2.5 まとめ

IF 化した Fe-16%Ni マルテンサイトを用いて、Bain ひずみに起因する変態内部応力と結晶構造の関係をマクロおよびミクロの観点から評価し、さらにこれが力学特性に及ぼす影響を調査した。得られた結果は以下の通りである。

1. 巨視的な中性子回折法によって、C を固溶しないマルテンサイトにおいても、焼入れのままの状態でも正方晶性が確認された。これは、マルテンサイト変態により発生する変態ひずみによって bcc 構造のマルテンサイトが $[001]_{\text{bcc}}$ に沿って弾性的に伸長することを示している。そして、局所的な EBSD 解析により、伸長した $[001]_{\text{bcc}}$ は旧オーステナイトの $[001]_{\text{fcc}}$ と平行に近いことから、マルテンサイトに発生する変態内部応力は Bain ひずみに由来する変態ひずみであることが明らかとなった。
2. 単一のマルテンサイトブロック内に FIB マイクロピラーを加工した時、FIB 加工の進行に伴って、その形状が連続的かつ異方的に変形した。この FIB 加工によって解放される残留ひずみの異方性は Bain ひずみに由来する変態ひずみのそれと対応することから、ラスマルテンサイト内部では Bain グループを単位として微視的な残留ひずみが分布すると結論づけられる。
3. FIB 加工によりマルテンサイトのナノ硬度が大幅に低下したことから、微視的な変態内部応力がマルテンサイト鋼の力学特性に大きく影響することが示唆された。

2.6 参考文献

- [1] M. Cohen, The strengthening of steel, *Trans. Am. Inst. Min. Metall. Pet. Eng.* 224 (1962) 638–657.
- [2] M. Cohen, On the development of high strength in steel, *J. Iron Steel Inst.* 201 (1963) 833–841.
- [3] R. A. Grange, C. R. Hribal, L. F. Porter, Hardness of tempered martensite in carbon and low-alloy steels, *Metall. Trans. A* 8 (1977) 1775–1785.
- [4] K. Honda, Z. Nishiyama, On the nature of the tetragonal and cubic martensites, *Sci. Rep. Tohoku Imp. Univ. Ser. 1.* 21 (1932) 299–331.
- [5] G.V. Kurdjumov, Martensite crystal lattice, mechanism of austenite-martensite transformation and behavior of carbon atoms in martensite, *Metall. Trans. A* 7 (1976) 999–1011.
- [6] E.C. Bain, The nature of martensite, *Trans. Am. Inst. Min. Metall. Pet. Eng.* 70 (1924) 25–46.
- [7] B. Hutchinson, J. Hagström, O. Karlsson, D. Lindell, M. Tornberg, F. Lindberg, M. Thuvander, Microstructures and hardness of as-quenched martensites (0.1–0.5%C), *Acta Mater.* 59 (2011) 5845–5858.
- [8] N. Maruyama, S. Tabata, H. Kawata, Excess solute carbon and tetragonality in as-quenched Fe-1Mn-C (C:0.07 to 0.8 mass pct) martensite, *Metall. Mater. Trans. A* 51 (2020) 1085–1097.
- [9] F. Archie, M.Z. Mughal, M. Sebastiani, E. Bemporad, S. Zaeferrer, Anisotropic distribution of the micro residual stresses in lath martensite revealed by FIB ring-core milling technique, *Acta Mater.* 150 (2018) 327–338.
- [10] J. Lord, D. Cox, A. Ratzke, M. Sebastiani, A. Korsunsky, E. Salvati, M.Z. Mughal, E. Bemporad, A good practice guide for measuring residual stresses using FIB-DIC, *Measurement Good Practice Guide* 143 (2018).
- [11] B. Hutchinson, J. Brask, An investigation of short range residual stress fields in ferrous lath martensite, *Metall. Mater. Trans. A* 50 (2019) 5581–5584.
- [12] Y. Amemiya, N. Nakada, S. Morooka, M. Kosaka, M. Kato, Dynamic accommodation of internal stress and selection of crystallographic orientation relationship in pearlite, *ISIJ Int.* 62 (2022) 282–290.
- [13] Y. Wada, N. Nakada, S. Onaka, Internal stress of plate martensite depending on aspect ratio via fcc-hcp martensitic transformation in metastable austenitic stainless steels, *Mater. Trans.* 61 (2020) 61–67.
- [14] N. Nakada, M. Nishiyama, N. Koga, T. Tsuchiyama, S. Takaki, Hierarchical strain distribution analysis formed in dual phase steel using a combination of metallographic image and digital image correlation method, *Tetsu-to-Hagané.* 100 (2014) 58–65.
- [15] 小椋 智, ナノインデンテーションによるナノ・マイクロスケール構造体の機械的特性評価, *溶接学会誌* 81 (2012) 671–676.

- [16] 東陽テクニカ, “ナノインデンターの基本原理”, 2016. 08. 17,
https://www.toyo.co.jp/microscopy/casestudy/detail/NI_principle, (参照 2022. 11. 05).
- [17] S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi, T. Maki, The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys, *Acta Mater.* 51 (2003) 1789–1799.
- [18] T. Tanaka, N. Maruyama, N. Nakamura, A. J. Wilkinson, Tetragonality of Fe-C martensite – a pattern matching electron backscatter diffraction analysis compared to X-ray diffraction, *Acta Mater.* 195 (2020) 728–738.
- [19] T. Ohmura, S. Matsuoka, K. Tanaka, T. Yoshida, Nanoindentation load–displacement behavior of pure face centered cubic metal thin films on a hard substrate, *Thin Solid Films* 385 (2001) 198–204.
- [20] T. Ohmura, K. Tsuzaki, S. Matsuoka, Nanohardness measurement of high-purity Fe–C martensite, *Scripta Mater.* 45 (2001) 889–894.
- [21] L. Zhang, T. Ohmura, A. Shibata, K. Tsuzaki, Characterization of local deformation behavior of Fe-Ni lenticular martensite by nanoindentation, *Mater. Sci. Eng., A* 527 (7) (2010) 1869–1874.
- [22] H. Muir, B. Averbach, M. Cohen, The elastic limit and yield behavior of hardened steels, *Trans ASM* 47 (1955) 380–399.
- [23] W. C. Leslie, R. J. Sober, The strength of ferrite and of martensite as functions of composition, temperature, and strain rate, *Trans. ASM* 60 (1967) 459–484.
- [24] S. Takaki, T. Masumura, T. Tsuchiyama, Young’s Modulus of Single Crystalline Iron and Elastic Stiffness, *Tetsu-to-Hagané* 106 (2020) 679–682.
- [25] 中島 孝一, 藤村 佳幸, 松林 弘泰, 土山 聡宏, 高木 節雄, 極低炭素マルテンサイト鋼における降伏挙動と転位組織の変化, *鉄と鋼* 93 (2007) 459–465.
- [26] B. Hutchinson, D. Lindell, M. Barnett, Yielding Behaviour of Martensite in Steel, *ISIJ Int.* 55 (2015) 1114–1122.
- [27] Y. Tsukada, Y. Kojima, T. Koyama, Y. Murata, Phase-field simulation of habit plane formation during martensitic transformation in low-carbon steels, *ISIJ Int.* 55 (2015) 2455–2462.
- [28] B. Hutchinson, P. Bate, D. Lindell, A. Malik, M. Barnett, P. Lynch, Plastic yielding in lath martensites—An alternative viewpoint, *Acta Mater.* 152 (2018) 239–247.

第3章

マルテンサイト鋼の変態内部応力による へき開破壊の異方性

第3章 マルテンサイト鋼の変態内部応力によるへき開破壊の異方性

3.1 緒言

ラスマルテンサイトは、低炭素鋼のマルテンサイト変態で形成される変態組織であり、その高い強度と靱性から高強度構造鋼の基地組織として広く用いられている。さらなる高強度化・高靱性化のためには、ラスマルテンサイト組織と機械的性質の関係をより深く理解する必要があり、これまでも多くの研究が行われてきた。鉄鋼材料では、マルテンサイト変態によって面心立方構造(fcc)のオーステナイト(A)が体心立方構造(bcc)または体心正方構造(bct)のマルテンサイト(M)に変態し、それらの間には Bain 格子対応[†] ($[1-10]_A // [11-1]_M$, $[110]_A // [010]_M$, $(001)_A // (001)_M$)が成立している。しかし、Bain 格子対応に基づく格子変形によって発生するひずみ(Bain ひずみ)は非常に大きいため、ひずみ緩和機構として結晶回転を伴う格子不変変形が発生する。その結果、Bain 格子対応の3つのバリエーション(Bain バリエーション)は、Kurdjumov-Sachs(K-S)の関係($(111)_A // (011)_M$, $[1-10]_A // [11-1]_M$) $[[1], [2], [3], [4], [5]]$ を満たす24種類のバリエーションに派生すると考えられている。実際、低炭素鋼で生成するラスマルテンサイトは、旧オーステナイトに対してK-S関係を有する傾向があり、同一のバリエーションを有するブロックや最密面を共有する6種類のバリエーションで構成されるパケットといったK-Sバリエーションで特徴づけられる階層的な下部組織を持つことが知られている。

ラスマルテンサイトでは、パケット中の最密面である $\{011\}_M$ がすべり面として優先的に働くため、階層的な下部組織が強度や塑性変形挙動に大きな影響を与える[[6], [7], [8], [9]]。一方、鉄系マルテンサイトのようなbcc構造を持つ金属や合金における脆性破壊挙動は $\{001\}$ に沿ったへき開破壊が生じることが知られており[[10], [11], [12], [13]]、特にマルテンサイトの $\{001\}_M$ 低温へき開破壊ではBainバリエーションが重要な役割を担うことが指摘されている。井上ら[[14], [15]]は、焼戻した低炭素マルテンサイト鋼を用いて、ラスマルテンサイトのへき開破壊挙動を調べ、 $\{001\}_M$ へき開き裂は、方位差の小さい異なる

K-S バリエーションからなるブロック境界を通過して伝播することを明らかにした。そこで、彼らは $\{001\}_M$ へき開破壊に対する抵抗の有効結晶粒を「co-variant packets」と定義した。その後、Morrisら[[16], [17]]は、co-variant packetが、低方位差の同一 Bain バリエーションに属する Bain グループに対応することに着目し、Bain グループ中では $\{001\}_M$ へき開き裂がほぼ直線的に伝播することを実証している。さらに、他の研究者ら[[18], [19], [20]]は、ラス組織を有するマルテンサイト鋼およびベイナイト鋼のへき開破壊挙動を調べ、同様のへき開破壊挙動を確認した。

以上のように、ラスマルテンサイトの変形・破壊挙動は結晶学的な観点で研究されてきたが、近年、マルテンサイト変態を介して発生する内部応力の効果についても研究されている[[21], [22], [23], [24], [25]]。第2章で明らかにしたように、 $\langle 001 \rangle_M$ を主軸として異方的な変態内部応力が存在することを考えると、ラスマルテンサイトの $\{001\}_M$ へき開破壊は異方的になることが予想される。ただし、マルテンサイト鋼やベイナイト鋼では、複数の結晶粒に発生するマクロな Type-I の内部応力に分類される熱応力によって、溶接部の破壊靱性が劣化することが知られているが[[26], [27], [28], [29], [30]]、その破壊挙動に対するミクロな Type-II の内部応力の影響についてはほとんど研究がないのが実情である。

そこで、本研究では、主に 0.1C-5Mn 鋼(mass%)を用い、マルテンサイト変態によって誘起された Type-II の内部応力が、ラスマルテンサイトのへき開破壊に及ぼす影響を検討した。具体的には、シャルピー衝撃試験によるモード I 条件での $\{001\}_M$ へき開破壊の異方性を電子線後方散乱回折法(EBSD)により詳細に評価し、 $\{001\}_M$ へき開破壊の異方性を明らかにした。さらに、FIB-DIC により実測した残留ひずみをもとに、ラスマルテンサイトの異方的へき開破壊を微視的変態内部応力の観点から議論した。

†: 炭素鋼で生成されるマルテンサイトの結晶構造は一般に bct 構造とされている。ただし、低炭素鋼では正方晶性が比較的小さく、後述するように内部応力に影響されるため、本研究では bcc 構造として扱った。

3.2 実験方法

3.2.1 試料作製

本研究では、十分な焼入れ性を確保し、脆性破壊を助長させる目的で 5mass%の Mn を添加した 0.1mass%C–5mass%Mn 鋼(0.1C–5Mn 鋼)を使用した。比較材として微量の Ti を添加した Interstitial Free(IF)の IF-9mass%Mn 鋼とより C 量の高い 0.25mass%C–1.2mass%Mn 鋼を使用した。詳細な化学組成を [Table 3-1](#) に示す。0.1C–5Mn 鋼は、Mn のマイクロ偏析を減少させるために熱間圧延後 1473 K で 72 ks 間の均質化処理を施した後、10 mm 厚に冷間圧延した。先行研究[[20], [31]]を参考に、冷延材から 5 × 5 × 55 mm³(幅×厚さ×長さ、mm)のサブサイズの V ノッチ付きシャルピー衝撃試験片([Fig. 3-1](#))を切り出した。このとき、試料片の長手方向が圧延方向、V ノッチ底辺が板厚方向と平行になるようにした。切り出した試験片を 1373 K で 1.8 ks の溶体化処理に施した後、水冷することで焼入れままのラスマルテンサイト単一組織を得た。他の 2 つの比較鋼も同様の熱処理を施した。なお、各鋼のマルテンサイト変態開始温度(M_s)、平均旧オーステナイト粒径、ブロックサイズ、Bain グループサイズは [Table 3-2](#) にまとめた。

Table 3-1. Chemical composition of steels used in this study

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ti	Al	O	N	Fe
0.1C-5Mn (0.1C)	0.092	0.004	4.96	<0.002	0.0024	-	-	0.034		0.0032	Bal.
9Mn-0.1Ti (0C)	0.0010	0.12	9.15	0.0010	0.0034	0.010	0.064	0.019	0.0030	0.00090	Bal.
0.25C-1.2Mn (0.25C)	0.25	0.0060	1.20	-	-	-	-	-	-	-	Bal.

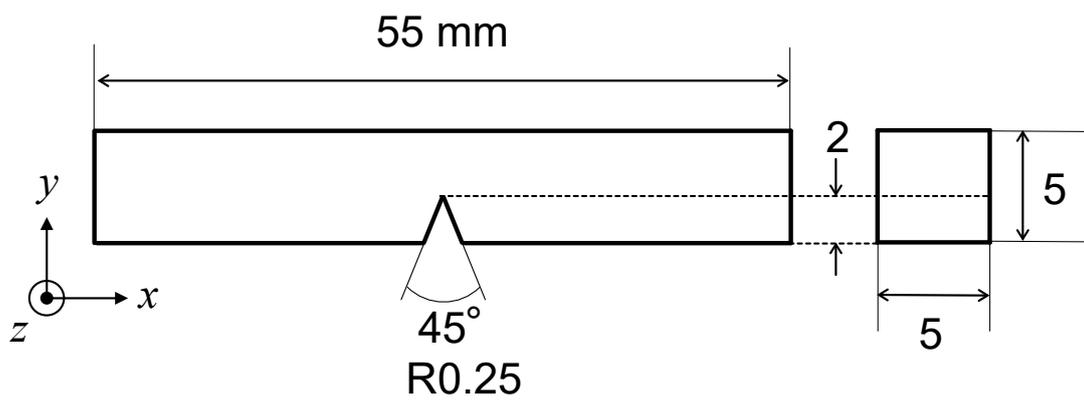


Fig. 3-1. Dimension of a test piece for Charpy impact test.

Table 3-2. Martensitic transformation temperature (M_s), prior austenite grain size, block size, and Bain group size for each steel used in this study.

Steel	M_s (K)	Prior γ grain size (μm)	Block size (μm)	Bain size (μm)
0.1C–5Mn (0.1C)	529	237	8.9	8.8
9Mn–0.1Ti (0C)	500	171	46	47
0.25C–1.2Mn (0.25C)	519	265	7.2	7.1

3.2.2 変態開始温度測定

変態開始温度(M_s)は、フォーマスター試験機(Formastor-F2、富士電波工機株式会社製)を用いた熱膨張試験によって測定した。放電加工機を用いて直径 3.0 mm、高さ 10 mm の円柱試験片を切り出し、#2000 のエメリー紙で加工層が取り除けるまで乾式研磨することで試料とした。加熱速度 100 K/s にて所定の温度まで連続加熱し、その後、窒素ガスによる急冷を行うことで、時間に伴う試料の長さ変化を測定した。そして、得られた時間-変位曲線から温度-変位曲線(熱膨張曲線)に変換し、熱膨張による長さ変化の直線性が失われる温度を変態開始温度として評価した。変態開始温度は、5 回以上の試験によって得られた最大値と最小値を除いた残りの測定点の平均とした。また、窒素ガスの噴射によって熱膨張曲線が不自然に湾曲する場合、その後の冷却曲線を参考に近似曲線によって補正した。

3.2.3 シャルピー衝撃試験

シャルピー衝撃試験は、計装化ロードセルを取り付けた 300 J シャルピー衝撃試験機(富士試験機株式会社)を用いて行い、試験片を液体窒素に浸漬させ 77 K で 600 s 保持した直後に常温で実施した。専用ソフトウェア IitmWim19(株式会社米倉製作所)を用いて衝撃荷重を逐次モニターし、スムージング処理により高周波のノイズを除去した荷重-変位曲線を得た。なお、スムージング処理により最大荷重がほとんど変化しないことを確認した。シャルピー衝撃試験後の試料は、電気 Ni めっきを行うことで破面を保護し、後述する破面縦断面の組織観察および結晶方位解析に使用した。電解 Ni めっきには 150 gL^{-1} $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 15 gL^{-1} H_3BO_4 溶液と純 Ni 板を用い、電流密度 10 Am^{-2} で 21.6 ks のめっき処理を実施した。

3.2.4 組織観察

各試料の組織観察は電界放出型走査電子顕微鏡 (FE-SEM、JSM-7001F、日本電子株式会社) を用いて観察した。3.2.3 項で示した Ni めっきで保護された試料を、ファインカッターで切断し、切断面が観察面となるように導電性の樹脂(クルツァージャパン株式会社、Technovit5000)に埋め込んだ。この試料を#220~#4000 のエメリー紙で順次、湿式研磨した後、粒子径 12 nm のコロイダルシリカを研磨液として、自動研磨機による 3.6 ks の仕上げ研磨を行った。その後、デシケーターに入れ真空引きによる脱ガス処理を行った。測定条件は、加速電圧 15 kV、作動距離 15.0 mm の条件で観察し、測定領域に合わせて適宜倍率を変化させ、破面および破面縦断面の二次電子像を得た。

3.2.5 結晶方位測定

各試料の結晶方位解析は、電子線後方散乱回折(EBSD)法により解析した。FE-SEM(日本電子株式会社製、JSM-7001F)を用いて、加速電圧 15 kV、作動距離 15.0 mm の条件で、観察倍率に応じてステップサイズを 0.1~0.4 μm に設定し測定した。FE-SEM に搭載された専用検出器によって EBSD パターンを検出し、これを OIM Data Collection ver. 7.1.0(株式会社 TSL ソリューションズ製)により解析することで結晶方位を測定した。その後、得られたデータを OIM Analysis ver.7.3.0 を用いて、逆極点図に準じた結晶方位マップ(inverse pole figure: IPF map)および極点図として出力した。なお、EBSD 測定用試料は、3.2.4 項で示した試料と同じである。

3.2.6 微視的内部応力測定

ラスマルテンサイト中に発生する微視的な内部応力の測定は、FIB-DIC 法[32]を用いた。微視的な内部応力評価用の試料は、 $10^4 \times 10^4 \times 10^4 \text{ mm}^3$ に切削し、それらを 3.2.1 項で示した同様の溶体化処理条件で熱処理した。その後、導電性の樹脂(クルツァージャパン株式会社、Technovit5000)を用いて樹脂埋めし、エメリー紙で#220 から#4000 まで順

次、湿式研磨した後、自動研磨機で粒径 12 nm のコロイダルシリカで、3.6 ks 丁寧に仕上げ研磨を行い、試料作製による表面のひずみを除去した。ピラーの微細加工は、FIB 装置付きの電界放出型走査電子顕微鏡(FIB/FE-SEM : Scios、FEI ジャパン株式会社)を使用し、加速電圧 30 kV、照射電流 0.5 nA の条件下で加工した。この際、1 回の加工による加工深さが約 0.5 μm となるように加工時間を設定した。残留応力の評価領域は、試料中央部付近で測定し、直径 10 μm の円柱状マイクロピラーは、ラスマルテンサイトの Bain グループ内に、深さ 5.0 μm に達するまで加工した。FIB 加工の前後で、加速電圧 10 kV、作動距離 7.0 mm の条件下で、解像度 1536 \times 1024 pixel の SEM 画像を撮影し、GOM 社が開発した GOM Correlate Professional ソフトウェアを用いた DIC 解析により、円柱状マイクロピラー上端面の二次元ひずみを正確に測定した。DIC 解析では画像関連のためにランダムパターンが必要なため、FIB 加工前に試料を王水で化学エッチングし、不規則な腐食パターンを形成した。DIC 解析は、サブセットサイズを 148 \times 148 pixel(\sim 2.5 \times 2.5 μm) とし、ステップパラメータを 9 pixel(152nm)とした。Si を使用した FIB-DIC のモデリングおよび実験に基づく先行研究[[33], [34]]によると、ピラー径が 1.0 μm より大きい場合、FIB による損傷は微視的なひずみ測定にあまり影響を与えないことが分かっている。そこで、本研究では、ピラー径を 10 μm とし、外周から 1.0 μm を除いたピラー上端面中央部において DIC 解析を行った。

3.3 実験結果

3.3.1 0.1C-5Mn 鋼におけるラスマルテンサイトの結晶学的特徴

[Fig. 3-2](#) は、焼入れままの 0.1C-5Mn 鋼のマイクロ組織を示す EBSD 解析結果である。旧オーステナイト粒界と方位差 15° 以上の高角粒界をそれぞれ黒破線と黒実線で表している。焼入れままの材料は、複数のバリエントを伴うラスマルテンサイト組織を全面で呈しており、ブロックやパケットといった階層的な下部組織が旧オーステナイト粒内によく発達していることがわかる。「A」で示す旧オーステナイト粒におけるマルテンサイトバリエントの結晶方位を示す $\{001\}_M$ 極点図[Fig. 3-2(b)]は、K-S 関係[[1], [2],[3], [4], [5]]で特徴づけられる結晶方位分布を示している。つまり、旧オーステナイトとマルテンサイトの間には K-S 関係が成立し、焼入れままの組織に 24 種類の K-S バリエントが形成されている。そのため、Fig. 3-2(b)には K-S 関係から予測される旧オーステナイトの $\{001\}_A$ と 24 種類の K-S マルテンサイトバリエントに対応する $\{001\}_M$ をそれぞれ黒丸と白丸で付記している。鉄鋼のマルテンサイト変態において、24 種類の K-S バリエントは、オーステナイトと $\{001\}$ を共有する 3 つの Bain バリエント($\{001\}_A // \{001\}_M$)から派生したバリエントとみなすことができる。そこで、極点図に従って、旧オーステナイトの $(100)_A$ 、 $(010)_A$ 、 $(001)_A$ におおよそ平行な $\{001\}_M$ を有するマルテンサイトバリエントをそれぞれ Bain-1(赤)、Bain-2(青)、Bain-3(緑)に分類し、Fig. 3-2(c)に 3 つの Bain バリエントの分布を Bain グループマップとして表示した。Bain グループマップから、3 つの Bain グループはほぼ同じ面積率で発達しており、測定領域に対し求積法で求めた Bain グループの平均サイズは約 $16\mu\text{m}$ であった。この Bain グループは、2 章で示した IF-16mass%Ni 鋼におけるラスマルテンサイトのサイズよりも明らかに微細になっており、これは C の添加によって下部組織が微細化し、Bain グループの大きさも減少するという先行研究の結果[[2], [35], [36], [37]]と一致する。

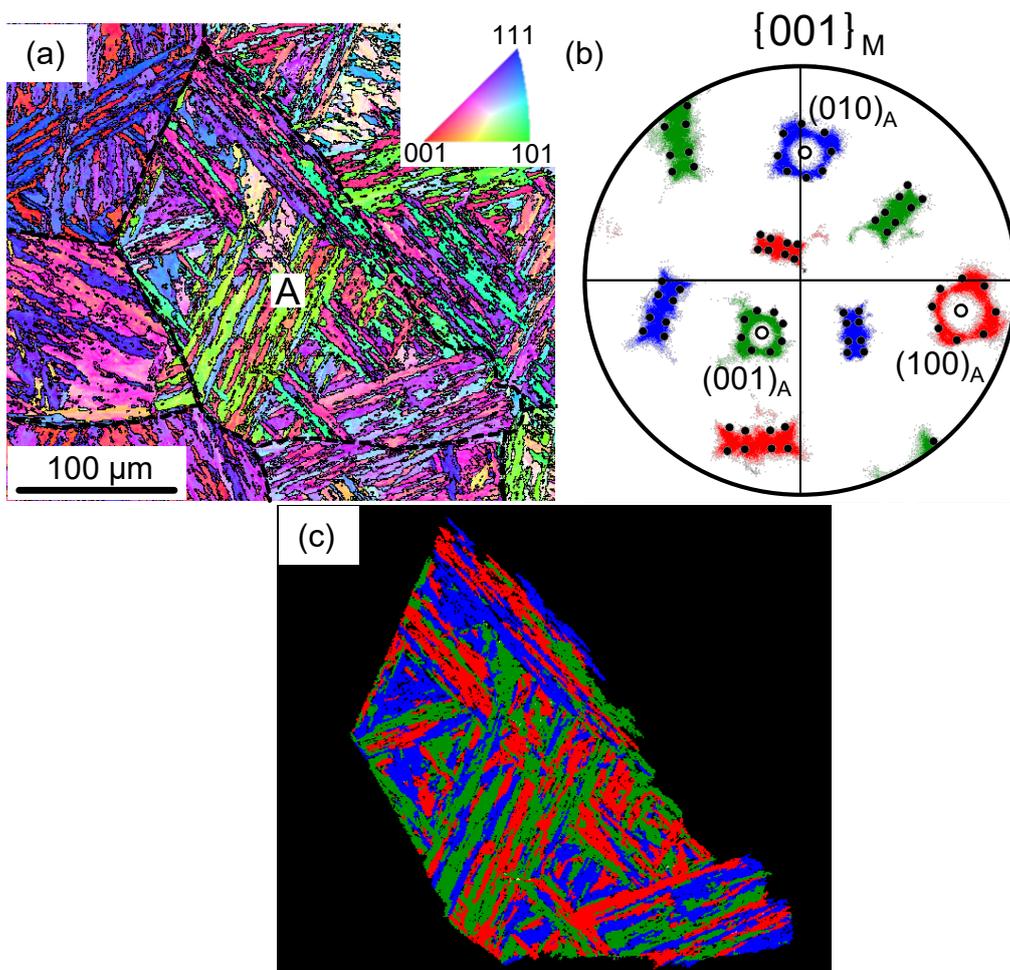


Fig. 3-2. The results of crystal orientation analysis for lath martensite obtained in 0.1C–5Mn steel. (a) is IPF map for bcc phase. (b) and (c) indicate the $\{001\}_M$ pole figure classified by Bain orientation relationship in the prior austenite grain A and the corresponding Bain group map, respectively.

3.3.2 ラスマルテンサイトにおける Bain ひずみによる変態内部応力の異方性

0.1C-5Mn 鋼の焼入れままマルテンサイトにおいて、FIB 加工による微細加工の一例を [Fig. 3-3](#) に示す。一つの旧オーステナイト粒を選択して、(a) bcc-IPF、(b) Bain グループマップとして表示し、それに対応する $\{001\}_M$ 極点図を(c)に示す。FIB 加工により、旧オーステナイト粒内の比較的粗大な Bain-1(赤)グループ内に直径 10 μm のマイクロピラーが形成されていることが確認でき、FIB 加工後のマイクロピラーの SEM 画像(d)からピラー上端面の端部におけるダレが比較的少ないことが分かる。さらに、ピラーの高さ方向(試料表面法線方向)に沿って EBSD 観察を連続的に行い、マイクロピラー内のマルテンサイト組織を 3 次元的に解析した結果、マイクロピラー内部で Bain-1 の体積分率が約 81% を占めていることを確認した。このことから、マイクロピラーはほぼ 1 つの Bain グループから構成されていることが明らかになった。また、極点図(c)より、 $[010]_M$ が観察面の法線方向とほぼ平行に存在し、 $[100]_M$ と $[001]_M$ が観察面上に存在することがわかる。 [Fig. 3-4](#) は、マイクロピラーの表面に対して行った DIC 解析の結果を示す。マイクロピラーの面内法線方向を回転軸として、 15° 毎に座標系を回転させて平均垂直ひずみを測定し、2 次元平面ひずみとしてまとめた結果を [Fig. 3-4\(a\)](#) に示している。その結果、 $[100]_M$ と $[001]_M$ に沿って引張と圧縮の弾性変形が観察され、 e_{p1} と e_{p3} はそれぞれ弾性ひずみの主ひずみに対応することが分かる。FIB 加工が進むにつれて、それぞれの主ひずみは徐々に増加あるいは減少し、最終的にその平均ひずみはそれぞれ 0.27%、-0.15% に達した [\[Fig. 3-4\(b\)\]](#)。さらに、個々の Bain グループについて同様の操作を 5 回行ったところ、いずれの場合も同様に弾性ひずみが確認された。すなわち、ラスマルテンサイトには、Bain 格子対応を主軸として、a 軸方向に -0.27%、c 軸方向に 0.15% の弾性ひずみが残存していることを示している。そこで、第 2 章で求めたように、自由表面の影響による試料表面法線方向での残留ひずみの緩和を考慮($e'_{11} \neq e'_{22}$)して、材料内部に存在する残留応力 σ_{ij} と残留ひずみ e_{ij} を同様の方法で推定すると以下のようなになる。

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} -0.32 & 0 & 0 \\ 0 & -0.32 & 0 \\ 0 & 0 & 0.074 \end{pmatrix} \quad (3-1)$$

$$e_{ij} = \begin{pmatrix} -0.0018 & 0 & 0 \\ 0 & -0.0018 & 0 \\ 0 & 0 & 0.0024 \end{pmatrix} \quad (3-2)$$

マルテンサイトの結晶構造が完全な bcc 構造で残留弾性ひずみ e_{ij} を持ち、a 軸と c 軸の格子定数をそれぞれ a_a^{bcc} と a_c^{bcc} とした場合、焼入れままの bcc マルテンサイトの軸比は、 $a_c^{\text{bcc}}/a_a^{\text{bcc}} = (1+0.0024)/(1-0.0018) = 1.0042$ と表される。X 線回折で測定した焼入れままのマルテンサイトの結晶構造は bct 構造であり、その軸比 $a_c^{\text{bct}}/a_a^{\text{bct}}$ は次式で表されるように固溶 C 量の増加に伴い直線的に増加することが報告されている[38]。

$$a_c^{\text{bct}}/a_a^{\text{bct}} = 1.000 + 0.045 \times (\text{mass}\%C) \quad (3-3)$$

ここで、0.092 mass% の C が焼入れままのマルテンサイトに過飽和固溶しているとする、式(3-3)より軸比は $a_c^{\text{bct}}/a_a^{\text{bct}} = 1.0041$ と推定される。この値は、上記で計算された正方晶にひずんだ bcc 構造の軸比 $a_c^{\text{bcc}}/a_a^{\text{bcc}}$ と一致するものであった。一般的に、fcc 格子の八面体位置の C 原子は、Bain 格子対応により bcc 格子における一組の八面体位置に規則配列した c 軸にあり、bct 格子が形成されると考えられている。しかし、本実験結果は、Bain ひずみに起因した残留弾性ひずみによって、溶質 C 原子が c 軸方向に規則化する可能性を示唆している。Maruyama ら[39]は、X 線回折と 3 次元アトムプローブによる実験結果から、同様の機構を指摘しているが、溶質 C の規則化固溶と変態内部応力の関係については、さらなる検討が必要である。内部応力に対する自由表面の影響についても、今後さらに深く議論する必要があると思われるが、本研究では、マルテンサイト鋼のへき開破壊について、式(3-1)の内部応力を用いて議論することにする。

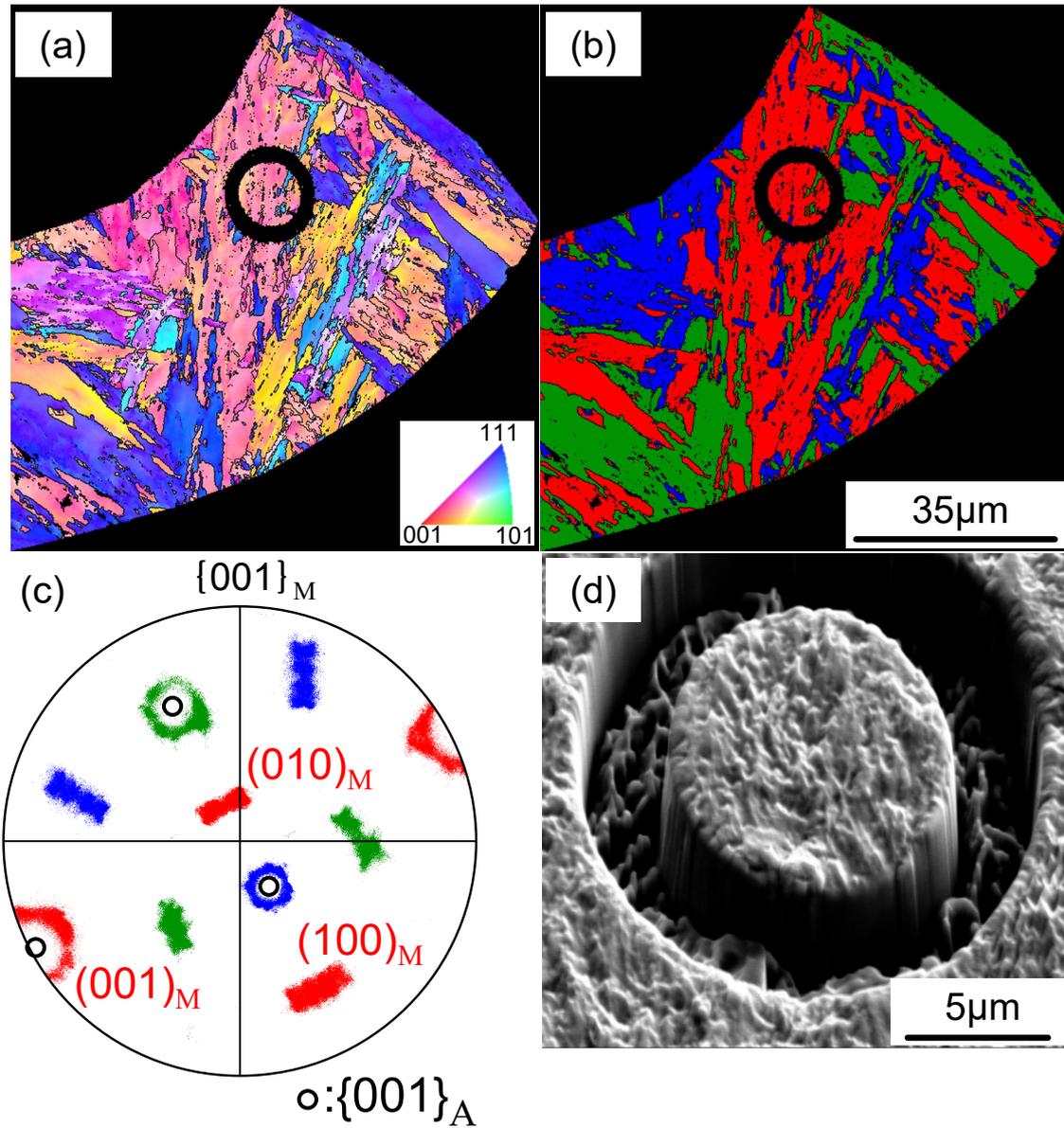


Fig. 3-3. The results of crystal orientation analysis for the FIB processing. (a) Inverse pole figure map, (b) Bain map, and (c) $\{001\}_M$ pole figure of martensite within the prior austenite grain. (d) The SEM image of the micro-pillar after FIB processing.

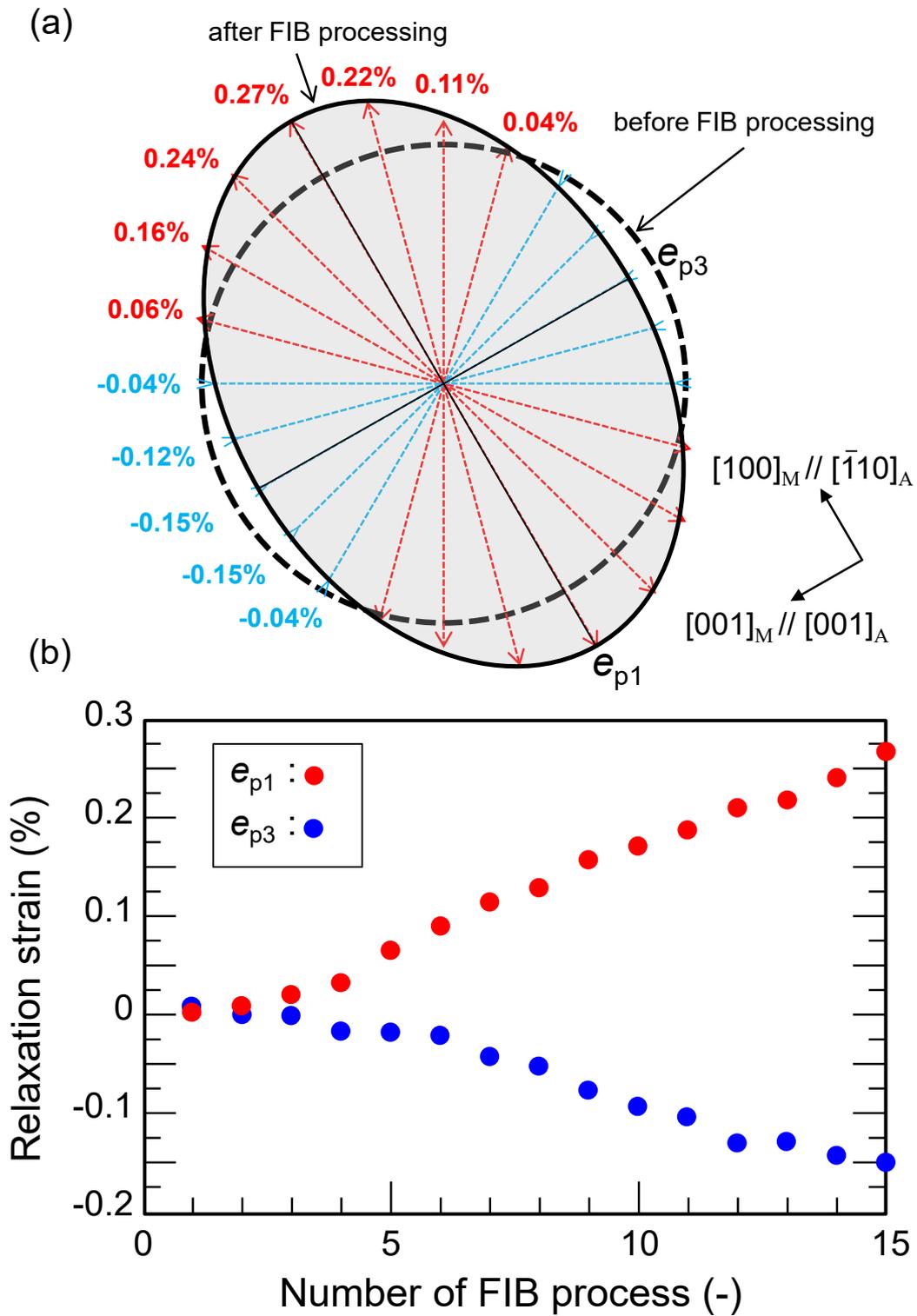


Fig. 3-4. The results of (a) the in-plane strain on the top surface of the micro-pillar, and (b) the development of the principal strains as a function of FIB processing step.

3.3.3 焼入れままラスマルテンサイトの低温へき開破壊

[Fig. 3-5](#)は、焼入れままの0.1C-5Mn鋼を用いて、77 Kで600 s保持した直後にシャルピー衝撃試験で計測して得られた荷重-変位曲線を示している。試験後期では試験機の剛性に由来する長周期の応力波が含まれているが、試験初期では変位の増加に伴って荷重が直線的に増加し、約900 Nに達した後、荷重が急激に減少することが分かる。このような急激な荷重の低下は、弾性変形中に脆性破壊が発生したことを示唆している。実際、衝撃試験で評価された衝撃吸収エネルギーの値(衝撃値)は13.7 J/cm²と非常に低い値であった。[Fig. 3-6](#)にシャルピー衝撃試験後の破面の光顕写真(a)とSEM像(b, c)を示す。光顕写真(a)と低倍率のSEM像(b)から、材料は大きな形状変形をせずに破壊しており、破面は比較的平滑であることがわかる。また、高倍率で破面ノッチ近傍を観察すると(c)、延性破壊に特徴的なディンプルはなく、脆性破壊で見られるリバーパターンを確認することができる。これらの結果から、焼入れままの鋼材では脆性破壊が起きていることが証明された。

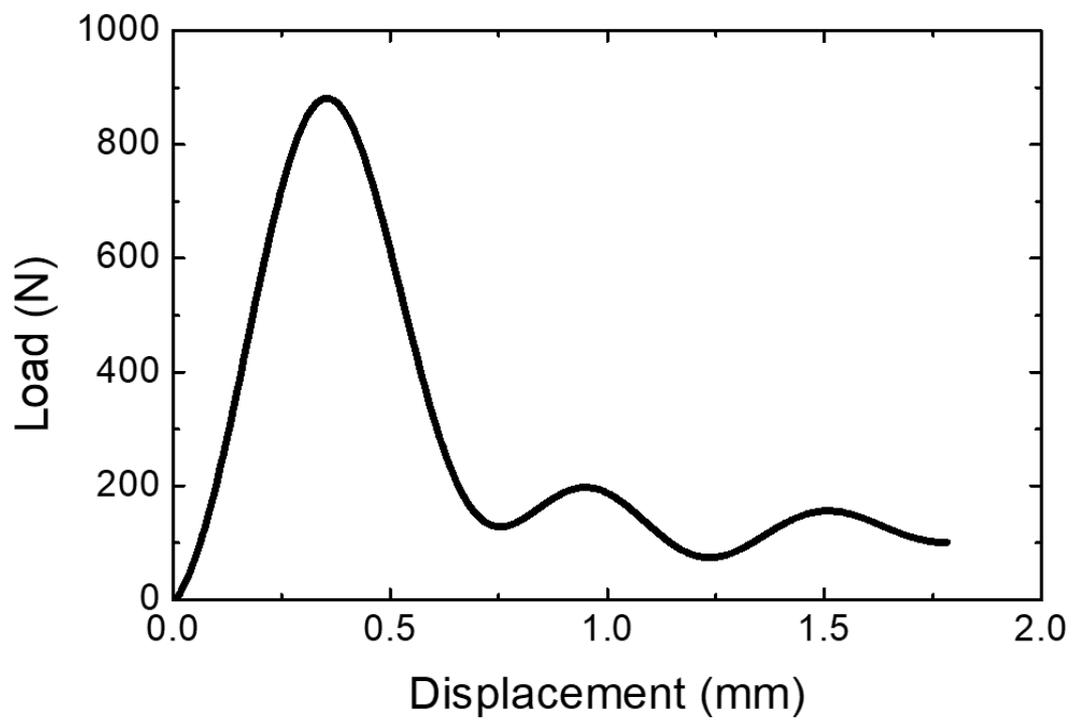


Fig. 3-5. Load-displacement curve obtained by instrumentation Charpy impact test in as-quenched 0.1C-5.0Mn steel.

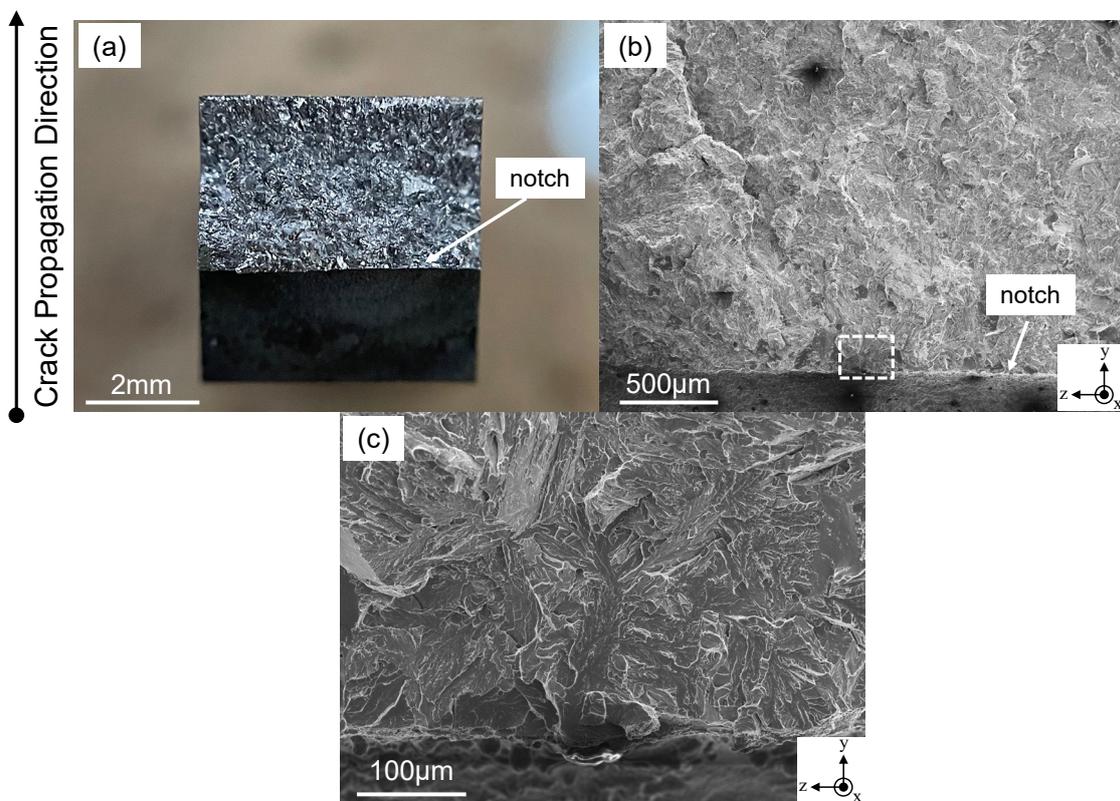


Fig. 3-6. Optical and SEM images showing the fracture surface of 0.1C-5Mn steel after Charpy impact test. (a) is an optical image of the brittle fractured test piece. SEM image (c) is the magnified image corresponding to the area surrounded by the dotted white square in (b).

3.3.4 ラスマルテンサイトにおける{001}面へき開破壊の異方性

[Fig. 3-7](#)は、シャルピー衝撃試験片の破面縦断面のSEM像を示しており、画像中のノッチ先端から試料の上端面までき裂が進展していた。破面には十分な厚みのNiメッキが施されており、破面を保護している。主き裂は、多数のファセットな界面を連結して伝播した結果、リバーパターンを伴った巨視的な破壊を生じており、破面付近には白い矢印で示すようなサブクラックがいくつか観察された。これらのへき開面の結晶学的特徴を解析するために、[Fig. 3-7](#)の白点線で囲まれた領域に対応するEBSD解析マップを、(a)bcc-IPFマップおよび(b)Bainグループマップとして[Fig. 3-8](#)に示した。Bainグループマップでは、旧オーステナイト粒毎に3つのBainグループを赤、青、緑に色分けしている。さらに、(a)で γ_1 と表示された旧オーステナイト粒におけるマルテンサイトの $\{001\}_M$ 極点図を(c)に示す。[Fig. 3-8\(b\)](#)では、各Bainグループにおける観察面上の3つの $\{001\}_M$ トレースを白線で示しており、特にBain格子対応における $(001)_M$ は太線で強調している。bcc-IPFマップ(a)では、 γ_1 と γ_2 で示される2つの旧オーステナイト粒が観察領域内に存在しており、破面近傍では結晶回転や塑性流動がほとんど見られないことから、塑性変形のほとんどないへき開破壊が生じたことが分かる。Bainマップ(b)より、破面ファセットは $\{001\}_M$ トレースと一致し、個々のBainグループ内で大きく成長する傾向にあった。その結果、様々な $\{001\}_M$ へき開面によって形成された主き裂の伝播は、各Bainグループ境界で偏向していることがわかる。また、[Fig. 3-7](#)に示すサブクラックにおいても、主き裂と同様に、 $\{001\}_M$ でのへき開破壊とBainグループ境界でき裂の偏向が発生していることが確認された。Bainグループに拘束された $\{001\}_M$ へき開破壊は、低炭素マルテンサイト鋼[[16], [17], [20]]のみならず、ラス組織を有するベイナイト鋼[[18], [19]]でも複数の研究者によって報告されている。ここで注目すべきは、赤色のBain-1では $(001)_M$ が他の $(100)_M$ や $(010)_M$ よりも頻繁に破壊しているように見えることである。そこで、 $\{001\}_M$ へき開破壊の異方性を調べるために、以下の解析を行った。まず、旧オーステナイト粒である γ_1 において、破面に沿って測定点を選定し、できる限り恣意性を排除

するために測定点の間隔を $\sim 0.3\mu\text{m}$ に固定して、822点の測定点を抽出した。次に、測定点が $\{001\}_M$ のトレースを持つへき開面に属するかどうかを判定し、へき開破壊であれば、極点図(c)のBain格子対応により、へき開面をa軸方向に垂直な $(100)_M$ および $(010)_M$ 、または、c軸方向に垂直な $(001)_M$ に分類した。この際、 $(100)_M$ と $(010)_M$ はBain格子対応において等価であるため、一意に特定することはできないので、それぞれを $(100)\text{-}1_M$ 、 $(100)\text{-}2_M$ として表記した。以上の解析に基づく各Bainグループの破壊頻度をTable 3-3にまとめる。これにより、破面における $\{001\}_M$ へき開面の比率は88%であり、焼入れままのラスマルテンサイトでは $\{001\}_M$ へき開破壊が支配的であることが再確認された。また、残りの12%は非へき開破壊として特徴づけられ、破面のティアリッジに対応することが確認された[Fig. 3-8(a)の白矢印参照]。 $\{001\}_M$ のへき開破壊比率を比較すると、Bain-1では $(001)_M$ が68%と比較的高い割合を示したが、Bain-2、Bain-3における $(001)_M$ では約35%を占めていた。 $\{001\}_M$ の破壊比率のばらつきは、Bainグループによって幾何学的な破壊条件が異なることに起因する。そこで、以下では $\{001\}_M$ へき開破壊の異方性について、モードI破壊に基づく応力条件の観点から考察した。

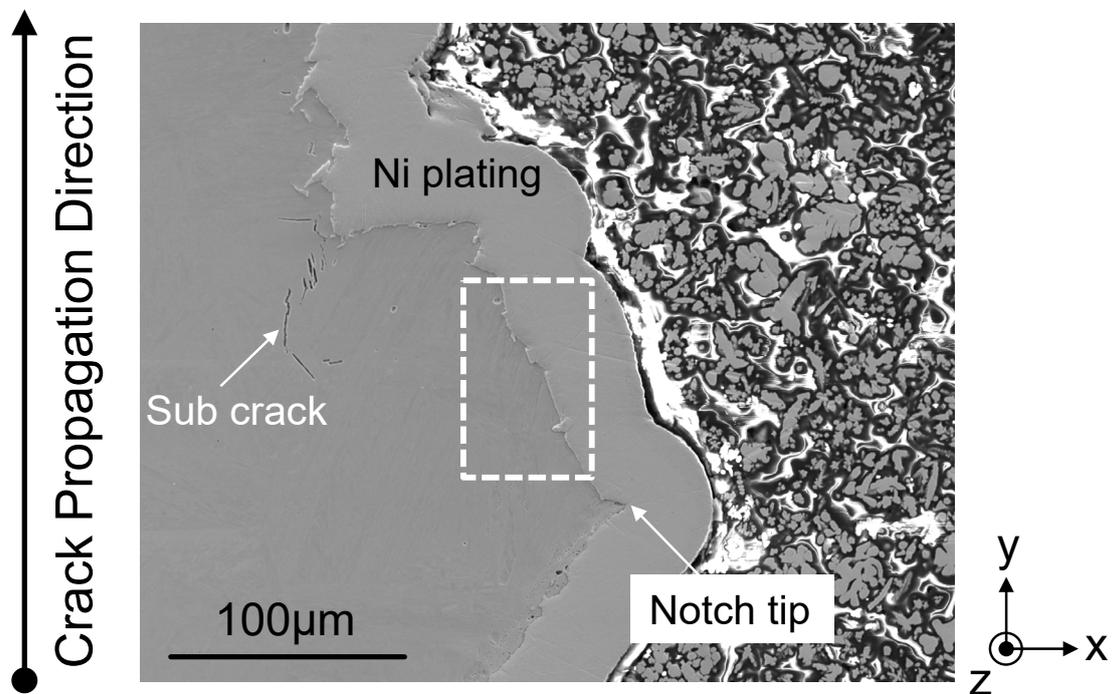


Fig. 3-7. SEM image showing a vertical section of the fracture surface near the bottom of the V-notch.

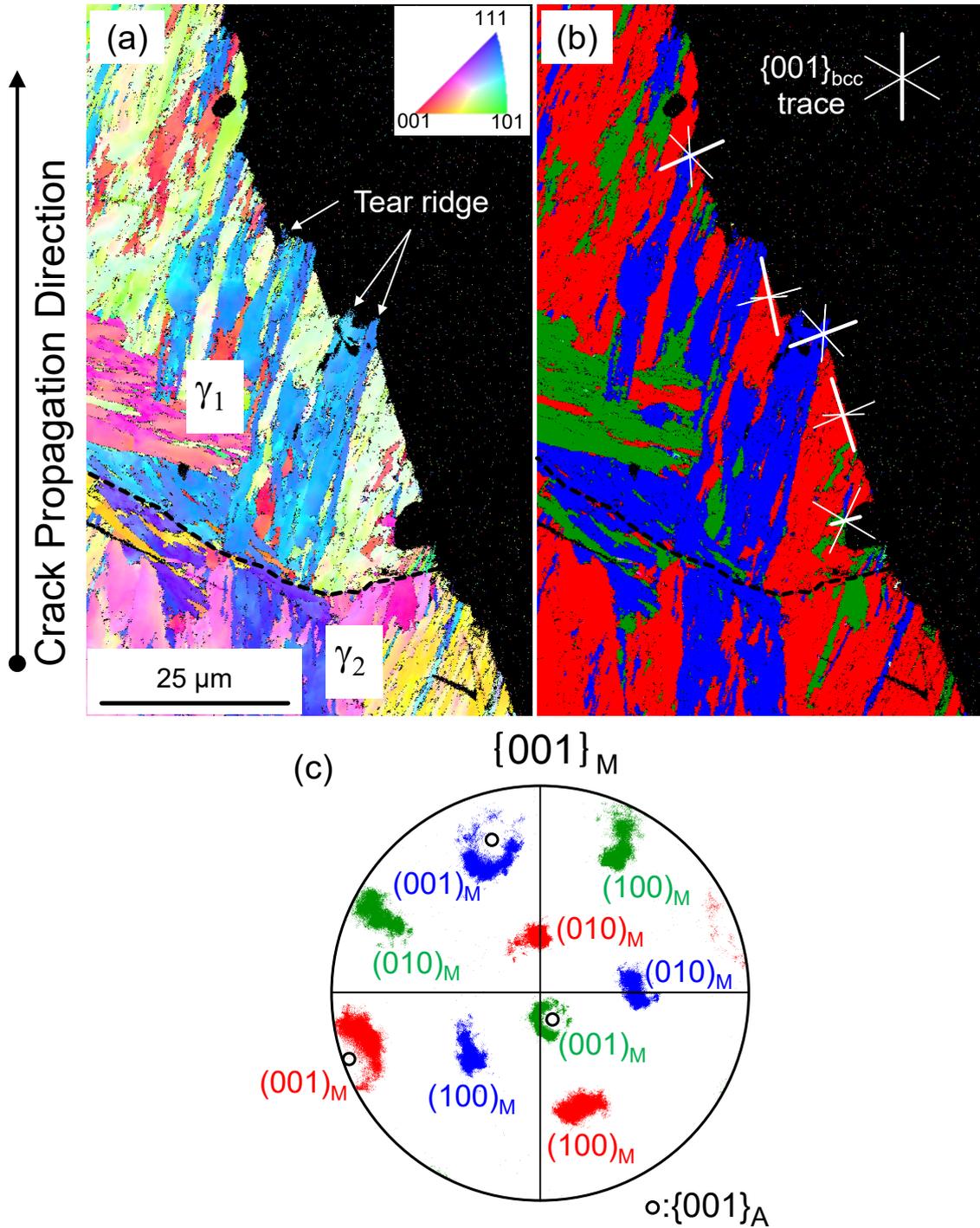


Fig. 3-8. Crystal orientation analysis results for the area surrounded by white dotted line in Fig. 3-7. (a) Inverse pole figure map, (b) Bain map, and (c) $(001)_{\text{M}}$ pole figure of martensite within the prior austenite grain γ_1 . The white lines in the Bain map (b) indicate the trace of $\{001\}_{\text{M}}$ planes.

Table 3-3. Fraction of $\{001\}_M$ cleavage fracture planes of martensite within the prior austenite grain γ_1 . The resolved normal stress for $\{001\}_M$ was calculated by its normal direction in sample coordinate system for Charpy impact test.

		Number of measurement point, N	Fraction of cleavage fracture within each Bain group, F	Resolved normal stress, σ_{res} / MPa
Bain-1	(100)-1 _M	57	0.13	1
	(100)-2 _M	80	0.19	101
	(001) _M	296	0.68	1099
	Total	433	1.00	–
Bain-2	(100)-1 _M	32	0.43	927
	(100)-2 _M	18	0.24	269
	(001) _M	25	0.33	1
	Total	75	1.00	–
Bain-3	(100)-1 _M	54	0.25	335
	(100)-2 _M	81	0.38	698
	(001) _M	78	0.37	191
	Total	213	1.00	–
Others	–	101	–	–

3.4 考察

[Fig. 3-9](#)で模式的に示すようにシャルピー衝撃試験では、ハンマーの接触によって試験片に荷重 P が働くとき、ノッチ底部に巨視的な曲げ垂直応力 σ_{app} が作用することで、き裂が進展する。このとき、 σ_{app} は F に加えて、試験片の厚さ B 、幅 W ならびにノッチ深さ a と支点間の距離 S を用いて、次式で得られる。

$$\sigma_{app} = \frac{3PS}{2B(W-a)^2} \quad (3-4)$$

ここで、 $S = 40.07$ mm、 $B = 4.96$ mm、 $W = 4.99$ mm、 $a = 2.00$ mm とし、シャルピー衝撃試験による最大荷重 $P = 881.3$ N([Fig. 3-5](#) 参照)を式(3-4)に代入すると、 σ_{app} は 1195 MPa と見積もることができる。この算出されたへき開破壊応力は、材料中のマイクロ組織によって異なるが、C-Mn 鋼のノッチ付き 4 点曲げ試験片で測定されたへき開破壊応力(1189-1208 MPa [41])とほぼ同じであった。この σ_{app} によって、モード I の $\{001\}_M$ へき開破壊が生じたと仮定すると、その $\{001\}_M$ へき開面の法線方向に生じる分解垂直応力 σ_{res} によって破壊挙動を議論する必要がある。そこで、巨視的な曲げ垂直応力 σ_{app} がノッチ先端の結晶粒内で均一に分布していると仮定し、EBSD で解析した結晶方位を用いて各 $\{001\}_M$ に作用する分解垂直応力 σ_{res} を幾何学的に計算し、その計算結果を [Table 3-3](#) にまとめた。[Fig. 3-10](#) は、各 Bain グループ毎の $\{001\}_M$ 破壊頻度 F と分解垂直応力 σ_{res} との関係を示している。 F は、 σ_{res} の増加とともに直線的に増加し、モード I 条件でのへき開破壊を示唆している。ただし、 F と σ_{res} の直線関係は、赤と青の 2 本の直線で示すように、 $(001)_M$ と $(100)_M$ で独立した。その結果、同一の σ_{res} で比較したとき、 $(100)_M$ に比べて、 $(001)_M$ は 20%ほど高い F を示す。これは、 $(001)_M$ が $(100)_M$ よりもへき開破壊しやすいことを示しており、ラスマルテンサイトのへき開破壊に明瞭な異方性が存在することが明らかとなった。さらに、焼入れままの IF-9Mn(0C)鋼と 0.25C-1.2Mn(0.25C)鋼を用いて、へき開破壊の異方性に及ぼす C 含有量の影響を検討するため、焼入れままの 0C 鋼と 0.25C 鋼における分解垂直応力 σ_{res} と F の変化を [Fig. 3-11](#) に示す。なお、応力は、両者の σ_{app} の差を取り除くため、規格化された応力 $\sigma_{NR} = \sigma_{res}/\sigma_{app}$ として表示している。 $\sigma_{NR}-F$

の関係は、両鋼種ともに 0.1C–5.0Mn 鋼と同様の異方性を持った $\{001\}_M$ へき開破壊を示した。また、各鋼において 4 つの異なる旧オーステナイト粒を対象に同様の解析を行ったところ、全てのデータで同じ傾向が見られた。両鋼とも FIB-DIC による変態内部応力の測定は行なっていないが、へき開破壊の異方性は C 含有量に関係なくマルテンサイト鋼に共通する特徴であると考えられる。

ラスマルテンサイトのへき開破壊の異方性にマルテンサイト変態に伴う微視的内部応力が寄与しているとすれば、モード I 破壊に至る応力は、内部応力を含む有効分解垂直応力 σ_{res}^* として、次のように考えることができる。

$$\sigma_{res}^* = \sigma_{res} + \sigma_{int} \quad (3-5)$$

ここで、 σ_{int} は $\{001\}_M$ の法線方向に作用する変態内部応力である。式(3-1)の $\sigma_{11} = -320\text{MPa}$ と $\sigma_{33} = 74\text{MPa}$ をそれぞれ $(100)_M$ と $(001)_M$ の σ_{int} として式(3-5)に代入すると、0.1C–5Mn 鋼の F と σ_{res}^* の関係(Fig. 3-10)は、[Fig. 3-12](#) として再整理することができる。すなわち、 $(001)_M$ と $(100)_M$ の F は σ_{res} を用いて異なる直線で整理されたが(Fig. 3-10)、 σ_{res}^* を用いることで同一の直線にまとめることができた(Fig. 3-12)。 $\{001\}_M$ の分解垂直応力および内部応力の計算は、いくつかの仮定を置いているため半定量的であるかもしれないが、これらの結果から、Bain 格子対応に起因する変態内部応力がラスマルテンサイトの $\{001\}$ へき開破壊に大きな影響を与えており、外部応力によって作用する巨視的な応力と材料中の微視的な内部応力の重ね合わせが可能であると結論づけられる。

以上の結果をもとに、マルテンサイト鋼における変態内部応力を考慮した低温へき開破壊におけるき裂の伝播挙動を [Fig. 3-13](#) に模式的に示す。外部からの荷重負荷によってき裂の前方に曲げ垂直応力が働く。このとき、各 Bain グループにおける 3 つの $\{001\}_M$ には分解垂直応力がそれぞれ作用し、この分解垂直応力が破壊の臨界値に達した $\{001\}_M$ においてモード I でのへき開破壊が発生する。このとき、ラスマルテンサイトには Bain ひずみに起因する異方的な変態内部応力が既に存在するため、これが分解垂直応力に付加されている。その結果、 $(100)_M$ に比べて高い引張応力が作用する $(001)_M$ においてへき

開破壊が優先的に発生し、ティアリッジを伴って巨視的なき裂として伝播する。この際、巨視的なき裂は、破面の面積を最小にするために、できるだけ直線的に進行すると考えられるため、すべての微小へき開面が連続して繋がるわけではなく、一部はサブクラックとして破面近傍に残ると考えられる。さらに、主き裂を進展させるために補完的な微小へき開面が活性化する可能性もある。これは、Fig. 3-12 に示すように、 $\sigma_{res} = 0$ MPa における F がゼロにならない実験結果と対応する。したがって、破壊挙動をより深く理解するためには、破壊靱性試験による静的破壊靱性値の評価と、伝播するき裂前方の局所応力状態を FEM などの数値解析により正確に解析する必要がある。

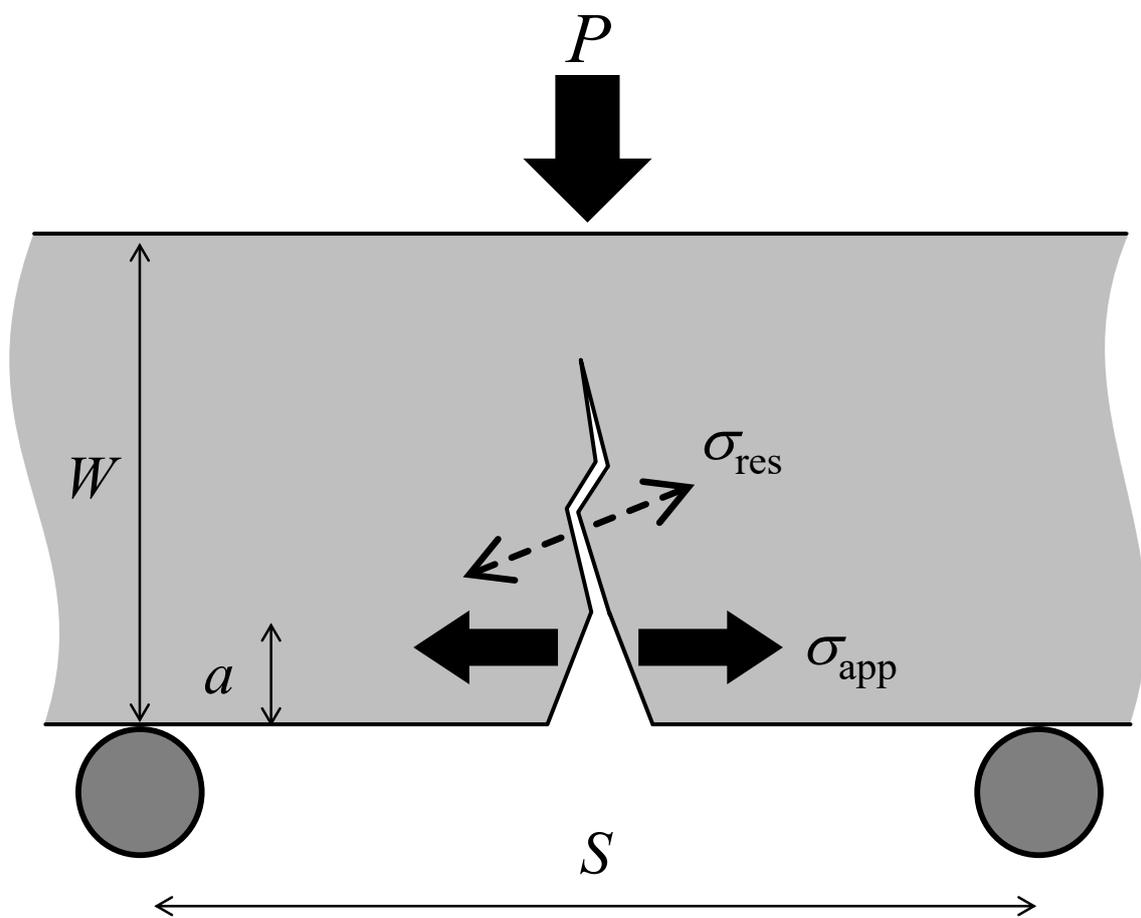


Fig. 3-9. Schematic illustration of resolved normal stress σ_{res} generated in a normal direction of $\{001\}_M$ in Charpy impact testing.

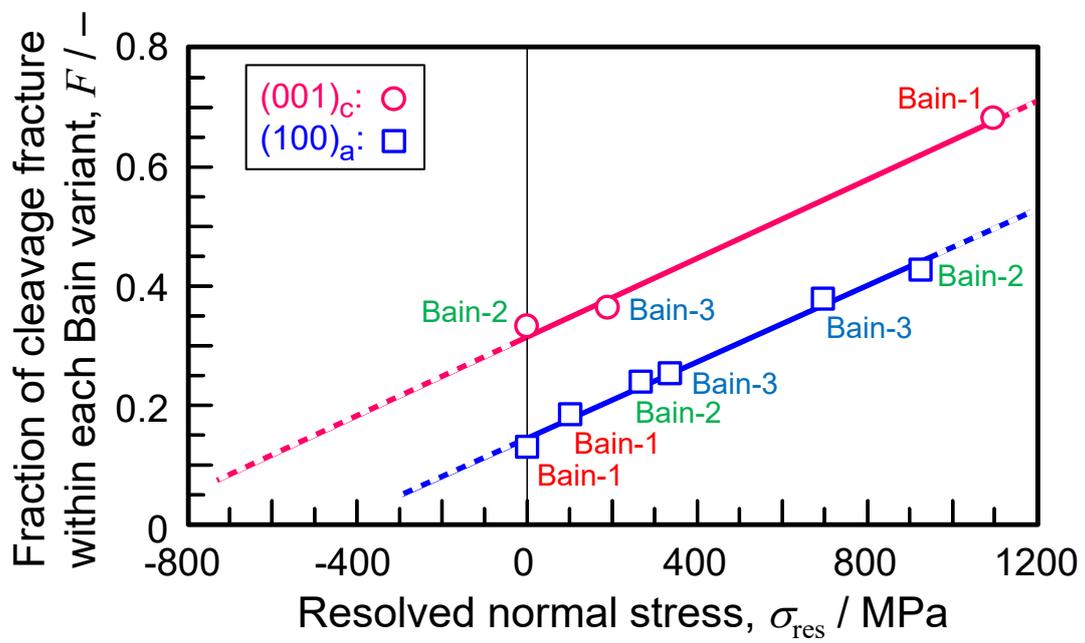


Fig. 3-10. Relation between the fraction of cleavage fracture within each Bain group F and the resolved normal stress σ_{res} .

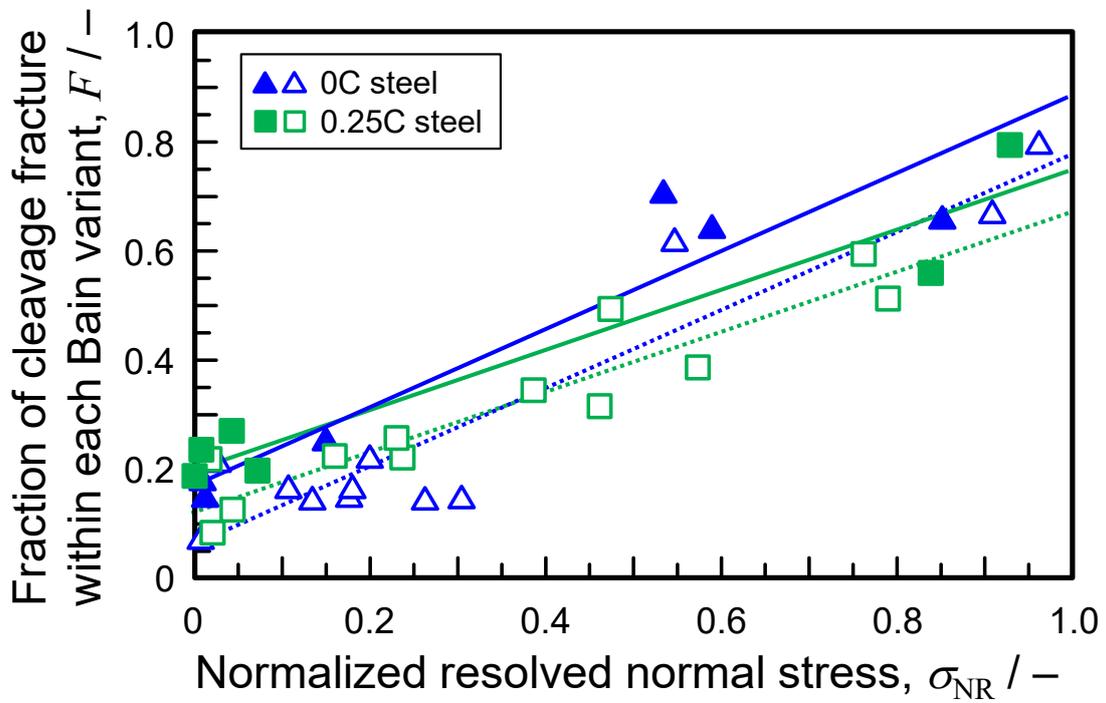


Fig. 3-11. Relation between the fraction of cleavage fracture within each Bain group F and the normalized resolved normal stress σ_{NR} for interstitial-free 9Mn and 0.25C–1.2Mn martensitic steels. The open and closed symbols correspond to $(100)_M$ and $(001)_M$, respectively.

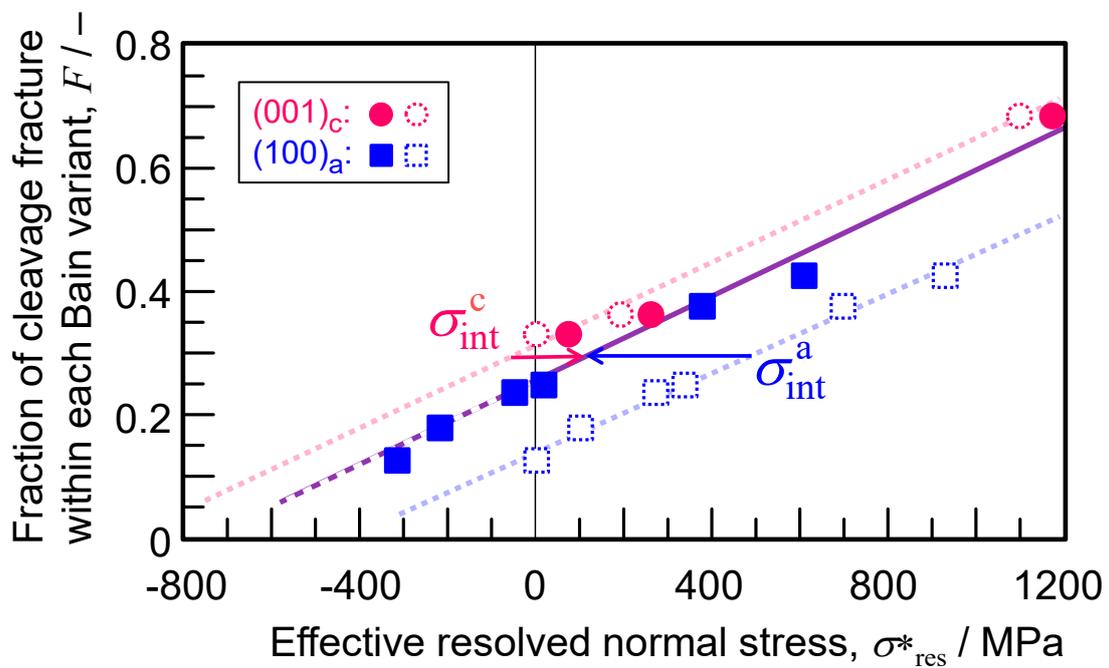


Fig. 3-12. Relation between the fraction of cleavage fracture within each Bain group F and the effective resolved normal stress σ_{res}^* . The open and closed symbols are before and after the consideration of internal stress, respectively.

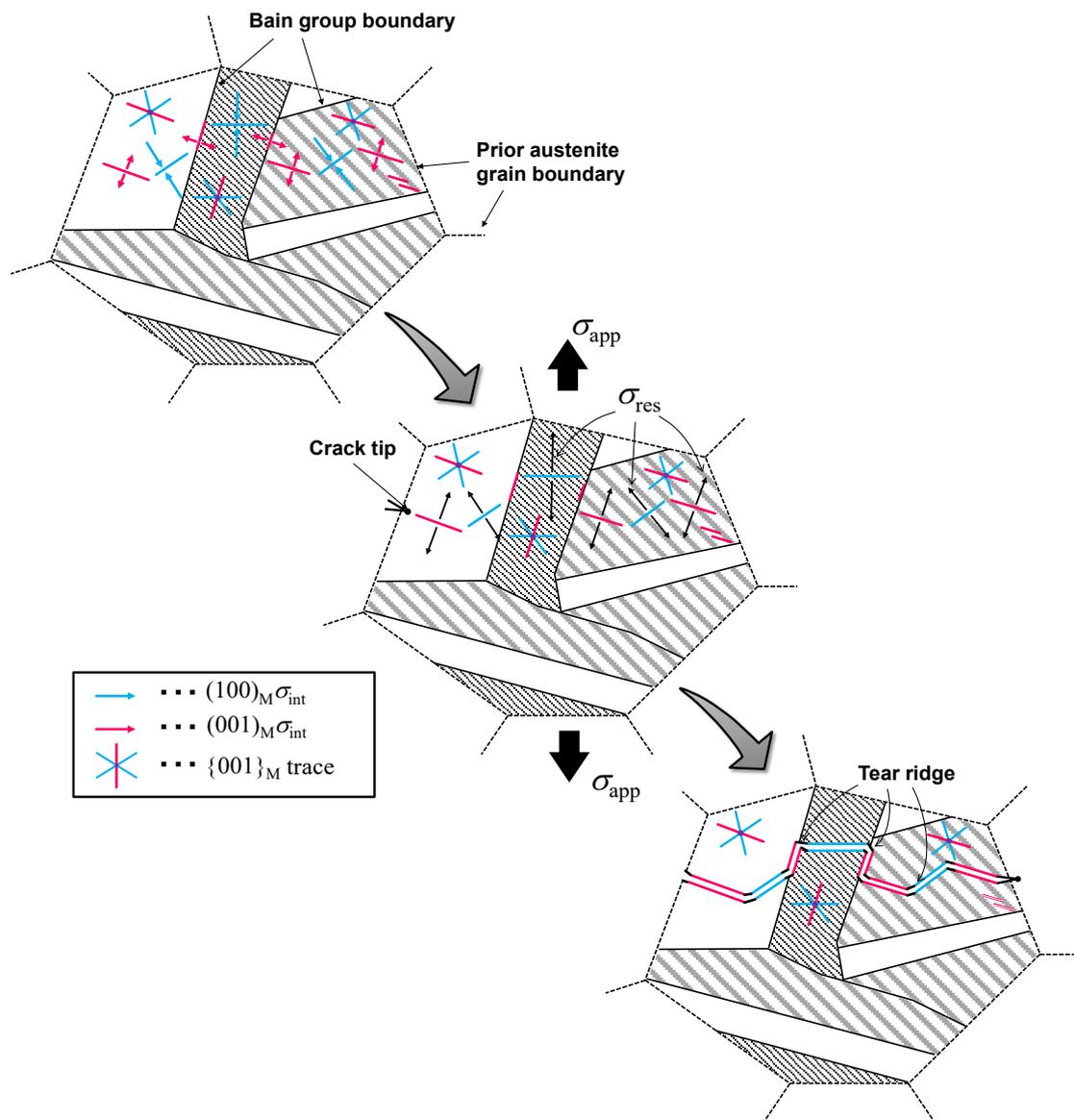


Fig. 3-13. The mechanism of $\{001\}_M$ cleavage fracture of lath martensite considering the anisotropic internal stress generated via martensitic transformation.

3.5 まとめ

焼入れままの 0.1%C-5%Mn 鋼を用いて、ラスマルテンサイトのへき開破壊に及ぼす変態内部応力の影響を調査した。得られた結果は以下の通りである。

1. ラスマルテンサイトでは $\{001\}_M$ へき開による低温脆性破壊が生じ、Bain グループが有効結晶粒として作用する。そして、ひとつの Bain グループにおける $\{001\}_M$ へき開破壊頻度は各 $\{001\}_M$ に対する分解垂直応力の上昇とともに単調増加することから、 $\{001\}_M$ へき開破壊は主としてモードI破壊で起こることが示された。
2. Bain 格子対応に基づく結晶方位解析によって、各 Bain グループにおけるへき開破壊は、 $(100)_M$ に比べて $(001)_M$ でより破壊が生じ易いことが明らかとなった。この異方性を持った $\{001\}_M$ へき開破壊は、C含有量の異なるマルテンサイト鋼でも生じる。
3. 集束イオンビームと高精度デジタル画像関連技術の組み合わせにより、各 Bain グループにおいて $\langle 001 \rangle_M$ を主軸として、内部応力が異方的に発達することが確認された。そして、 $[001]_M$ に平行な主応力は、他の2つの主応力より大きい。
4. Bain グループ中の内部応力の異方性を考慮することで、 $(001)_M$ と $(100)_M$ のへき開破壊頻度の異方性が説明できる。これは、Bain ひずみに起因する微視的な変態内部応力と外部負荷による巨視的な応力が重ね合わせ可能であることを示している。

3.6 参考文献

- [1] G.V. Kurdjumov, G. Sachs, Über den Mechanismus der Stahlhärtung, *Z. Phys.* 64 (1930) 325–343.
- [2] S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi, T. Maki, The morphology and crystallography of lath martensite in Fe–C alloys, *Acta Mater.* 51 (2003) 1789–1799.
- [3] H. Kitahara, R. Ueji, N. Tsuji, Y. Minamino, Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel, *Acta Mater.* 54 (2006) 1279–1288.
- [4] N. Takayama, G. Miyamoto, T. Furuhashi, Effects of transformation temperature on variant pairing of bainitic ferrite in low carbon steel, *Acta Mater.* 60 (2012) 2387–2396.
- [5] T. Furuhashi, S. Abe, G. Miyamoto, Anisotropic Ferrite Growth and Substructure Formation during Bainite Transformation in Fe-9Ni-C Alloys: In-Situ Measurement, *Mater. Trans.* 59 (2018) 214–223.
- [6] M. Michiuchi, S. Nambu, Y. Ishimoto, J. Inoue, T. Koseki, Relationship between local deformation behavior and crystallographic features of as-quenched lath martensite during uniaxial tensile deformation, *Acta Mater.* 57 (2009) 5283–5291.
- [7] Y. Mine, K. Hirashita, H. Takashima, M. Matsuda, K. Takashima, Micro-tension behaviour of lath martensite structures of carbon steel, *Mater. Sci. Eng. A* 560 (2013) 535–544.
- [8] K. Kwak, T. Mayama, Y. Mine, K. Takashima, Anisotropy of strength and plasticity in lath martensite steel, *Mater. Sci. Eng. A* 674 (2016) 104–116.
- [9] K. H. Ryou, S. Nambu, T. Koseki, Effect of carbon content on selection of slip system during uniaxial tensile deformation of lath martensite, *Mater. Sci. Eng. A* 777 (2020) 139090.
- [10] E. Bouyne, H.M. Flower, T.C. Lindley, A. Pineau, Use of EBSD technique to examine microstructure and cracking in a bainitic steel, *Scr. Mater.*, 39 (1998), 295–300.
- [11] J.W. Morris Jr., Z. Guo, C.R. Krenn, Y.-H. Kim, The Limits of Strength and Toughness in Steel, *ISIJ Int.* 41 (2001) 599–611.
- [12] P.A. Davies, V. Randle, Combined application of electron backscatter diffraction and stereophotogrammetry in fractography studies, *J. Microsc.* 204 (2001) 29–38.
- [13] P.A. Davies, M. Novovic, V. Randle, P. Bowen, Application of electron backscatter diffraction (EBSD) to fracture studies of ferritic steels, *J. Microsc.* 205 (2002) 278–284.
- [14] T. Inoue, S. Matsuda, Y. Okamura, K. Aoki, The Fracture of a Low Carbon Tempered Martensite, *Trans. JIM* 11 (1970) 36–43.
- [15] S. Matsuda, T. Inoue, H. Mimura, Y. Okamura, Toughness and Effective Grain Size in Heat-Treated Low-Alloy High Strength Steels, *Trans. ISIJ* 12 (1972) 325–333.
- [16] J. W. Morris, On the Ductile-Brittle Transition in Lath Martensitic Steel, *ISIJ Int.* 51 (2011) 1569–1575.
- [17] J. W. Morris, C. Kinney, K. Pytlewski, Y. Adachi, *Sci. Technol. Adv. Mater.*, 14 (2013) 1–9.

- [18] S. Morito, T. Hayashi, A. H. Pham, T. Kawabata, Relationship between the Effective Grain Size of Brittle Crack Propagation and Microstructural Size in Low-carbon Low-alloy Bainitic Steels, *Tetsu-to-Hagané*, 102 (2016) 286–294.
- [19] T. Tagawa, N. Takayama, S. Imamura and S. Igi, Crystallographic Microstructure Analyses below Cleavage Triggers in Bainitic Low Carbon Steels, *Tetsu-to-Hagané* 102 (2016) 295–303.
- [20] M. Tsuboi, A. Shibata, D. Terada, N. Tsuji, Role of different kinds of boundaries against cleavage crack propagation in low temperature embrittlement of low-carbon martensitic steel, *Metall. Mater. Trans. A*, 48(2017) 3261–3268.
- [21] B. Hutchinson, D. Lindell, M. Barnett, Yielding Behaviour of Martensite in Steel, *ISIJ Int.* 55 (2015) 1114–1122.
- [22] B. Hutchinson, P. Bate, D. Lindell, A. Malik, M. Barnett, P. Lynch, Plastic yielding in lath martensites—An alternative viewpoint, *Acta Mater.* 152 (2018) 239–247.
- [23] F. Archie, M.Z. Mughal, M. Sebastiani, E. Bemporad, S. Zaeferrer, Anisotropic distribution of the micro residual stresses in lath martensite revealed by FIB ring-core milling technique, *Acta Mater.* 150 (2018) 327–338.
- [24] Y. Wada, N. Nakada, S. Onaka, Internal stress of plate martensite depending on aspect ratio via fcc-hcp martensitic transformation in metastable austenitic stainless steels, *Mater. Trans.* 61 (2020) 61–67.
- [25] D. Fukui, N. Nakada, S. Onaka, Internal residual stress originated from Bain strain and its effect on hardness in Fe–Ni martensite, *Acta Mater.* 196 (2020) 660–668.
- [26] A. Pineau, Local approach of brittle fracture in metallic welded structures, *Yosetsu Gakkai Shi/Journal of Japan Weld Soc.*, 80 (2011) 70–83.
- [27] S. Raoul, B. Marini, A. Pineau, Effect of microstructure on the susceptibility of a 533 steel to temper embrittlement, *J. Nucl. Mater.* 257 (1998) 199–205.
- [28] Y.C. Lin, S.C. Chen, Effect of residual stress on thermal fatigue in a type 420 martensitic stainless steel weldment, *J Mater Process Technol* 138 (2003) 22–27.
- [29] C.G. Matos, R.H. Dodds, Modeling the effects of residual stresses on defects in welds of steel frame connections, *Eng. Struct.* 22 (2000) 1103–1120.
- [30] D. Deng, FEM Prediction of welding residual stress and distortion in carbon steel considering phase transformation effects, *Mater. Des.* 30 (2009) 359–366.
- [31] M. Rieth, B. Dafferner, H.D. Rahrig, C. Wassilew, Charpy impact properties of martensitic 10.6% Cr steel (MANET-I) before and after neutron exposure, *Fusion Eng. Des.*, 29 (1995) 365–370.
- [32] J. Lord, D. Cox, A. Ratzke, M. Sebastiani, A. Korsunsky, E. Salvati, M.Z. Mughal, E. Bemporad, A good practice guide for measuring residual stresses using FIB-DIC, *Measurement Good Practice Guide* 143 (2018) 1–182.

- [33] E. Salvati, T. Sui, A.J.G. Lunt, A.M. Korsunsky, The effect of eigenstrain induced by ion beam damage on the apparent strain relief in FIB-DIC residual stress evaluation, *Mater. Des.* 92 (2016) 649–658.
- [34] A.M. Korsunsky, J. Guenole, E. Salvati, T. Sui, M. Mousavi, A. Prakash, E. Bitzek, Quantifying eigenstrain distributions induced by focused ion beam, quantifying eigenstrain distributions induced by focused ion beam damage in silicon, *Mater. Lett.* 185 (2016) 47–49.
- [35] T. Maki, K. Tsuzaki, I. Tamura, The morphology of microstructure composed of lath martensites in steels, *Trans. Iron and Steel Inst. Jpn.* 20 (1980) 207–214.
- [36] T. Ohmura, K. Tsuzaki, S. Matsuoka, Nanohardness measurement of high-purity Fe–C martensite, *Scripta Mater.* 45 (2001) 889–894.
- [37] A. Stormvinter, G. Miyamoto, T. Furuhashi, P. Hedström, A. Borgenstam, Effect of carbon content on variant pairing of martensite in Fe–C alloys, *Acta Mater.* 60 (2012) 7265–7274.
- [38] K. Honda, Z. Nishiyama, On the nature of the tetragonal and cubic martensites, *Sci. Rep. Tohoku Imp. Univ.* 21 (1932) 299–331.
- [39] N. Maruyama, S. Tabata, H. Kawata, Excess solute carbon and tetragonality in as-quenched Fe–1Mn–C (C:0.07 to 0.8 mass pct) martensite, *Metall. Mater. Trans. A* 51 (2020) 1085–1097.
- [40] W. L. Server, General yielding of Charpy V-Notch and precracked Charpy specimens, *J. Eng. Mater. Technol.* 100 (1978) 183–188.
- [41] J.H. Chen, G.Z. Wang, S.H. Hu, Mechanism of detrimental effects of carbon content on cleavage fracture toughness of low-alloy steel, *Metall. Mater. Trans. A* 32 (2001) 1081–1091.

第 4 章

マルテンサイト鋼の変態内部応力に起因した 異方的へき開破壊の力学解析

第4章 マルテンサイト鋼の変態内部応力に起因した異方的へき開破壊の力学解析

4.1 緒言

シャルピー衝撃試験は、構造用鋼の靱性特性を簡便且つ低コストで評価できることから、工業的に広く普及している[[1], [2], [3], [4], [5], [6]]。そこで、第3章では、計装化シャルピー衝撃試験を用いてマルテンサイト鋼の脆性破壊挙動に及ぼす変態内部応力の影響を調査した。その結果、Bain グループを単位として存在するマルテンサイトの $\langle 001 \rangle_M$ を主軸とした異方的な変態内部応力が、各 Bain グループの $\{001\}_M$ へき開破壊の破壊頻度に異方性をもたらすことを明らかにし、微視的な変態内部応力が Mode-I条件での $\{001\}$ へき開破壊を助長することを示した。しかしながら、マルテンサイト鋼を含む bcc 金属の降伏強度が大きなひずみ速度依存性を示し、破壊靱性値にも本質的なひずみ速度依存性[[7], [8], [9]]が存在することを考慮すると、荷重速度が数 m/s[10]に達するシャルピー衝撃試験によって得られた実験結果は動的破壊に特有なものである可能性が懸念される。そのため、静的な条件でマルテンサイト鋼の破壊挙動を評価し、破壊力学に基づいた解析と比較することが望ましい。そこで、本研究では、前章と同様に 0.1mass%C–5mass%Mn 鋼を用いて、静的負荷条件下における三点曲げ試験から破壊靱性値を評価した。同時に、拡張有限要素法[[11], [12]]による数値解析シミュレーションモデルを実施することで、切欠き先端の応力状態を再現し、き裂の発生・進展に及ぼす微視的な変態内部応力の影響を調査した。

4.2 実験方法

4.2.1 試料作製

本章では、第3章と同じ0.1C–5Mn(mass%)鋼を供試材として用いた(Table 3-1)。供試材は、均質化処理が施された約10 mm厚の冷延鋼から10 × 5 × 50 mm³(幅×厚さ×長さ、mm)の三点曲げ試験片を切り出した。詳細な試験片サイズを [Fig. 4-1](#) に示す。なお、試験片には、 $a = 5$ mm 機械切欠きをあらかじめ入れてあり、試料片の長手方向が圧延方向、機械切欠きが板厚方向と平行になるようにした。この試験片を、1373 Kで1.8 ksの溶体化処理を施した後、水冷して焼入れままのラスマルテンサイト単一組織を得た。

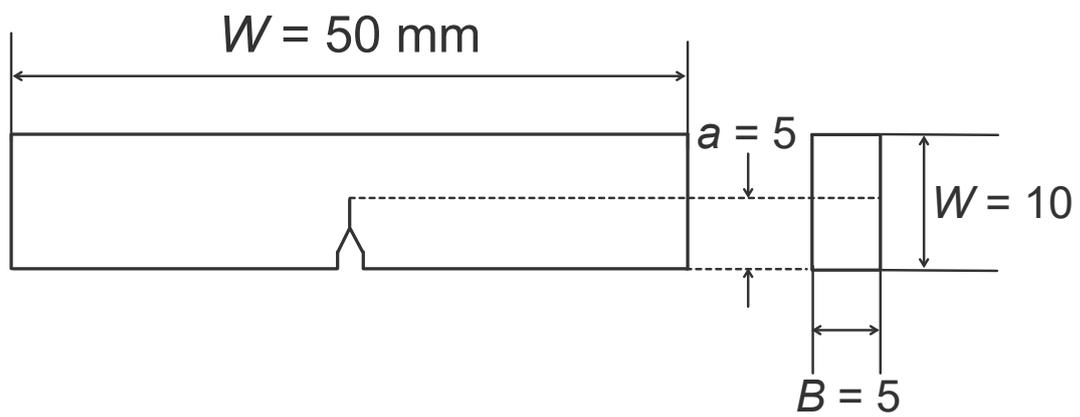


Fig. 4-1. Dimension of a test piece for 3-point bending test.

4.2.2 三点曲げ試験

破壊靱性値を評価するため、オートグラフ精密万能試験機(株式会社島津製作所製、AG-X)を用いて、三点曲げ試験を実施した。三点曲げ試験は、試験片を液体窒素中に十分に浸漬しながら試験を行い、変位速度 1 mm/min (約 0.017mm/s)として実施した。この際、低温での脆性破壊が起きていることを確認するため、ノッチ付近に熱電対を装着し、試験中の温度変化を連続的に測定しながら実施した。三点曲げ試験後の試料は、電気Niめっきを行うことで破面を保護し、後述する破面縦断面の組織観察および結晶方位解析に使用した。電解Niめっきには $150 \text{ gL}^{-1} \text{ NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 15 \text{ gL}^{-1} \text{ H}_3\text{BO}_4$ 溶液と純Ni板を用い、電流密度 10 Am^{-2} で 21.6 ks のめっき処理を実施した。

4.2.3 組織観察

各試料の組織観察は、光学顕微鏡(株式会社ニコン社製、エクリプス LV150)および電界放出型走査電子顕微鏡 (FE-SEM、JSM-7001F、日本電子株式会社) を用いて観察した。光顕観察用試料は、ファインカッターを用いて各試料を切断し、切断面が観察面となるように樹脂に埋め込んだ。この試料を#220~4000のエメリー紙で順次、湿式研磨した後、粒子径 12 nm のコロイダルシリカを研磨液として、自動研磨機による 1.8 ks の仕上げ研磨を行い、研磨面 5%ナイトール溶液(硝酸 : エタノール = 5 : 95)で腐食した後、観察した。SEM 観察用試料は、光顕用試料の作製手順と同様に機械切断と湿式研磨、自動研磨による 3.6 ks の仕上げ研磨を行った後、デシケーターに入れ真空引きによる脱ガス処理を行った。この際、Niめっきが施された試料については導電性の樹脂(クルツァージャパン株式会社、Technovit5000)を用いた。これらの試料を加速電圧 15 kV、測定時の作動距離 15.0 mm の条件で観察し、測定領域に合わせて適宜倍率を変化させ、破面および破面縦断面の二次電子像を得た。

4.2.4 結晶方位測定

各試料の結晶方位解析は、電子線後方散乱回折(Electron Back Scattering Diffraction: EBSD)法により実施した。FE-SEM(日本電子株式会社製、JSM-7001F)を用いて、加速電圧 15 kV、作動距離 15.0 mm の条件で、観察倍率に応じてステップサイズを 0.1~0.4 μm に変化させて観察した。FE-SEM に搭載された専用検出器によって EBSD パターンを検出し、これを OIM Data Collection ver. 7.1.0. (株式会社 TSL ソリューションズ製)により解析することで結晶方位を測定した。その後、得られたデータを OIM Analysis ver. 7.3.0 (株式会社 TSL ソリューションズ製)を用いて、逆極点図に準じた結晶方位マップ(inverse pole figure: IPF map)および極点図として出力した。なお、EBSD 測定用試料は、4.2.3 項で示した試料と同じである。

4.2.5 拡張有限要素法解析(eXtended Finite Element Method: XFEM)

破壊靱性試験におけるき裂発生・進展挙動の数値解析として、拡張有限要素法(XFEM)[[11], [12]]を使用した。XFEM は、FEM の枠組みを用いた数値解析手法で、通常の FEM で用いられる内挿関数にヘビサイド関数などを拡充させることにより、任意の局所的な領域内において、要素内部に不連続性や特異性を含む高度な近似(エンリッチメント)を組み込むことができる。そのため、通常の FEM 解析とは異なり、有限要素メッシュと独立してき裂の不連続面をモデル化できる解析手法であるため、き裂解析において要素と独立にき裂のモデル化が可能となる。したがって、従来の FEM を用いたき裂進展解析におけるメッシュ分割に関する課題を多くの部分で解決あるいは改善することが可能であり、容易にき裂進展挙動の評価が可能となる。本研究では、代表的な汎用の FEM 解析ソフトウェアの一つである ABAQUS (ver. 2021)を用い、き裂進展挙動を解析した。なお、FEM 解析の計算は、東京工業大学の大規模クラスター型スーパーコンピュータ TSUBAME 3.0(Tokyo-tech Supercomputer and UBiquitously Accessible Mass-storage Environment)を使用した。

4.3 実験結果および考察

4.3.1 静的破壊試験における力学特性挙動と脆性破面の結晶学的解析

[Fig. 4-2](#)は、焼入れままの0.1C-5Mn鋼を用いて、77 Kで600 s保持した後に、三点曲げ試験で得られた荷重-変位曲線を示す。変位の増加に伴って荷重が直線的に増加し、約3000Nに到達後、荷重が急激に低下したことから、試料が弾性域内で破壊したことが分かる。ここで、靱性の高さを示す指標の一つである応力拡大係数 K_Q MPa√mは、以下の式で求めることができる[13]。

$$K_Q = \frac{P_Q S}{\sqrt{B B_N} W^{3/2}} F\left(\frac{a}{W}\right) \quad (4-1)$$
$$F\left(\frac{a}{W}\right) = 3\sqrt{\frac{a}{W}} \cdot \frac{1.99 - \left(\frac{a}{W}\right)\left(1 - \frac{a}{W}\right)\left[2.15 - 3.93\frac{a}{W} + 2.7\left(\frac{a}{W}\right)^2\right]}{2\left(1 + 2\frac{a}{W}\right)\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{3/2}} \quad (4-2)$$

破壊時の最大荷重 $P_Q = 2913$ N、支点間距離 $S = 40.00$ mm、試験片厚さ $B = 5.00$ mm、正味の厚さ $B_N = B = 5.00$ mm、試験片幅 $W = 10.00$ mm、初期き裂長さ $a = 5.00$ mmとして式(4.1)および(4.2)に代入したところ、 $K_Q = 62.05$ MPa√mと見積もられた。この算出された破壊靱性値は、材料中のマイクロ組織、合金成分および試験片サイズによって異なるが、同様のラスマルテンサイト組織で得られた低温環境下における3点曲げ試験の破壊靱性値(89.7-92.0 MPa√m[14])より低い値を示した。[Fig. 4-3](#)に三点曲げ試験後の破面のSEM像を示す。試験片は塑性変形をほとんど伴わずに破壊しており、その破面は平滑でリバーパターンを有する脆性破面であることが確認できる。そこで、第3章と同様に、破面縦断面に切断した試料を用い、脆性破面の結晶学的特徴を解析して得られた結果を[Fig. 4-4](#)に示す。Fig.4-4(a)はノッチ近傍におけるIPFマップを示しており、(b)は(a)の白線領域で囲った単一旧オーステナイト粒を抽出したBainグループマップを示しており、(c)は旧オーステナイト粒内の $\{001\}_M$ 極点図を示している。なお、Fig.4-4(b)では、各Bainグループにおける観察面上の3つの $\{001\}_M$ トレースを白線で示しており、Bain格子対応に

おける $\{001\}_M$ は太線で強調している。シャルピー衝撃試験とは異なり、サブクラックはほとんど観察されないものの、主き裂の破面ファセットは $\{001\}_M$ トレースと一致しており、静的な破壊試験においても Bain グループ境界が破壊の抵抗となることがわかる。そこで、第3章で解析したように $\{001\}_M$ へき開破壊の異方性を調べるために、対象とする旧オーステナイト粒において、得られた Bain グループマップと $\{001\}_M$ 極点図を基に、へき開破面に沿った840点の測定点を抽出し、その結果を [Table 4-1](#) にまとめる。なお、[Table 4-1](#) には、EBSD 法で解析した結晶方位を用いて、各 $\{001\}_M$ に作用する分解垂直応力 σ_{res} を式(3-4)の巨視的な曲げ垂直応力から幾何学的に算出して得られた値も併記してある。破面における $\{001\}_M$ へき開面の比率は80%程度であり、焼入れままのラスマルテンサイトでは $\{001\}_M$ へき開破壊が支配的であることが再確認できる。ここで、各 Bain グループ毎の $\{001\}_M$ 破壊頻度 F と分解垂直応力 σ_{res} との関係を [Fig. 4-5](#) に示す。破壊頻度 F は、 σ_{res} の増加とともに直線的に増加しており、静的破壊試験においてもモードI条件でのへき開破壊が支配的であることを示唆している。さらに、 F と σ_{res} の直線関係は、赤と青の2本の直線で示すように $(001)_M$ と $(100)_M$ で独立した。さらに両直線の傾きは、前掲 [Fig. 3-10](#) に示したシャルピー試験の結果とほぼ同じであり、 $(001)_M$ ならびに $(100)_M$ の破壊頻度は、変位速度に依らず巨視的な分解垂直応力によって決定されることが示唆される。以上の結果から、動的破壊試験のみならず静的破壊試験においても、マルテンサイト鋼のへき開破壊に明瞭な異方性が現われることが明らかとなった。そこで、次項では、へき開き裂進展モデルを再現可能なXFEMを用いて、変態内部応力がへき開破壊に及ぼす影響を検証する。

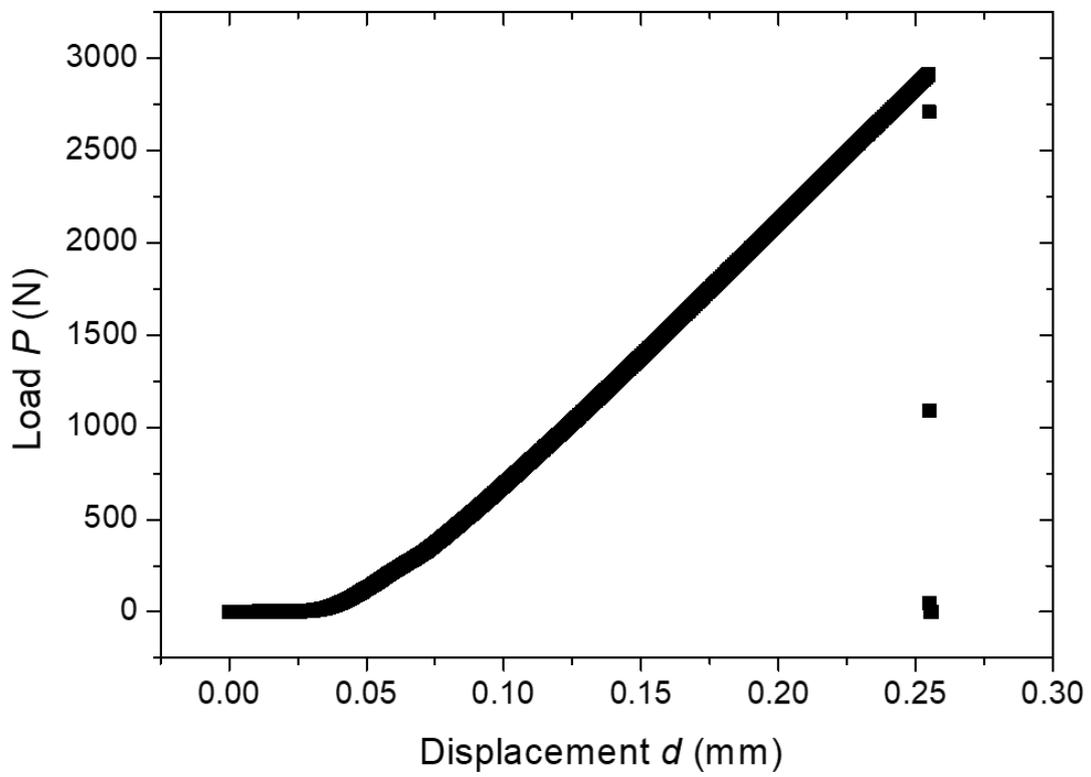


Fig. 4-2. Load-displacement curve for 3-point bending test.

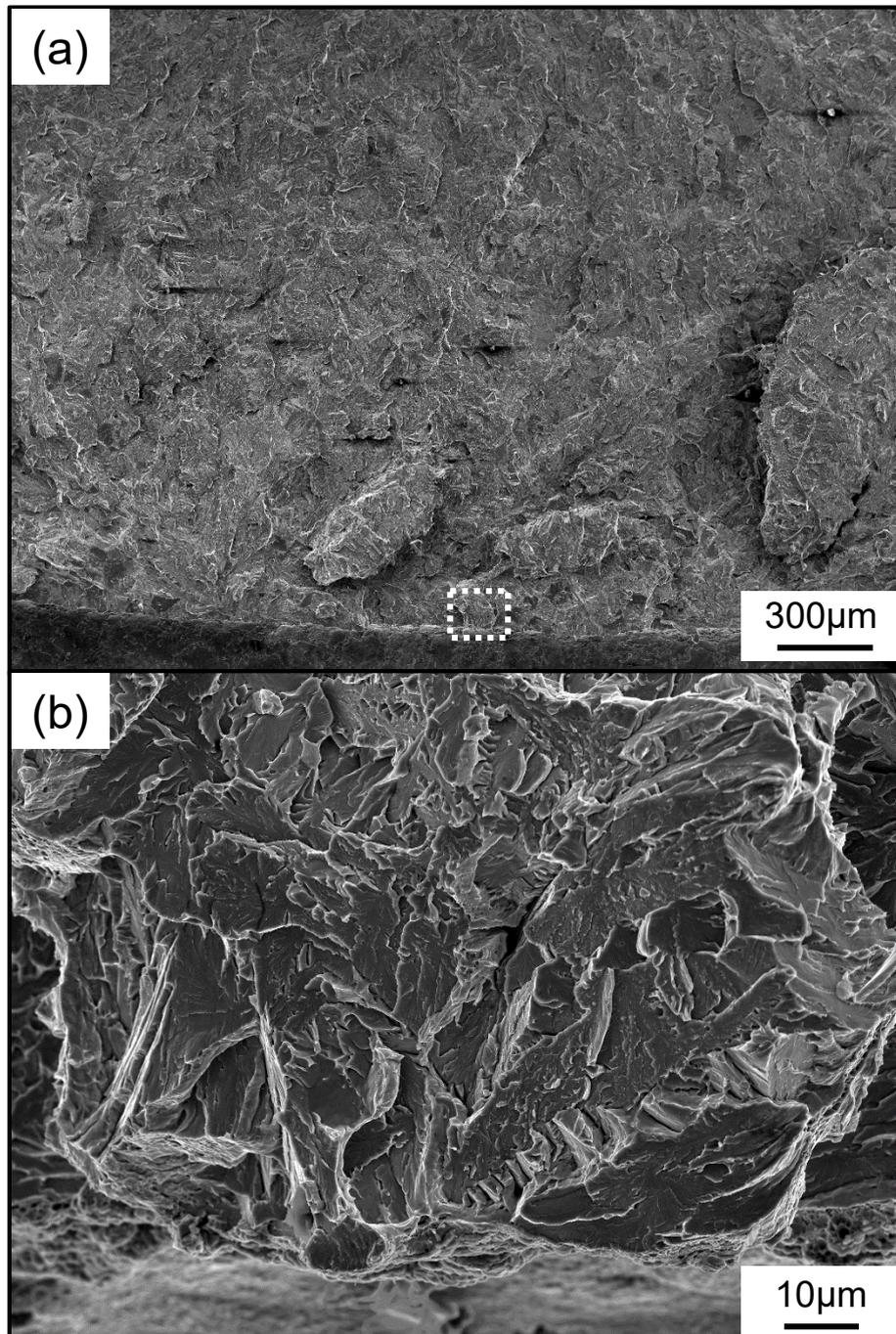


Fig. 4-3. SEM images showing the fracture surface of 0.1C–5Mn steel after 3-point bending test. SEM image (b) is the magnified image corresponding to the area surrounded by the dotted white square in (a).

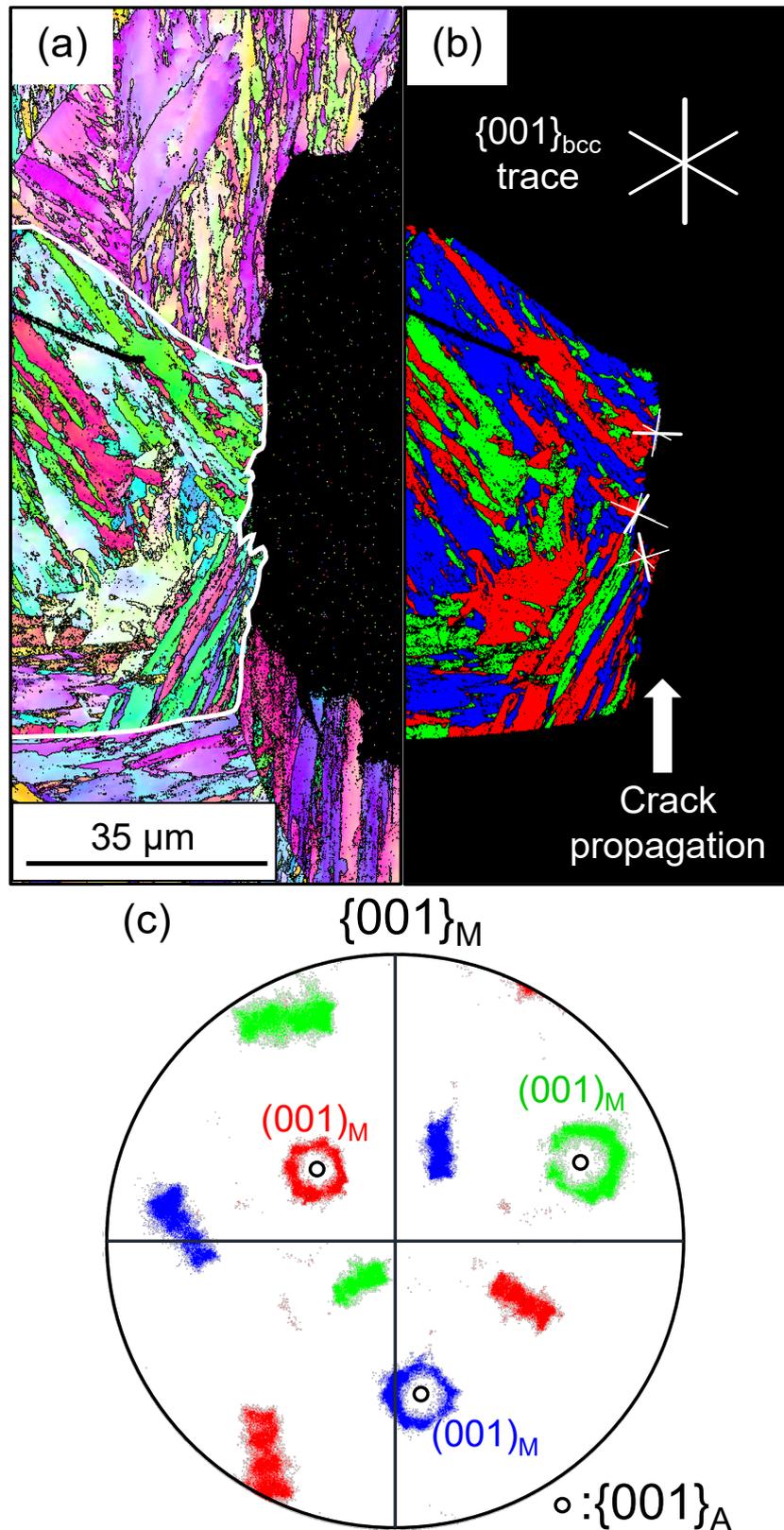


Fig. 4-4. Crystal orientation analysis results near brittle fracture surface around notch. (a) Inverse pole figure map, (b) Bain map within the prior austenite grain surrounded by white line in (a), and (c) $\{001\}_M$ pole figure corresponding to (b). The white lines in the Bain map (b) indicate the trace of $\{001\}_M$ planes.

Table 4-1. Fraction of $\{001\}_M$ cleavage fracture planes of martensite within the prior austenite grain in Fig. 4-4. The resolved normal stress for $\{001\}_M$ was calculated by its normal direction in sample coordinate system for 3-point bending test.

		Number of measurement point, N	Fraction of cleavage fracture within each Bain group, F	Resolved normal stress, σ_{res} / MPa
Bain-1	(100)-1 _M	27	0.12	378
	(100)-2 _M	97	0.42	745
	(001) _M	104	0.46	332
	Total	228	1.00	–
Bain-2	(100)-1 _M	234	0.77	1250
	(100)-2 _M	27	0.09	115
	(001) _M	41	0.14	26
	Total	302	1.00	–
Bain-3	(100)-1 _M	15	0.11	247
	(100)-2 _M	19	0.14	61
	(001) _M	101	0.75	1065
	Total	135	1.00	–
Others	–	175	–	–

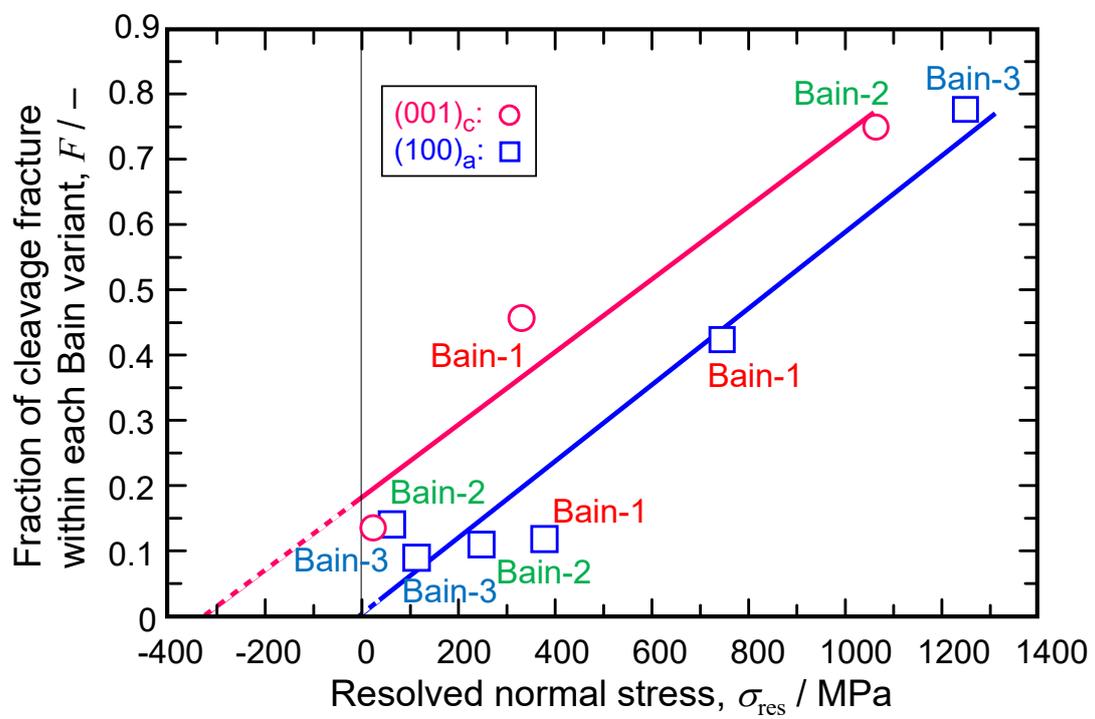


Fig. 4-5. Relation between the fraction of cleavage fracture within each Bain group F and the resolved normal stress σ_{res} for 3-point bending test.

4.3.2 拡張有限要素(XFEM)を用いたき裂進展解析

[Fig. 4-6](#)は、XFEM解析で使用したモデルの構成図を示す。本モデルは、三点曲げ用試験片、圧子ならびに支持台で構成されており、それぞれが摩擦なく接した状態のまま、圧子の変位制御によって試験片内の応力解析を行った。なお、圧子と支持台は完全剛体としたのに対して、試験片はヤング率 $E = 200 \text{ GPa}$ 、ポアソン比 $\nu = 0.3$ の等方弾性体とした。また、ノッチ近傍ではメッシュサイズを細かくし、各要素の1辺が $25 \sim 40 \mu\text{m}$ 程度と概ね Bain グループサイズに相当するようにした。続いて、変態内部応力を導入するため、ノッチ近傍とき裂進展が予測される領域に存在する全ての要素に対して、[Fig. 4-7](#)で示す $x_1-x_2-x_3$ 座標系において、 σ_{11} (赤、Group-1)、 σ_{22} (青、Group-2)、 σ_{33} (緑、Group-3)のいずれかが 400 MPa となるように入力した。ここで、 400 MPa は第3章で算出した内部応力における2つの主応力の差分に相当し、いずれの要素にどの応力成分を付与するかは、Excel内のランダム関数による乱数を用いて無作為に決定した。以上の設定は、試料座標系と $\langle 001 \rangle_M$ 結晶座標系が一致する非常に粗大な1つの旧オーステナイト粒が試験片平行部を構成し、その内部に有限要素メッシュに相当する Bain グループが均質に分布したマルテンサイト組織をモデル化したものとみなすことができる。以上の初期条件を設定した後、定常状態を得るための緩和処理を行ったところ、応力の釣り合い条件を満足するように内部応力を付与した各要素は変形したが、試験片そのものはほとんど変形しないことを確認した。そして、圧子に対して最大で 0.15 mm の変位を付与することで、き裂進展を伴った応力解析を行った。このとき、主応力が 1000 MPa [15]を超えた要素を2つに分離する手法を採用し、これを繰り返すことでき裂伝播を再現した。[Fig. 4-8](#)は、 0.15 mm の変位を与えた時のノッチ近傍における σ_{11} 成分の分布とともにき裂進展の様子を示しており、(a)内部応力の無い場合と(b)内部応力を導入した場合の結果をそれぞれ併示している。内部応力の存在しないモデル(a)では、ノッチ底部に明瞭な応力集中が確認され、これによって生成したき裂がほぼ直線的に上方へ伝播する結果、非常に先鋭なき裂進展が生じた。このとき、き裂周辺の σ_{11} 成分は 1000 MPa 程度に達しており、設定し

た要素の分離条件によってき裂が伝播したことが理解できる。これに対して、内部応力を導入したモデル(b)では、要素を単位として、き裂が不規則に偏向しながら伝播している様子が確認でき、初期内部応力の有無によってき裂伝播挙動が大きく変化することが明らかとなった。そこで、内部応力がへき開破壊の異方性に及ぼす効果をより詳細に調査するため、モデル(b)の結果に対して、き裂が進展したモデル内の全ての要素を抽出し、それらが初期条件において3つのグループのいずれに属するかを判定した。このように集計した各グループの破壊要素数を [Table 4-2](#) にまとめる。 σ_{22} ならびに σ_{33} 成分に対して内部応力が作用する Group-2 と Group-3 における破壊要素数は、それぞれ 90 要素と 79 要素であり、全体の 30%程度を占めた。その一方で、外部変形によって曲げ応力が作用する σ_{11} に対して予め内部応力を入力した Group-1 での破壊要素数は全体の 40%(111 要素)を占めており、マルテンサイト鋼において、引張の内部応力が存在する(001)_Mの脆性破壊頻度が高いという実験結果を再現していた。すなわち、XFEM を用いた数値解析により、微視的な変態内部応力と巨視的な外部応力の重ね合わせによって、脆性き裂伝播挙動を整理することが可能であることが示された。

一方で、改めてき裂伝播挙動に及ぼす内部応力の影響([Fig. 4-8](#))に注目すると、内部応力の存在によってき裂が大きく屈曲し、微視的なき裂伝播過程でエネルギーが散逸された様子がわかる。これは、金属組織中の内部応力がき裂伝播抵抗を高める効果を物語っており、変態内部応力を有する焼入れままのラスマルテンサイトの靱性は本質的に低いことを示しているかもしれない。ただし、今回の XFEM 解析ではそれぞれの Bain グループにおける結晶座標系を定義できておらず、その結果、{001}_Mへき開破壊を基準とした変態内部応力の効果を完全に検証できていない。今後、焼入れならびに焼戻し処理されたマルテンサイト鋼の破壊靱性に及ぼす変態内部応力の効果をより詳細に理解するため、{001}_Mへき開破壊に加えて、ラスマルテンサイトのサイズや階層組織を反映した計算機実験が求められるであろう。

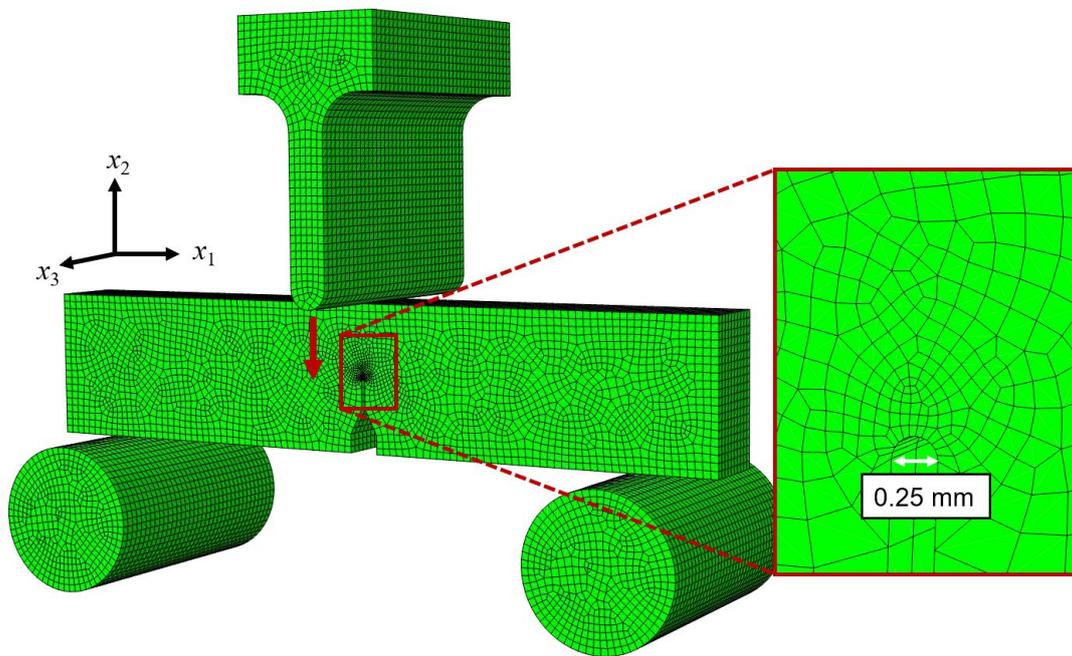


Fig. 4-6. Configuration of the XFEM analysis model simulating the 3-point bending test.

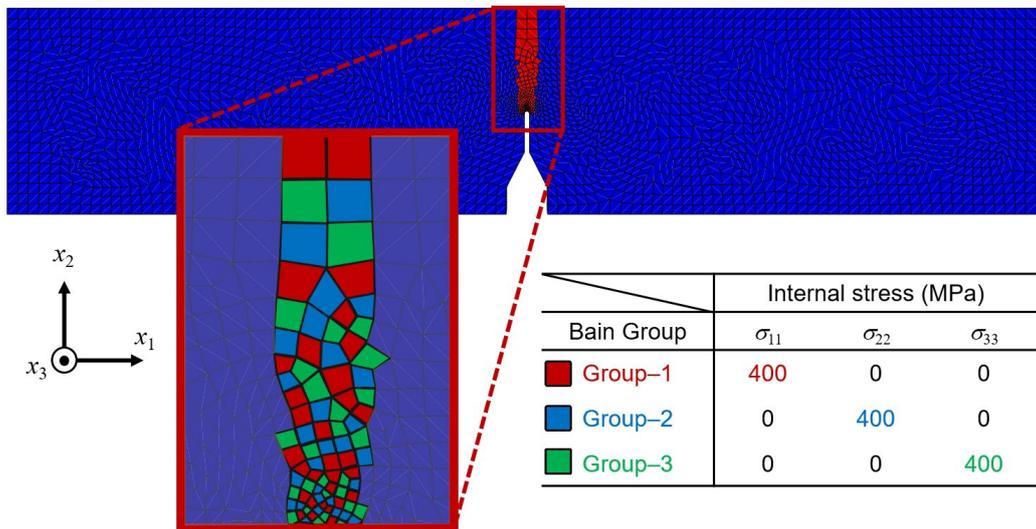


Fig. 4-7. Initial condition of the XFEM model to calculate crack propagation analysis introducing transformation internal stresses for 3-point bending test.

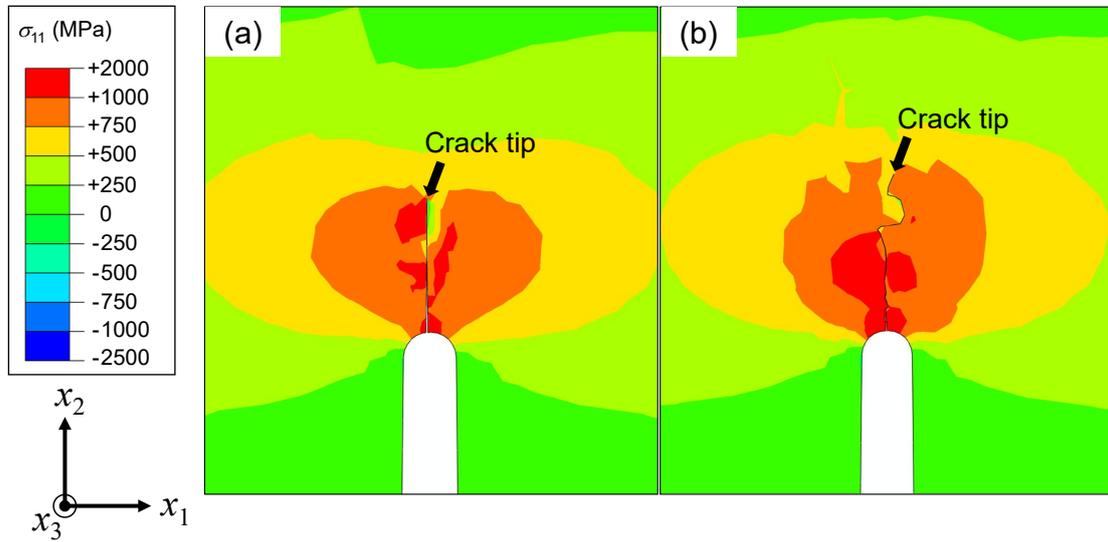


Fig. 4-8. XFEM model in the vicinity of the notch after crack propagation. (a) and (b) show the results of the model without and with internal stresses, respectively.

Table 4-2. XFEM model in the vicinity of the notch after crack propagation. (a) and (b) show the results of the model without and with internal stresses, respectively.

	Group-1	Group-2	Group-3	Total
Number of elements (-)	111	90	79	280
Rate (%)	40	32	28	100

4.4 まとめ

焼入れままの 0.1%C-5%Mn 鋼を用いて、静的負荷条件下における三点曲げ試験と拡張有限要素法(XFEM)による数値解析モデルを併用し、ラスマルテンサイトのへき開破壊に及ぼす変態内部応力の影響を調査した。得られた結果は以下の通りである。

1. 動的破壊試験のみならず静的破壊試験においても、各 Bain グループにおけるへき開破壊は、 $(100)_M$ に比べて $(001)_M$ でより破壊が生じ易く、へき開破壊に明瞭な異方性が存在することが明らかとなった。また、 $\{001\}_M$ へき開破壊頻度は各 $\{001\}_M$ に対する分解垂直応力の上昇とともに単調増加することから、静的な三点曲げ試験においても $\{001\}_M$ へき開破壊は主としてモードI破壊で起こることが示された。
2. XFEM を用いた数値解析において、異方性を持った微視的な変態内部応力を導入すると、へき開き裂は明瞭に偏向し、さらにマルテンサイト鋼において $(001)_M$ に相当する引張内部応力は、き裂の開口を助長することが理論的に明らかになった。つまり、XFEM を用いた数値解析により、微視的な変態内部応力と巨視的な外部応力の重ね合わせによって、脆性き裂伝播挙動を整理することが可能であることが示された。
3. 変態内部応力の存在によってき裂が大きく偏向しながら伝播し、微視的なき裂伝播過程でエネルギーが散逸されることを考慮すると、マルテンサイト組織中の変態内部応力がき裂伝播抵抗を高める可能性があることを示している。

4.5 参考文献

- [1] T. Kobayashi, K. Takai, H. Maniwa, Transition Behaviour and Evaluation of Fracture Toughness in Charpy Impact Test, Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan, 7 (1967) 115–125.
- [2] T. Kobayashi, Y. Isamu, N. Mitsuo, Evaluation of dynamic fracture toughness parameters by instrumented Charpy impact test, Eng. Fract. Mech., 24 (5) (1986) 773–782.
- [3] Y. Tomita, K. Okabayashi, Effect of microstructure on strength and toughness of heat-treated low alloy structural steels, Metall. Trans. A, 17A (1986), 1203–1208.
- [4] S. Takebayashi, K. Ushioda, N. Yoshinaga, S. Ogata, Effect of Carbide Size Distribution on the Impact Toughness of Tempered Martensitic Steels with Two Different Prior Austenite Grain Sizes Evaluated by Instrumented Charpy Test, Mater. Trans., 54 (2013) 1110–1119.
- [5] Z. Sami, S. Tahar, H. Mohamed, Microstructure and Charpy impact properties of ferrite–martensite dual phase API X70 linepipe steel, Mater. Sci. Eng. A, 598 (2014) 338–342.
- [6] T. Hanamura, F. Yin, K. Nagai, Ductile-Brittle Transition Temperature of Ultrafine Ferrite/Cementite Microstructure in a Low Carbon Steel Controlled by Effective Grain Size, ISIJ Int., 53(12) (2013) 2218–2225.
- [7] 豊貞雅宏, 藤井英輔, 野原和宏, 川口喜昭, 有持和茂, 井坂和実, 破壊靱性に及ぼすひずみ速度の影響, 日本造船学会論文集, 1987(161) (1987) 343–356.
- [8] 寺本 徳郎, 倉嶋 寛貴, 塚本 雅敏, A2017-T4 の破壊靱性のひずみ速度依存性, 圧力技術, 42(5) (2004) 261–268.
- [9] 小林英男, 破壊じん性とその評価方法 (I), 材料, 27 (1978) 495–505.
- [10] 藤森 英二郎, 鷹合 徹也, 計装化シャルピー衝撃試験における計測上の問題点, 38 (1989) 675–681.
- [11] T. Belytschko, T. Black, Elastic Crack Growth in Finite Elements with Minimal Remeshing, Int J Numer Methods Eng, 45 (1999) 602–620.
- [12] N Moës, J Dolbow, T Belytschko, A finite element method for crack growth without remeshing, J Numer Methods Eng, 46 (1999) 131–150.
- [13] 山本琢也, 4. 破壊靱性試験法とデータ解析の実例(核融合構造材料における機械的特性の評価手法とデータ解析), プラズマ・核融合学会誌, 91(7) (2015) 479–488.
- [14] X. Z. Zhang, J. F. Knott, Cleavage fracture in bainitic and martensitic microstructures, Acta Mater., 47 (1999) 3483–3495.
- [15] T. Hanamura, S. Torizuka, S. Tamura, S. Enokida, H. Takechi, Effect of Austenite Grain Size on Transformation Behavior, Microstructure and Mechanical Properties of 0.1C–5Mn Martensitic Steel, ISIJ Int., 53 (2013) 2218–2225.

第 5 章

総括

第5章 総括

本論文では、鉄鋼材料におけるマルテンサイト(M)組織の特異な力学特性挙動や強化機構を理解するための基礎研究の一つとして、低・中炭素鋼のマルテンサイト変態によって得られるラスマルテンサイト組織中の微視的な変態内部応力の分布とその発現機構を調査した。さらに、低温環境下における力学特性評価試験によって、それらが低温脆性破壊に及ぼす影響を解明した。

第1章では、本研究の目的とその背景について述べた。

第2章では、Cなどの侵入型元素の影響を完全に排除したIF(Interstitial-Free)のFe-Ni合金を用いて、ラスマルテンサイト組織中に分布する微視的な変態内部応力をFIB(Focused Ion Beam)とDIC(Digital Image Correlation)を併用して測定し、電子線後方散乱回折法(Electron Backscatter Diffraction、EBSD)によって得られる結晶学的特徴との関係を調査した。さらに、中性子回折法とEBSD法によって、マクロとミクロの観点から正方晶性を評価して、結晶構造と残留ひずみの関係を調査し、ナノインデンテーション試験により力学特性を評価した。その結果、Cを固溶しないマルテンサイトにおいても、焼入れままの状態で正方晶性が存在することが確認され、マルテンサイト変態中のBainひずみに由来する変態ひずみの一部が残留することによってbcc構造のマルテンサイトが $[001]_M$ に沿って弾性的に伸長することを明らかにした。さらに、単一のマルテンサイトブロック内をFIB加工した際、その加工によって解放される残留ひずみの異方性がBainひずみに起因する変態ひずみのそれと対応することから、ラスマルテンサイト中にはBainグループを単位として微視的な残留ひずみが分布することを明らかにした。また、ナノ硬度がFIB加工による残留ひずみの解放によって顕著に低下することから、微視的な変態内部応力が力学特性に大きく影響することを示した。

第3章では、C量の異なる種々のFe-C-Mn合金を用いて、マルテンサイト変態による微視的な内部応力が、ラスマルテンサイトの低温へき開破壊に及ぼす影響をシャルピー衝撃試験、EBSD法ならびにFIB-DIC法により調査した。その結果、Bain格子対応に基づく結晶方位解析によって、ラスマルテンサイトでは $\{001\}_M$ へき開による低温脆性破壊が生じ、Bainグループが有効結晶粒として作用することが明らかとなった。さらに、各Bainグループにおけるへき開破壊は、 $(100)_M$ に比べて $(001)_M$ でより破壊が生じ易く、Bainひずみに起因する微視的な変態内部応力によって、 $\{001\}_M$ へき開破壊の異方性がみられることを明らかにした。また、この異方性を持った $\{001\}_M$ へき開破壊は、C含有量の異なるマルテンサイト鋼でも生じることを示した。

第4章では、三点曲げ試験による静的破壊試験と拡張有限要素法(eXtended Finite Element Method、XFEM)を併用して、微視的な内部応力が低温脆性破壊に及ぼす影響について数値解析の観点から検証した。その結果、動的破壊試験のみならず静的破壊試験においても、各Bainグループにおける $\{001\}_M$ へき開破壊に明瞭な異方性が存在することが明らかとなった。さらに、XFEMを用いた数値解析において、異方性を持った微視的な変態内部応力を導入すると、へき開き裂は明瞭に偏向しながら伝播し、 $(001)_M$ に対応する引張内部応力がき裂開口を助長することを明らかにした。したがって、微視的な変態内部応力と巨視的な外部応力の重ね合わせによって、脆性き裂伝播挙動を整理することが可能であることを明らかにした。また、変態内部応力の存在によってき裂が大きく偏向しながら伝播し、微視的なき裂伝播過程でエネルギーが散逸されることから、マルテンサイト組織中の変態内部応力がき裂伝播抵抗を高める可能性があることを示した。

以上のように、本研究では低・中炭素鋼を焼入れすることで得られるラスマルテンサイト組織中の変態内部応力分布とその発現機構を示し、それらが低温脆性破壊に及ぼす影

響を明らかにした。これらの成果は、ラスマルテンサイト中の特異な力学特性挙動に大きな示唆を与え、鉄鋼材料の低温脆性破壊特性の向上に新たな可能性を与えるもので、学術面だけでなく工業的にも大きく貢献するものと期待される。

謝辞

本研究を進めるにあたり、終始懇切丁寧な御指導を賜りました東京工業大学教授 中田伸生先生に深謝の意を表します。知識と経験に乏しく、専門分野の違う私を受け入れて下さり、また修士から博士課程までの5年間で国内学会や研究会など大変貴重な機会を数多く与えて頂きました。重ねて御礼申し上げます。中田伸生先生から教え与えて頂いた知識・経験を活かして、これからも社会に貢献できるように日々努めてまいります。

そして、本研究の遂行にあたり、終始御教示、御指導いただき、また実験装置をいつも快く貸していただきました東京工業大学教授 尾中晋先生に心より感謝申し上げます。

FIB-SEM を快く貸していただきました日本精工株式会社の名取様、田村様、ナノインデンテーション試験のご支援をしていただきました物質材料研究機構の原徹先生、井誠一郎先生、中性子回折測定をしていただきました日本原子力研究開発機構 J-PARC センターの諸岡聡先生、シャルピー衝撃試験のご支援をしていただいた東京工業大学教授 竹山雅夫先生ならびに同助教 中島広豊先生、FEM 解析にご協力していただきました東京大学准教授 柴沼一樹先生に謝意を表します。

また、苦楽をともにした研究室の卒業生、在校生の方々に支えられて本論文を完成することができました。特に、一緒にマルテンサイトの低温脆性破壊を研究した川人悠生氏、安部祐太郎氏には、実験を手伝ってもらい本当に感謝しています。また、ともに博士課程で切磋琢磨した Lee Seung-Yong 博士(現：韓国科学技術研究院)、Wu 氏、そして、修士課程の同級生である長廻拓海氏、高橋尚太郎氏、雨宮雄太郎氏のおかげで、充実した時間をおくることができました。心より感謝申し上げます。

そして、大学院研修という貴重な機会を与えてくださり、書類の手続きなど様々なご支援をして下さった防衛省陸上自衛隊の関係者の皆様に心より感謝申し上げます。

最後に、現在に至るまで応援してくれた両親といつもそばで支えて応援してくれた妻の梨沙に感謝します。

本論文に関する研究発表

博士論文に関連した査読つき学術論文

[1] Daisuke Fukui, Nobuo Nakada, Susumu Onaka.

“Internal residual stress originated from Bain strain and its effect on hardness in Fe–Ni martensite”
Acta Materialia, 196 (2020) 660-668.

[2] Daisuke Fukui, Yuki Kawahito, Naoki Miyazawa, Nobuo Nakada.

“Anisotropic cleavage fracture caused by transformation-induced internal stress in an as-quenched martensite”
Materials Characterization, 191(2022) 112157.

学会発表

[1] 福井大介, 中田伸生, 尾中晋.

“Fe–Ni 合金における焼入れマルテンサイトの正方晶性と残留ひずみの関係”
日本鉄鋼協会秋季(第 180 回)講演大会(2020).

[2] 福井大介, 中田伸生, 尾中晋.

“マルテンサイト鋼の変態内部応力に起因したへき開破壊の異方性”
日本鉄鋼協会秋季(第 182 回)講演大会(2021).

[3] 福井大介, 川人悠生, 安部祐太郎, 宮澤直己, 中田伸生.

“焼入れマルテンサイトの変態誘起内部応力によるへき開破壊の異方性”
日本鉄鋼協会秋季(第 184 回)講演大会(2022).