

博士論文

高強度複合組織鋼板の低温脆化挙動における

二段階延性脆性遷移

Two-step ductile to brittle transition on low-temperature
embrittlement for high-strength multi-structural steel sheets

横浜国立大学大学院理工学府

機械・材料・海洋系工学専攻

川田 裕之

Hiroyuki Kawata

2021年3月

概要

本研究では、高強度複合組織鋼板の低温脆化における二段階延性脆性遷移に着目し、サブサイズ試験片を用いたシャルピー衝撃試験を中心とした実験および考察を行った。

複合組織鋼の低温脆化において、吸収エネルギーが二段階で大きく低下する、二段階延性脆性遷移挙動が見られる場合がある。吸収エネルギーは、温度の低下に伴い、高位の upper shelf から、中位の middle shelf を経て、低位の lower shelf へと遷移する。一方、破面は、upper shelf から middle shelf への遷移と対応して、ディンプルに覆われたマイクロボイド連結型破面から、ディンプルをほとんど含まない平坦な低エネルギー破面へと遷移する。middle shelf から lower shelf への遷移では、破面はほとんど変化しない。このため、吸収エネルギーと破面との関係を整理することにより、低温脆化挙動が一段階と二段階のいずれであるかを見分けることができる。

middle shelf における破壊は、塑性変形を受けた後に発生し、平坦な破面を呈しつつ進展する。この破壊は、フェライト粒内および粒界を伝播経路とし、フェライト粒内では{112}を主として、{001}、{011}に沿って進展している。一方、同様の破面を呈する lower shelf での破壊は、塑性変形をほとんど受けずに発生し、フェライト粒内の{001}を主な伝播経路として進展している。両者は、発生と伝播の両方の機構が異なる破壊である。

複合組織鋼における延性脆性遷移が二段階となる理由は、軟質組織と硬質組織のそれぞれにおける降伏応力とへき開破壊応力の大小関係を考える、破壊発生の定性モデルによって理解することができる。高温では、2つの降伏応力のいずれもが硬質組織のへき開応力よりも小さく、塑性変形が進行して破壊に至って、高い吸収エネルギーを示す upper shelf となる。低温では、2つの降伏応力のいずれもが硬質組織のへき開応力よりも小さく、塑性変形の前にへき開破壊が発生し、吸収エネルギーの小さい lower shelf となる。中間の温度域では、軟質組織の降伏応力は硬質組織のへき開破壊応力よりも小さいので、塑性変形が軟質組織で開始するが、硬質組織の降伏応力はそのへき開破壊応力よりも大きいため、硬質組織が大きく塑性変形する前にへき開破壊が発生し、吸収エネルギーが中位である middle shelf となる。

二段階延性脆性遷移の発現、および、遷移温度には、マイクロ組織の因子が大きく影響する。塊状

フェライトと硬質組織からなる複合組織鋼では、硬質組織分率の増大によって一段階から二段階へと延性脆性遷移挙動が変化し、更に分率が増えると、再び一段階へと変化する。前半の挙動は、破壊発生の定性モデルにおいて、分率に伴って塑性変形後の硬質組織への応力集中度合いが大きくなることによる印加応力に対する硬質組織のへき開破壊応力の低下を考慮することで、upper shelf から middle shelf への遷移温度が上昇し、middle shelf から lower shelf への遷移温度との差が広がって middle shelf を認識しやすくなることで理解できる。後半の挙動は、発生したへき開き裂の伝播を抑制するフェライト粒界が硬質組織分率の増大によって消失したため、マクロなへき開破壊の発生が硬質組織でのへき開破壊の発生のみで律速されることで理解できる。また、構成組織の強度の変化による影響は、その降伏応力と破壊応力の変化を、破壊発生の定性モデル上で考慮することにより、遷移温度の挙動を理解することができる。

過去の文献との比較から、二段階延性脆性遷移は一般的に起こる事象と考えられる。材料としては、複合組織において見られる事象であり、構成組織の分率や特性などによって、2つの遷移温度の差が大きくなることで認知される。また、応力集中の緩和やひずみ速度の低下によって、軟質組織が降伏しやすくなると、2つの遷移温度の差が大きくなり、認知されやすくなると考えられる。

この知見により、技術的・産業的には材料の適正な設計・利用・評価につながる。また、学術的には、複合組織における組織と靱性の関係を表す定性モデルを提案し、その破壊機構の遷移における塑性変形の重要性を示すものである。

目次

記号, 略称, 供試材の一覧	8
第1章 序論	13
1.1 人類史における鉄鋼材料	13
1.2 自動車用鋼板への社会的要求	15
1.3 複合組織鋼を研究対象とする技術的意義	18
1.4 高強度鋼板における脆性破壊	21
1.4.1 脆性破壊の発生機構と延性脆性遷移	21
1.4.2 ミクロ組織因子による延性脆性遷移挙動の変化	25
1.5 高強度薄鋼板における二段階延性脆性遷移挙動	28
1.6 本研究の目的および論文の構成	30
参考文献	32
第2章 フェライト+パーライト鋼における二段階延性脆性遷移	64
2.1 本章で検討する課題	64
2.2 実験手法	65
2.2.1 供試材	65
2.2.2 シャルピー衝撃試験	66
2.2.3 破面および破面直下の観察	66
2.3 実験結果	67
2.3.1 シャルピー衝撃試験	67
2.3.2 破面直下の結晶方位解析	69
2.4 考察	71
2.4.1 二段階延性脆性遷移現象の理解	71
2.4.2 破壊発生モデル	72

2.5 小括	74
参考文献	75
第3章 二段階延性脆性遷移における破壊の伝播経路	92
3.1 本章で検討する課題、並びに、関連する知見	92
3.2 実験手法	94
3.2.1 供試材	94
3.2.2 トレース解析	95
3.3 実験結果	95
3.3.1 Middle shelfにおける二次き裂の観察結果	95
3.3.2 Lower shelfにおけるトレース解析結果	96
3.3.3 Middle shelfにおけるトレース解析結果	97
3.4 考察	98
3.4.1 Lower shelf と Middle shelf における破壊の伝播経路	98
3.4.2 フェライト粒内における低指数面破壊の難易比較	99
3.4.3 Middle shelf における破壊の伝播モデル	101
3.5 小括	102
参考文献	103
第4章 フェライト単相～フェライト+パーライト複合組織における延性脆性遷移とパーライト分率の関係	121
4.1 本章で検討する課題、並びに、関連する知見	121
4.2 実験手法	123
4.2.1 供試材	123
4.2.2 シャルピー衝撃試験	124
4.3 実験結果	125

4.3.1	引張試験	125
4.3.2	シャルピー衝撃試験：フェライト単相鋼	125
4.3.3	シャルピー衝撃試験：パーライト分率5%未満	126
4.3.4	シャルピー衝撃試験：パーライト分率5%以上	128
4.3.5	パーライト分率に伴う延性脆性遷移挙動の変化	129
4.4	考察	131
4.4.1	延性脆性遷移挙動の特徴づけ	131
4.4.2	硬質組織分率の延性脆性遷移に及ぼす影響と破壊発生モデルとの対応	132
4.5	小括	134
	参考文献	136
第5章 硬質組織の性質に伴う二段階延性-脆性遷移挙動の変化		163
5.1	本章で検討する課題、並びに、関連する知見	163
5.2	実験手法	164
5.2.1	供試材	164
5.2.2	引張試験およびシャルピー衝撃試験	165
5.2.3	組織観察	166
5.3	実験結果	166
5.3.1	引張試験	166
5.3.2	シャルピー衝撃試験	166
5.4	考察	169
5.4.1	硬質組織の性質による影響と、破壊発生モデルによる理解	169
5.4.2	破壊の伝播挙動への影響	170
5.5	小括	173
	参考文献	174

第6章 総括		188
6.1 複合組織鋼における二段階延性脆性遷移		188
6.2 二段階延性脆性遷移の検証		189
6.3 二段階延性脆性遷移における破壊機構		192
6.4 複合組織鋼の組織因子による影響		195
6.5 試験条件による影響		199
6.6 Middle shelfにおける破壊と他の破壊現象との関係		201
6.7 本研究により得られた知見の意義		203
参考文献		207
付録		
Appendix 1	Technical term の整理	223
Appendix 2	極低炭素鋼板における延性脆性遷移挙動に及ぼすフェライト粒径の影響	230
Appendix 3	様々な複合組織鋼においてみられる二段階遷移挙動	236
Appendix 4	EBSD 法によって得られる破面トレースの精度検証	245
Appendix 5	破壊がランダムな結晶面において起こる場合の破面トレースの見え方	248
Appendix 6	ランダムな粒界面において低指数面がなす twist 角度の計算結果	255
Appendix 7	等仕事量仮定によるフェライト+パーライト組織における引張特性のパーライト分率に伴う変化の予測	263
Appendix 8	延性脆性遷移挙動における破壊発生現象と破壊発生モデルとの関係、並びにモデルの複合組織への適用に関する考察	271
Appendix 9	二段階延性脆性遷移の破壊発生モデル適用の確度に関する半定量的検討	284

謝辞	293
本論文に関連する公表論文	294

記号・略称一覧

分類	記号、略称	英語表記	日本語表記	初出
鋼板	DP	dual phase	二相組織	1.3
	HSLA 鋼	high strength low alloy steel	低合金高強度鋼	5.1
	TRIP	transformation induced plasticity	変態誘起塑性	1.3
マイクロ組織	a_γ	lattice constant of austenite	オーステナイトの格子定数 (Å)	5.2.1
	B	bainite	ベイナイト	1.3
	bcc	body centered cubic	体心立方格子	1.3
	C_γ	solute carbon content in austenite	オーステナイト中の固溶炭素量 (wt%)	5.2.1
	d_α	average diameter of ferrite grain	平均フェライト粒径 (μm)	4.2.1
	fcc	face centered cubic	面心立方格子	1.3
	HAZ	heat affected zone	溶接熱影響部	1.4.2
	M	martensite	マルテンサイト	1.3
	MA	martensite austenite constituent	島状マルテンサイト	1.4.1
	P	pearlite	パーライト	1.3
	V_P, V_γ	volume fraction of pearlite, austenite	パーライト、オーステナイトの体積分率 (%)	4.2.1
	α	ferrite	フェライト	1.3
	γ	austenite	オーステナイト	1.3
	θ	cementite	セメンタイト	1.3

分類	記号、略称	英語表記	日本語表記	初出
シャルピー試験	AE	absorbed energy	吸収エネルギー	1.4.1
	CVN	Charpy V-notched	シャルピーV字切欠き	2.2.2
	DBT	ductile to brittle transition	延性脆性遷移	1.4.1
	DBTT	ductile to brittle transition temperature	延性脆性遷移温度(吸収エネルギーが upper shelf と lower shelf の中間となる温度)	1.4.1
	FATT	fracture appearance transition temperature	破面遷移温度(脆性破面率が50%となる温度)	1.4.1
	LS	lower shelf	下部棚	1.4.1
	MS	middle shelf	中間棚	1.5
	T _{tr}	ductile to brittle transition temperature	延性脆性遷移温度(吸収エネルギーが upper shelf と lower shelf の中間となる温度)	1.4.1
	T _S	transition start temperature	延性脆性遷移の開始温度	4.3.5
	T _F	transition finish temperature	延性脆性遷移の終了温度	4.3.5
	T _{UM}	transition temperature from upper shelf to middle shelf	upper shelf から middle shelf への遷移温度、二段階延性脆性遷移における第一遷移温度	2.4.2
	T _{ML}	transition temperature from middle shelf to lower shelf	middle shelf から lower shelf への遷移温度、二段階延性脆性遷移における第二遷移温度	2.4.2
	US	upper shelf	上部棚	1.4.1
	破壊機構	CF	cleavage fracture	へき開破壊
GBF		grain boundary fracture	粒界破壊	2.4.1
K _I		stress intensity factor	応力拡大係数	1.4.1
k _I		local stress intensity factor	局所応力拡大係数	1.4.1
MVCF		microvoid coalescence fracture	マイクロボイド連結型破壊	2.4.1
QCF		quasi-cleavage fracture	擬へき開破壊	2.4.1

分類	記号、略称	英語表記	日本語表記	初出
破面	$\Delta\sigma_{F,X}$		組織 X のへき開破壊応力のばらつき	4.4.2
	$\Delta\sigma_{Y,X}$		組織 X の降伏応力のばらつき	4.4.2
	σ_F	fracture stress	へき開破壊応力	2.4.2
	$\sigma_{F,X}$	fracture stress of X	組織 X のへき開破壊応力	2.4.2
	σ_Y	yield stress	降伏応力	2.4.2
	$\sigma_{Y,X}$	yield stress of X	組織 X の降伏応力	2.4.2
	FS	fracture surface	破面	1.4.1
	MC	microcrack	二次き裂 (secondary crack とも呼ばれる)	1.4.1
	MVCFS	microvoid coalescence fracture surface	マイクロボイド連結型破面	2.3.1
	LEFS	low energy fracture surface	ディンプルをほとんど含まない平坦な破面	2.3.1
引張特性	El	elongation	全伸び	2.2.1
	SS 曲線	true stress true strain curve	真応力-真ひずみ曲線	A7.2
	TS	maximum tensile strength	最大引張強度	1.5
	UEl	uniform elongation	均一伸び	A7.2
	UYP	upper yield point	上降伏点	2.2.1
	$\sigma_{0.2\%}$	0.2% proof stress	0.2%耐力	2.2.1
観察、解析	EBS	electron backscattering diffraction	電子線後方散乱回折	2.2.3
	FE-SEM	field emission scanning electron microscope	電界放出型走査型電子顕微鏡	2.2.1
	GB	grain boundary	結晶粒界	3.2.2

	GOS	grain orientation spread	結晶粒内方位分散	2.2.3
	ID	indistinguishable	結晶粒界、粒内いずれか判別できない割れ	3.2.2
	IPF	inverse pole figure	逆局点図	2.3.2
	IQ	image quality	EBSD 法における回折パターンの鮮明度	2.3.2
	TG	transgranular	結晶粒内割れ	3.2.2
	XRD	X-ray diffraction	X 線回折	5.2.1
	θ_{001} , θ_{011} , θ_{112}		破面ないし二次き裂トレースと低指数面{001}, {011}, {112}トレースが成す角の大きさ	3.2.2
その他	ND	nominal direction	板厚方向	2.2.2
	RD	rolling direction	圧延方向	2.2.1
	TD	transverse direction	板幅方向	2.2.1

供試材一覽

Steels	Chapter							Microstructure *				□ Comments
	2	3	4	5	A2	A3	A7	α	P	B	MA	
FP	✓	✓		✓				85	15	0	0	Laboratory scale high strength multi-structural steel sheets containing polygonal ferrite with various hard structures. Their origin was one ingot containing 0.15C-1.77Si-1.48Mn-0.005P-0.001S-0.001N (wt%). Their numbers, 2, 14, and 38, correspond to their volume fractions of MA (%).
MA2				✓				81	17	0	2	
MA14				✓				80	0	6	14	
MA38				✓				62	0	0	38	
P0 (HM)		✓			✓		✓	100	0	0	0	1 wt%Si - 2 wt%Mn steel sheets containing various carbon contents, from 0.005 to 0.15 wt%. Their numbers, 0 to 21, correspond to their volume fractions of pearlite (%).
P2		✓					✓	98	2	0	0	
P3		✓					✓	97	3	0	0	
P7		✓					✓	93	7	0	0	
P16		✓					✓	84	16	0	0	
P21		✓					✓	79	21	0	0	
LM					✓			100	0	0	0	Fully ferritic steel sheets containing polygonal ferrite with various grain diameters. "LM" and "HM" corresponds to their Mn contents, 0.05 wt% and 2 wt%. "T" means containing 0.03 wt% titanium.
LMT					✓			100	0	0	0	
HMT					✓			100	0	0	0	
A							✓	B + α + MA			Laboratory scale high strength multi-structural steel sheets. We had evaluated them before this study. Their volume fractions had not been evaluated.	
B							✓	α + M + B				
C							✓	α + B + MA				
D							✓	B + MA				
E							✓	B + MA				
F							✓	M + α				

* These numbers show the volume fractions (%)

第1章 序論

本章では、鉄鋼材料の特に自動車用鋼材の改善に対する社会的要請、複合組織鋼板の特性について研究する技術的意義、そして研究対象とした高強度鋼の衝撃破壊についての従来知見について述べる。そして、研究対象とした高強度複合組織鋼板における延性脆性遷移挙動の評価結果を紹介し、そこから、本論文における目的を述べ、本論文全体の構成を示す。

1.1. 人類史における鉄鋼材料

鉄は人類史において極めて重要な材料である。鉄の使用は、まず、祭祀用として隕鉄が使用されたことに始まるが[1-3]、その段階では、鉄が人類史に与える影響は小さいものであった。西アジアにおいて鉄鉱石や砂鉄を用いた鉄の生産が始まると[4,5]、古代ヒッタイト帝国が、量産した鉄を武器として使い、青銅製武具を有する周辺国を軍事的に圧倒するなど[6-8]、以降は素材としての鉄が人類史に深く影響を与えている。そして、鉄は、農具や工具などの民生用にも使われ、各分野の生産性を大きく向上させた[9-13,231,234]。また、古代日本では、大量の鉄器を取得するには大陸から鉄塊を輸入する必要があったことから、鉄を求めて社会体制の変革を迫られたとする説もある[14]。鉄器の有無は文明の発展度合を大きく左右し、Diamond[15]は汎用的な素材としての鉄を先行して手に入れる条件が揃っていたことを、大航海時代においてヨーロッパ文明が新大陸を征服しえた因子の一つに数えている。

更に、欧州での産業革命期において、英国や北欧における鉄の生産は、ドイツで始まった高炉法の革新を受け、各国の森林資源を大量に動員しながら大きく上昇した[2,16,17]。生産された鉄は、高温に耐える材料として蒸気機関を構成し[18]、強度と耐久性に優れた材料として産業装置の機械化と建屋の大型化を実現した[18-21]。鉄の大量供給は、出力と自由度との飛躍的な向上をもたらすエネルギー革命、すなわち自然力（水力、風力、人馬などの動物）から科学力（蒸気機関）への転換、の恩恵を人類が享受するための必須要素であった。

18世紀末から20世紀初頭の近代において、木炭からコークスへの製鉄原料の遷移[22,23]やベッセマーの溶鋼法（転炉法）[23-25]などの多くの技術革新により、炭素量を制御した高品質な”鉄鋼”の大量生産が始まった。この時代には人類の活動のグローバル化が進んだが、これは鉄道と蒸気船という高品質な鉄鋼材料を用いた陸海の移動手段の革命によってもたらされた[17,20,26,27]。

このように、素材としての鉄の普及、使用量の増大、そして特性の向上は人類史に大きく影響している。この観点から、人類史を石器時代、青銅器時代、鉄器時代に区分する三時代区分法が一般

的に受容されている[23,28]。また、特に転炉法の普及した 1870 年代以降を「鋼の時代」と呼ぶこともある[16]。Fig 1.1 に現代世界における主要な素材の生産量を示す[29-34]。鉄鋼の生産量は、伝統的な素材である木材およびセメントと同等であり、また、我々の身近に氾濫するプラスチックを凌ぐ。他の金属材料 (Al, Cu) の生産量は、鉄鋼と比べると、文字通り、桁違いに小さい。

金属材料はセメント、木材、プラスチックと比べて展性、耐疲労特性、耐熱性などの様々な特長を有しており、多くの建築物、工業製品の基幹材料として用いられる。鉄鋼は、その金属材料を代表する素材として、今日も君臨している。ここまで、鉄鋼材料が産業革命以降に社会に大きく影響した用途として蒸気機関、産業機器、建造物、鉄道、船舶を挙げた。現在は、社会における動力の主力は蒸気から電気へ、地上輸送の主力は鉄道から自動車へと置き換わったが、電気事業（発電・送電・利用）[35-37,235]も自動車産業[38,39]も鉄鋼材料をふんだんに用いることで成り立っていることに変わりはない。

Fig. 1.2 に 2009～18 年の 10 年間ににおける粗鋼生産の盛んな各国での生産量の推移を示す[29]。中国の生産量が他国を圧倒しているため、(a)中国を含むグラフと(b)含まないグラフとを示す。日本を含むほとんどの国では、リーマン・ショックによる 2009 年の短期的な冷え込みを除き、この 10 年の粗鋼生産量は横ばいであり、その水準は高い状態で安定している[40]。一方、最大の生産国である中国や進境著しいインドでは生産量が右肩上がりに増加している。これは、両国の経済発展の段階が社会資本の蓄積段階にあつて、製造業・建設業による鉄鋼の内需が旺盛であることを示す[40]。このため、世界全体の粗鋼生産量は増大しており、2009 年の 12.4 億 ton から 2018 年は 18.1 億 ton と、わずか 10 年で 1.5 倍となっている。鉄鋼の使用量はその国の国内総生産の上昇によって増加する傾向にあり[41]、今後も中後進国の経済発展に伴って世界の鉄鋼需要は増加し続ける可能性がある。

鉄が広く使われる主な理由を Fig. 1.3 に示す。鉄は地球上に多量に存在する元素のひとつであり、地殻中の元素に占める割合（クラーク数）では O, Si, Al に次ぐ 4 位（4.7%）に位置する[42,43]。例えば、その他の金属元素で次点に位置する Ti の割合は 0.5%と少なく、それ以外はいずれも 0.1% 未満であり、鉄の存在量はずば抜けている。

この存在量をもって鉄の歴史的な優位性が説かれる場合もあるが[44]、同じく金属元素である Al は 7.6%とそれ以上に存在しており、単純な量のみで語ることはできない。鉄の持つもう一つの優位性は、酸化還元反応に対して適度な安定性を有するため、自然界での濃縮と、人工的な精錬による分離とがいずれも比較的容易であったことにある。自然界において濃縮しやすく、存在量が多いことから、採取しやすい場所に豊富に鉱石がある[43,45]。経済的に採掘可能な鉄の埋蔵量は約 800 億

ton (2005年時点)であり、次点のAlは約120億tonと他の金属元素を圧倒する。更に、酸化鉄からなる鉄鉱石から還元反応によって銑鉄を得る手段は、レンガ等の耐火物からなる炉で木炭(現在はコークス)によって加熱すればよく[46,47]、電気分解を要するAlや複雑な化学反応を通じて得られるTiなどと比べ、技術的に圧倒的に容易である[48,49]。

また、自然界に大量に存在し、かつ酸化・還元も用意であることから、地球上の生命体はその発生以来、絶え間なく多量の鉄イオンにさらされて進化・適応してきた。このため、鉄そのものによる人体への悪影響は小さく、「鉄中毒」のような症状が現れることは無い[50-52]。これは、鉛やすず[63]といった、精錬が比較的容易な他の金属元素と比べ、鉄が非常に優位な点である。

ここまで述べた通り、鉄は安価かつ多量に提供しうる無二の金属元素である。そして、その利用にあたって形状を整えることが容易であること[8,53,54]、強度や耐破壊特性のほかに熱や酸にもある程度耐えるなど優れた特性を複合して持つこと[48,52-55]、更に、利用時の鉄そのものによる健康被害[50-52]や、発火・有毒ガス発生・放射線等による間接的な悪影響を引き起こす懸念も他の金属元素[48]に比べて小さく、安全に用いることができる。

そのため、鉄は移動手段、動力、構造物の他にも、身近な各種生活用品や、歴史的には、各種武装として利用されている。これらの長を併せ持つ素材は他に見当たらず、代替が困難である。鉄の素材としての優位性は揺るがないと考えられる。

以上に示したように、鉄鋼材料は今日の社会においても基幹を成す材料であり、「鉄器時代」「鋼の時代」がいまだに続いている。よって、その改善は広く社会に利益をもたらす。続いて、鉄鋼材料の用途と社会からの要請について述べる。

1.2. 自動車用鋼板への社会的欲求

2018年の日本の粗鋼生産量は104百万tonであり、中国、インドに次いで世界3位に位置する(Fig. 1.2[29])。Fig. 1.4に日本での2018年4~9月における普通鋼の用途別受注実績を示す[56]。土木・建築向け、自動車向け、船舶向けの占める割合が大きく、それぞれ全体の33%、32%、13%を占める。この3つの用途で全体の約8割を占めており、次いで各種機械向けや容器向けの受注が多い。特に自動車向けの鋼材は、普通鋼のみならず、特殊鋼の用途別受注実績でも1/3を占めている[56]。

鋼材にはそれぞれの用途において、特性の改善、安定供給、コスト低減などが求められているが[44,57]、本論文では自動車向けの鋼材に対する社会的な要請に注目する。日本において、戦後の鉄鋼業は自動車製造業とともに発展している。Fig. 1.5に示す通り、国内の粗鋼生産量は自動車生産台

数と並行して増大している[38]。また、量のみならず、鋼材材質や溶接などの鋼材利用技術も、鉄鋼メーカーと自動車メーカーとの相互研鑽によって進歩してきた[24,38,57]。

自動車産業は、社会から環境負荷の低減を強く要請されている[58]。国内では、1960年代から大気汚染防止のための排気ガス規制が布かれていた。更に、1980年代から90年代にかけて、温室効果ガスによる地球温暖化が課題として認識されるようになると、自動車の走行中の二酸化炭素（温室効果ガス）の排出抑制、すなわち単位量の燃料での走行距離の長距離化（燃費の改善）が強く望まれるようになった。Fig. 1.6に国内の部門別二酸化炭素排出量を示す[59]。自動車および船舶からなる運輸部門は、直接および間接排出量ともに全体の約2割を占め、産業部門に次いで大きいことから、その二酸化炭素の排出抑制は急務である。

日本は、1997年に署名した京都議定書において、温室効果ガスの削減目標を1990年比で-6%と定め[60]、また、直近では、2015年に国連総会にて議決された「持続可能な開発目標 (SDGs: Sustainable Development Goals)」に定めるため、2030年度に温室効果ガスを-2013年度比で26%削減する方針を示している[61]。運輸省（現、国土交通省）による燃費基準の制定は、第二次オイルショックの起きた1979年に始まったが、温室効果ガスである二酸化炭素の排出量削減を目的に、1990年代に入って順次燃費基準が改定されるようになった[62]。Fig. 1.7に主要国における乗用車の燃費実績の経年変化と将来の目標値を示す[63]。各国ともに燃費改善に向けた意識は高く、いずれの国も2025年には2005年比でおおよそ倍の燃費を目標としている。国によって、目標とする燃費を達成できない車への対応は異なるが、日本では燃費優良な車を、その購入に要する税金を優遇する「エコカー減税」[64]の対象車とすることにより、実質的に燃費劣位な車にペナルティを課してその販売を抑制するなどしている。

このように、自動車の燃費を改善するよう、社会面および産業面からの強い要求がある。続いて、その実現手段について述べる。Fig. 1.8に国内のガソリン乗用車における燃費と車両重量との関係を示す[65]。回生エネルギーを活用するハイブリッド車は通常のガソリン車と比べて2/3～1/2倍の燃料で同距離を走行することが可能であり、燃費の改善にはパワートレイン（車の動力源および動力伝達装置）の効率化が非常に有効であることが分かる。一方、いずれの点群においても車両重量が軽くなるほど燃費が改善しており、重量が半分になれば走行可能な距離は倍増する。このことから、車両重量の軽量化も燃費改善への有効な手段と言える。近年は電気自動車も徐々に一般化しており、パワートレインの進化による燃費改善[66]が進んでいるが、Fig. 1.9に示す通り、例えば燃料電池車であっても車両の軽量化によって走行効率は大きく改善するように、車両の軽量化はパワートレインの進化と相乗して、大きく燃費を改善する手段となる[67]。

Fig. 1.10 に示す通り、一般的な自動車の車両重量の7割は鉄が占めている[68]。鉄鋼材料の用途に占める自動車の割合は高かったが (Fig. 1.4)、逆に自動車産業の側から見ても、鉄鋼材料は非常に重要な素材であることが分かる[39]。Fig. 1.10 では、今後、車体重量に占める鉄の割合は低下し、非鉄金属や樹脂の割合が増加すると推定されている。これは、鉄よりも比重の小さいアルミニウム合金や CFRP (carbon fiber reinforced plastic : 炭素繊維強化プラスチック) を利用する、いわゆる“マルチマテリアル化”が進むと想定することによる[69,70]。しかし、マルチマテリアル化が進行したとしても、依然として車両重量に占める鉄の割合は高い。これは、特性面の課題[71,72]のほか、鉄鋼材料と比べてアルミニウムなどの軽量材料の供給力が乏しいこと[29,30,33]、また、特性に優れたアルミ合金は高価であること[73]が原因であり、特に大衆車においては引き続きその重量の大部分を鉄が占める状態が続くとみられる[68,69]。このため、自動車の燃費向上に向けて、現在のところ鉄製である部品に対し、引き続き鉄を用いながら軽量化する手段が望まれている[66]。

続いて、自動車の車体における鉄鋼材料の使われ方について述べる。Fig. 1.11 に車両の重量に占める部品群ごとの割合を示す[70]。鉄鋼材料はこのうち「車体 (37%)」「シャシ (30%)」の大部分を占める[74]。Fig. 1.12 および Table 1.1 に、自動車の車体における鉄鋼材料の使用部位と[37,57]、鋼板の代表的な用途において要求される特性を示す[57,75]。鉄鋼材料は様々な部位に用いられているが、例えばドアなど外から見える部位には外観品位に加えて滑らかな形状を出すための張出成形性が求められ、一方でシャシに用いる鋼板には耐久強度 (耐疲労特性) が必要となるなど、部位に応じて要求特性が異なる。これらの部品を軽量化する最も単純で効果的な手法は、部品の形状をそのままに、使用する鋼材を薄くすることである。しかしながら、車体を構成するこれら部品には衝突時に乗員の安全を担保するための衝突安全性が求められる[76]。部品の板厚を薄くしては、それだけ各部品の破壊に要するエネルギーが低下することになり、衝突安全性の観点からは不利である。自動車の衝突安全性は、ちょうど燃費改善と同じく、1990年代から要求される基準が順次高まっている[38,77]。

この相反する2つの要求、「車体軽量化」と「衝突安全性向上」に対し、鉄鋼材料はその強度を高めることで対応した[78-80,233]。ここで用いられる高強度薄鋼板は、国内では「ハイテン (high tensile strength steel より)」、海外では「HSS (high strength steel)」と呼ばれ、様々な部品に適用されている。このため、Fig. 1.13 に示す通り、鉄鋼材料の国内生産量は1970年代から増減しない一方で、そこに占める高強度材の割合は漸増している[38]。

また、高強度材の割合だけでなく、その質も変化している。Fig. 1.14 に衝突安全性に特に寄与する骨格部の1部品 (center pillar) に適用される鋼板の強度の変遷を示す[38]。1990年代前半までは

引張強度 400MPa 未満の、JIS 規格[81]においてハイテンと分類される中でも比較的軟らかな鋼材の適用がほとんどであったが、20 世紀末から徐々に強度が上昇し、わずか 10 年余りでその強度が 2 倍近くに上昇したことが分かる。Fig. 1.15 に、1990 年以降における、乗用車の平均重量と燃費との関係の推移を示す[79]。日本では、1990 年代初期には車体重量が増加しているが、高強度材が適用され始めた 1990 年代末からは車体重量の増加は収まり、燃費の改善のみが進んでいることが分かる。この燃費向上は、パワートレインの改善に加え、衝突安全性の確保やハイブリッド化のためのバッテリー搭載などのために車体重量が増加しようとするところを、高強度鋼板を積極的に採用することによって重量の増加を相殺して性能の割に軽量な車体を実現しえたため、燃費が大きく向上したと考えられる。

このように、鉄鋼材料は自動車車体重量の大半を占めており、自動車に対する社会的なニーズである燃費改善と衝突安全性向上に対し、その強度を高めることで応えている。自動車から直接、間接に排出される温室効果ガスの更なる削減と、より安全な車体の追及とを進めるには、他の様々な技術開発と合わせて、鉄鋼材料をいかに高強度化していくかを検討し、実現することが求められる。

1.3. 複合組織鋼板を研究対象とする技術的意義

「鋼」とは鉄と炭素の合金である[54]。鉄-炭素合金の準安定平衡状態図 (Fe-Fe₃C 系) を、Fig. 1.16 に示す。鋼の炭素量は bcc (体心立方格子) 相であるフェライト (α) の最大固溶限 (0.02 mass%) が下限であり、fcc (面心立方格子) 相であるオーステナイト (γ) の最大固溶限 (2.18 mass%) が上限である。この炭素量の範囲における室温での安定相は、一貫してフェライトとセメンタイト (Fe₃C、 θ) である。しかしながら、鉄鋼材料においてはフェライトの形態や炭素の存在状態が大きく変化しうる[232]。Fig. 1.17 に共析点 (0.77 mass%) 以下の炭素を含む亜共析鋼で見られる代表的な光学顕微鏡組織を示す[82]。(a)はフェライト単相組織であり、炭素をほとんど含まない鋼で見られる組織である。(b)はオーステナイトから (フェライト+セメンタイト) への共析反応によって得られるパーライト組織であり、フェライトとセメンタイトが細かく層状に重なっている。(c)はマルテンサイト組織であり、オーステナイトを室温まで急冷することによって得られる。この組織では炭素はセメンタイトとならず、固溶状態のままフェライトに閉じ込められる。また、フェライトの結晶粒はラスと呼ばれる一方向に伸長した板状となり、その厚さは数 100 nm と非常に微細で、更に内部に多量の転位を含む[83]。(d)はベイナイト組織であり、オーステナイトからの相変態によってフェライトおよび/またはパーライトが得られる温度域とマルテンサイトが得られる温度域と

の間の温度域で得られる。ベイナイト組織を構成する相はパーライトと同様にフェライトとセメンタイトであるが、その形態が大きく異なり、マルテンサイトと同様にラス状のフェライトを主体とし、その境界や内部に微細なセメンタイトが含まれている[84]。

鋼の特性は、炭素の含有量に加え、合金元素の添加や熱処理によって変化する炭素の存在状態によって大きく変わる[53]。Fig. 1.18 に各組織の強度レベル[85]を示す。金属材料は「固溶強化」「転位強化」「細粒化強化」「析出強化」の4つの機構によって強化する (Table 1.2) [86,87]。鉄鋼材料を強化するには、これらの強化機構が効いた強い組織とすればよい。例えば、Fig. 1.17, 1.18 で示した4つの組織のうち、特にマルテンサイトは、先述した固溶している炭素が大きな固溶強化をもたらすため、高い強度を示す[83]。このマルテンサイトを得ることは容易であり、相応の炭素を含む鋼を加熱してオーステナイトとし、水等の冷媒によって急冷すれば得られる。このため、中世ドイツ[88]や日本[89]などの刃物においても、刃先にマルテンサイトが認められる。また、パーライトを伸線加工した、転位強化が大きく効いた組織も非常に高い強度を示し、高強度ワイヤー[90]として活用されている。

しかしながら、マルテンサイトや伸線加工したパーライトには、軟質なフェライトに比べて、見劣りする特性も多く、用途が限定される。例えば、自動車用の鋼板には成形性が必要となるが、これらの高強度組織は延性が劣位であり、自動車用部品に成形することは困難である。また、自動車用の鋼板には車体の生産性を高く維持するために良好な溶接性が求められるが、これらの高強度組織は溶接性を大幅に劣化させる炭素[91]を多量に含むことで強化されているため、強度と溶接性の両立が困難となる。他にも外観、耐食性など様々な特性が自動車用鋼板には求められるが、高強度とそれら特性とを両立することは簡単ではない。

ところで、先述の通り、日本刀は高強度のマルテンサイトを使用しているが、ただ硬いだけでは耐久性に乏しい刀となり、実用的では無い。そのため日本刀では、化学組成の異なる鋼と重ねあわせて鍛造したり、刀の中で冷速を変えたりすることにより、刀の部位に応じて高強度の部位と低強度で耐久性に優れる部位とを組み合わせ、実用性の高い品質を得ている[88]。このように、複数の特性を具備する材料を得るには、特性の異なるものを組み合わせることが効果的である。Table 1.2 に示した4つの強化機構の効き方が異なる部位 (組織) を組み合わせることによる「複合強化」である。

近年の鉄鋼材料においては、Fig. 1.17 に示した特性の異なる組織を、ミクロレベルで混在させた「複合組織 (multi-structure)」を実現することで、複数の特性に優れた鋼材を得ることが一般的に行われている[92]。代表的な鋼板における強度と延性との関係を Fig. 1.19[93]に示す。特に広く知られ、

活用されているのは DP (dual phase) 鋼である。DP 鋼とは軟質なフェライトと硬質なマルテンサイトとからなる複合組織を有する鋼材であり、フェライトに由来する高い延性と、マルテンサイトに由来する高強度とを合わせ持つ優れた材料である[94,95]。強度と成形性とを両立する目的から、DP 鋼以外では、マルテンサイトの一部を非平衡なオーステナイトとすることで更に延性を高めた TRIP (transformation induced plasticity) 鋼[96-98]が実用化されている。この他にも、ベイナイトを活用する CP (complex phase) 鋼[99]、焼戻マルテンサイトとオーステナイトからなる QP (quenching & partitioning) 鋼[100]など様々な複合組織鋼が考案されている。

複合組織鋼を活用するうえで重要な点は、これらの鋼のほぼ全てが熱力学的な平衡状態を使っておらず、熱処理の条件などを変えることによって構成する組織の割合 (組織分率) やそれぞれの組織の内部構造をある程度自由に變更することが出来ることにある。このため、同一の化学組成からであっても、マイクロ組織を変えることで、異なる特性を持った材料を作り分けることができる[101]。よって、目的に応じた材料設計を行う際には、組織分率や構成する個々の組織の性質が全体の特性にどう影響するかを理解し、適正に制御することが求められる。

しかしながら、様々な特性に対して、複合組織鋼の組織因子との関係は十分に明らかとなっていない。例えば、基本的な特性である強度-延性バランスでさえも、組織分率などの影響は十分に予測ができず、また、各因子の作用メカニズムは不明である[102]。この理由として、複合組織鋼の歴史がまだまだ浅く、基礎検討が十分に進んでいないことが挙げられる。Figs. 1.13, 14 で示すように、複合組織鋼を主体とする高強度鋼板の自動車への適用は 1990 年代後半からの足元四半世紀における出来事ではない[38]。最も広まっている DP 鋼であっても、本格的な採用からの歴史は浅く、日本鉄鋼協会での 1996 年の自動車用鋼板全体のレビューであってさえ、DP 鋼には全く触れられていない[103]。

このように、鋼板の高強度化は炭素の活用によって容易に達成できるが、広く高強度材料を利用するには強度以外の特性との兼ね合いが重要である。その有力な手段として、複合組織の活用が進んでいるが、組織分率などの因子と特性との関係や、作用メカニズムの検討は不十分である[102,104]。産業面からはこれらの知見は商品設計と品質管理に不可欠の知見である。また、複合組織化は、鉄鋼材料に限らず、他の素材でも活用されるべき技術[105,106]であり、鉄鋼材料において、その特性発現のメカニズムに迫ることは、材料科学全体の見地からも意義深い。

1.4. 高強度鋼板における脆性破壊

1.4.1. 脆性破壊の発生機構と延性脆性遷移

自動車用の鋼板には、構造体としての特性を満足するため、外観や意匠性を満足するため、そして、工業製品としての生産性を満足するため、多様な特性が要求される。先に示した Table 1.1 に自動車用鋼板に要求される主な特性をまとめた。様々な特性のうち、鋼板の複合組織による高強度化に対応する変化に関して最も検討が進んでいるのは延性であり、いまだ特性支配メカニズムは明確とは言えないものの、多くの検討が成されている[95,102,107]。

先述の通り、自動車用鋼板における高強度化の目的は「板厚を薄くすることによる軽量化」と「衝突時の破壊特性の向上」とを両立することにある。すなわち、板厚を減らすことによる衝突時の吸収エネルギーの低下を、高強度の材料を適用することで単位板厚当たりの吸収エネルギー（AE：absorbed energy）を高めることで補うことが高強度化を図る目的である[92,108,109,110]。一方、鋼材を高強度化すると、破壊時の吸収エネルギーが極端に低下する、いわゆる脆性破壊が起こることが一般に知られている[53,54,87,111]。このことから、不適当な高強度化では、本来の目的である衝突安全性が確保できないことも想定される[112,113]。

Fig. 1.20 に、様々な高強度鋼板における、衝突を模擬した圧潰試験での吸収エネルギーと鋼板の引張特性との関係を示す[113]。圧潰試験における吸収エネルギーは、鋼板の強度上昇に伴って向上する[110]ことが期待されるが、強度が非常に高い鋼板では、強度や引張特性とは必ずしも対応しない場合がある。圧潰試験は複雑な破壊現象を評価しており[114-118]、結果の変動の原因を1つの因子のみに求めることは困難であるが、材料の脆性破壊はその劣化の一因となる懸念がある[112,119,120]。

本稿は複合組織鋼の脆性破壊に注目し、特に高強度薄鋼板の延性脆性遷移（DBT：ductile to brittle transition）について研究を行う。そこで、以下に鉄鋼材料における脆性破壊に関する従来知見をまとめる。なお、「脆性」「脆性破壊」あるいは「脆性破面」といった言葉の定義は、特に鉄鋼材料においては判然とせず、話者によって異なる[121-126]。本稿における「脆性」は「期待される吸収エネルギーを要せずに、極めて小さなエネルギーを受けて破壊する現象」とする[121,122]。本稿におけるこれらの用語の定義は、末尾の Appendix 1 に別途まとめる。

鉄鋼材料における脆性破壊の研究は、第二次大戦後に米国で戦時標準船の事故が立て続けに起きたことを端緒として、材料力学と金属材料学の両面から本格的に進められた[127,128]。材料力学の面では破壊力学と呼称される分野が確立され、欠陥の存在と応力集中が鋼材の脆性破壊を引き起こす主要な因子であることが知られるようになった。一方、材料面ではシャルピー衝撃試験（Charpy

impact test) 等による靱性特性値の評価[127,129]と、破面観察により得られる破壊起点および破壊の伝播挙動の情報[130,131]から、知見の体系化が進んだ。

鉄鋼材料において脆性破壊を引き起こす現象としては、上記の戦時標準船の事故原因である、低温脆化がよく知られる。また、脆性破壊の定義によっては、低温脆化の他に、水素脆化、(金属) 疲労、応力腐食割れ、クリーブ脆化などが含まれる。いずれも鋼材の用途によって大きな課題となる現象であるが、これらのうち、上述の自動車用鋼板における衝突時の破壊と定性的に対応する破壊現象は低温脆化である。低温脆化は温度の低下に伴って転位の易動度が低減することで起こるが、衝突による高速変形では変形速度が大きく、単位変形あたりの転位の移動時間が制限されるため、転位の易動度が低下した場合と類似する現象が起こると考えられる。

破壊の起こりやすさが転位の運動によって変化するメカニズムは、以下のように説明される[132,236]。均質な材料における破壊は応力の集中部、例えば、き裂先端において発生する。系全体に印加される応力の上昇につれて応力集中部の応力は高まり、その応力によるき裂進展力が破壊によって新たに生じる表面のエネルギーを超えると破壊が進展する。この際、き裂先端に転位が発生すると応力集中が緩和される。Higashida ら[133,134]は、き裂を開口する方向に引張応力をかけた際にき裂先端から生成された転位がき裂周辺に発生させるき裂面に垂直な法線応力の分布を計算した (Fig. 1.21)。これによれば、「引張」応力をかけて発生した転位の内部応力場によってき裂先端には「圧縮」の応力集中が発生している。この、転位が応力集中を遮る「転位遮蔽効果 (crack-tip shielding by dislocation)」によって、転位はき裂先端における破壊の伝播を抑制する。

この微小き裂からの破壊の伝播と転位遮蔽効果との競合を、Fig. 1.22 に示す、縦軸を応力拡大係数 ($K_I = \sigma_0 \cdot (2\pi a)^{1/2} \cdot F$ (σ_0 , a , F はそれぞれ外力、き裂長さ、形状因子)) [135]、横軸を印加応力とする Fig. 1.22 のグラフで整理する[133]。印加する応力の増大に伴い、見かけの応力拡大係数は図中の点、 $O \rightarrow D \rightarrow B$ の順に増大する。しかしながら、先述のとおり転位遮蔽効果を考慮した局所応力拡大係数 k_I は転位が容易に運動する系であれば、 O から A のように、転位の発生に合わせて低下するため、 O から徐々に上昇することになる。 k_I が上昇し、き裂進展力が新生面の表面エネルギーを上回るようになる Griffiths レベルを超えると、き裂が進展して破壊が起こる。この整理は、材料において塑性変形、すなわち転位の発生と移動、が進みやすければ材料が破壊しづらくすることを示す。温度が低く、転位が運動しづらい条件では、外力に対して k_I が上昇しやすくなり、 O から C のように、より小さい印加応力で破壊の条件を満たすようになる。

ここで、先述した鉄鋼材料の高強度化はすなわち塑性変形を進みづらくすることに他ならず、温度低下と同様に、定性的には材料の破壊を助長すると考えられる。以上の観点から、高強度鋼板に

において低温脆化の挙動を把握し、改善方案を考えることは重要である。

Fig. 1.23 に、鉄鋼材料における破壊現象の支配因子を整理する[136]。ここまで述べたように、破壊はき裂などの先端に応力が集中し、その応力が材料の破壊に対する耐力を超えた場合に起こる。応力集中の度合いは、その起源となるき裂などの欠陥の性質（例えば、き裂長さなど）と、そこにかかる印加応力によって決まる[132]。材料の耐力は、破壊の発生と伝播に対する耐力に大別される[137]。そして、それらの影響度合いは、温度などの環境因子によって大きく変化する。破壊を抑制するため、Fig. 1.23 に制御範囲として示す領域において様々な対策を取ることができる。その最適解は、生産対象や利用可能なリソース等によって、ケース・バイ・ケースで判断されるものである。よって、学術的には、個々の因子と現象との関係を理解し、その判断の根拠を整備することが重要である。本研究では、鉄鋼材料の高強度化に伴う破壊特性の変化に注目し、高強度化を支配するミクロ組織因子と破壊との関係に注目する。

Fig. 1.24 に、鉄鋼材料における典型的な低温脆化挙動として、シャルピー衝撃試験での吸収エネルギーの試験温度に伴う変化の模式図を示す[125,129]。試験温度が高いと破壊に伴う吸収エネルギーが大きい、試験温度が低いと吸収エネルギーが極端に低下する脆性破壊を起こす。吸収エネルギーはそれぞれのエネルギー順位で安定する。高い吸収エネルギーで安定する温度域を **upper shelf** (US、上部棚)、極めて低い吸収エネルギーで安定する温度域を **lower shelf** (LS、下部棚) と呼ぶ。両者の間の温度域では、一般に吸収エネルギーは連続して変化しており、遷移温度域と呼ばれ、特に吸収エネルギーが両者の中間値となる延性脆性遷移温度 (ductile-to-brittle transition temperature, DBTT, T_{db}) を指標として評価する。

破壊特性の制御には、破壊がどこでどのように発生し、進展したかを知ることが必要である。その情報は破面、すなわち破壊によって形成された新生面、から得ることができる[130,131]。US における破面は、ボイドが形成、成長してなるディンプル (dimple) と呼ばれる微小なくぼみがほぼ全面を覆ったものである。このような破面は、一般的に、「延性破面」と呼ばれる。一方、lower shelf における破面は、ディンプルの存在しない、平坦な面によって覆われる。この平坦な面は、一般的に、「脆性破面」と呼ばれ、主にへき開破面と粒界破面からなる。Fig. 1.25 に、遷移温度域で破壊したシャルピー衝撃試験片の破面写真および模式図を示す[138]。遷移温度域における破面では延性破面と脆性破面が共存し、破面の中央部は脆性破面、周縁部は延性破面となる。この脆性破面が破面全体に占める割合を脆性破面率 (crystallinity) と呼ぶ。Fig. 1.26 に示すように、upper shelf から lower shelf へと吸収エネルギーが変化する際、脆性破面率は 0% から 100% へと上昇する[125,129]。このように、正常とされる延性破壊を起こす材料が、ある条件に伴ってその破壊モードを大きく変化させ、

破壊に伴う吸収エネルギーが大きく低下し、極めて低いエネルギーで破壊に至るようになる変化を、延性脆性遷移と呼ぶ。延性脆性遷移挙動の指標としては、吸収エネルギーから求める延性脆性遷移温度（DBTT）と同様に、脆性破面率が 50%となる温度である破面遷移温度（fracture appearance transition temperature, FATT）も用いられる。Fig. 1.26 に示すように、吸収エネルギーと破面の遷移挙動は対応しており[139,140]、延性脆性遷移温度と破面遷移温度は基本的には一致するとされる。

鉄鋼材料におけるマイクロ組織と延性脆性遷移との関係は様々な切り口で検討がなされている。フェライト相を主体とする鉄鋼材料について、lower shelf における破壊挙動は次のように説明される[141-143]。Fig. 1.27(a)のように、多結晶のフェライトに破壊しやすい相として微量のセメンタイトが含まれる材料を考える。このような組織が応力のかかったき裂やノッチの直下にあつて、応力集中が発生すると、①まずは破壊しやすいセメンタイトにおいて破壊が発生し、②続いてセメンタイトと隣接するフェライト粒に割れは伝播する。この時、フェライト粒では、新生面の形成エネルギーが最も小さく容易に破壊が進展する{001}面[144]において、原子の結合を直接切って破壊が進展するへき開破壊（cleavage fracture）が進行する。

へき開破壊はフェライトの{001}面上を進み、フェライトの結晶方位が変化するフェライト粒界に到達する。粒界では、フェライト粒同士の結晶方位および粒界面との関係によって、き裂の動向は変化する[130,142,143,145,146]。粒界が小角粒界であった場合は、き裂は連続して進展する。この際、粒界が傾角粒界であれば（Fig. 1.28(a)）、粒界面における{001}面トレースが一致し、さらに伝播方向が近いことから、へき開き裂は粒界を越えて容易に伝播することができる。一方、ねじれ粒界においては（Fig. 1.28(b)）、き裂の進展方向は近いが、粒界において互いのフェライト粒の{001}面トレースが一致しないため、らせん転位列が発生して隣接粒のへき開面上にステップが形成され、複数の並行で従属するき裂として伝播する。き裂が到達した粒界が、結晶方位差の大きな大角粒界で、互いの{001}面が合致しない場合、き裂進展は粒界面でいったん停止する。停止したき裂の先端には、新たに局所的な応力集中が発生するため、これが破壊の閾値を超えると隣接フェライト粒に方位が異なる新たなき裂が発生し、破壊が伝播する。

このようにして、Fig. 1.27(a)(b)のように、③き裂はフェライト粒界を越えて伝播していく。き裂は複数の箇所から発生し、あるいは、途中で枝分かれして複数の経路で進展する。そのうち1つのき裂が大きく進展すると、周辺のき裂では応力集中が解放され、フェライト粒界にぶつかったまま、それ以上進展せずに停止する。マクロに破壊した鋼材では、Fig. 1.27(c)のように、初期の応力集中部（図中ではノッチ底近傍）から発生して進展した1つのき裂が伝播し、材料全体を貫く最終的な破壊となり、そのき裂は破面（fracture surface）として観察される。また、その周辺には伝播の途中

で停止した多数のき裂、二次き裂（microcrack, secondary crack）が観察される。

上述のとおり、破壊現象は発生挙動と伝播挙動とに分けて捉えられ、マイクロ組織との関係はそのそれぞれの過程に対する影響として理解される。Fig. 1.27 では、破壊の発生する起点をセメンタイト、伝播挙動をへき開破壊として提示したが、これらは材料と試験条件によって様々に変化する。鉄鋼材料では、例えば、セメンタイトの他に硫化物[147,148]や酸化物[149,150]などの粗大な介在物や「MA（martensite austenite constituent）」と呼ばれる硬質な組織[151,152]が lower shelf における破壊の起点となることが知られている。また、破壊の伝播も、フェライト粒内の{001}面におけるへき開破壊の他に、フェライト粒界や母相オーステナイト粒界が剥離する粒界割れ[153,154]が知られており、あるいは、{001}面以外の面で破壊が伝播する例[155,156]も報告されている。

1.4.2. ミクロ組織因子による延性脆性遷移挙動の変化

複合組織鋼におけるマイクロ組織と延性脆性遷移との関係について述べる前に、まずは単純なフェライト単相鋼および炭素量0.15 wt%以下のフェライト+パーライト組織からなる低炭素鋼における、マイクロ組織と延性脆性遷移挙動の関係についての代表的な従来知見を、強化機構（Table 1.2）ごとに整理し、Table 1.3 にまとめる。

固溶元素の添加は強度を高める有効な手段である[157,158]。しかしながら、ほとんどの元素はその添加量の上昇によって鉄鋼材料を脆化させ、強度の上昇とともに延性脆性遷移温度が上昇してしまう[159-163]。Niのみは、その添加によって強度を上昇させつつ、延性脆性遷移温度を同時に低下させる優れた性質を示す[164]。これは、Ni添加によって室温での強度は上昇するが、一方で低温環境下では強度が低下する固溶軟化現象が起これ、そのために低温での塑性変形が促進されることで遷移温度が低下するものである[164,165]。

加工により転位密度が上昇すると、それ以降の転位の運動が妨げられるため、強度が上昇する加工硬化が起こる[86]。加工による靱性への影響には、強度上昇に伴って脆化する[166]とする報告と、強度は上昇するが靱性への影響は小さい[167]とする報告とがある。Tanaka ら[168]は ARB（accumulative roll-bonding）法を用いて加工したフェライト単相鋼において、加工によって延性脆性遷移温度が低下することを示した。彼らは、分子動力学シミュレーションの結果を基に、この延性脆性遷移温度の低下は加工によって転位源が増加したことによって起こったと推定している。このように、加工による延性脆性遷移挙動への影響は正負いずれも報告がなされており、結論が出ていない。

結晶粒界は転位の移動の障壁として働くため、その密度を高めることで強度を高めることができる。粒界の密度は結晶粒径を細かくすることで高まることから、この強化機構は細粒化強化と呼ばれる[87]。(粒界強化 (grain boundary strengthening) [87]とも呼ばれるが、粒界剥離の発生や粒界での破壊の伝播を抑制することも「粒界強化 (grain boundary reinforced) [169]」と呼ばれるため、本稿では混乱を避けて「細粒化強化」を採用する。) フェライトの細粒化による強化は韌性と相性の良い強化機構であり、粒径の微細化とともに強度が上昇しつつ、延性脆性遷移温度は変わらないか、むしろ低下することが知られている[170-175]。一方、低炭素鋼ではフェライト粒径の微細化に伴って粒界にあるセメンタイトのサイズも変化するため、延性脆性遷移温度の低下は破壊起点であるセメンタイトの微細化による可能性も指摘されている[141,176-178]。なお、筆者の検討では、Appendix 2 に示す通り、全くセメンタイトの含まれないフェライト単相鋼であっても、粒径の微細化によって延性脆性遷移温度が低下する。よって、低炭素鋼における検討では破壊起点の微細化による効果も重畳している可能性はあるが、結晶粒径の微細化そのものによる韌性の改善効果はあると言える。

鉄鋼材料では、粒子分散強化として、Nb, Ti, V などの微量添加元素が形成する微細な炭窒化物による析出強化が広く用いられている[179,180]。これらの析出物は強度を高めるが、同時に延性脆性遷移温度を上昇させることがある[181,182]。但し、これらの微量添加元素は相変態や再結晶における結晶粒の成長を抑制するため[183,184]、フェライト等の主体となる組織を微細化することで延性脆性遷移温度を押し下げる効果も期待される。実際、適正な条件を選ぶことによって、微細析出物による強化を得つつ延性脆性遷移温度を上げずに強靱な鋼材が得られることが、複数報告されている[182,185,186]。

以上、4つの強化機構と延性脆性遷移挙動との関係について、従来知見を述べた。Ni 添加および粒径微細化が強度と韌性の両立を図る手段として好適であり、転位強化にも韌性を改善する可能性があることが分かる。特に、粒径微細化は加工熱処理によって比較的容易に起こすことができるため[188]、粒径微細化は超高強度・高韌性材料の実現手段として期待されている[189]。

しかしながら、細粒化強化を過度に活用した高強度化は延性の著しい劣化を引き起こす[190,191]。転位強化も同じく延性を著しく損ない、また、Ni による固溶強化では数 100 MPa もの大きな強化を得ることはできない[157,158,164,165]。このように、個々の強化機構に対する延性脆性遷移挙動の変化は様々に検討されているが、強度と延性を両立しつつ韌性を併せ持つ手段を提供することはできない。

そこで、強度と延性を両立する手段である複合組織化を用い、そのうえで韌性を保つ手段を考える。Table 1.4 に様々な複合組織鋼における延性脆性遷移挙動におよぼすマイクロ組織因子の影響につ

いて、代表的な従来知見をまとめる。複合組織として、検討事例の多い DP 組織（フェライト+硬質組織）、焼戻マルテンサイト主体組織（ラス状フェライト+セメンタイト（+残留オーステナイト））、溶接熱影響部（HAZ : heat affected zone）に相当する組織、二相ステンレス（フェライト+オーステナイト）を採り上げた。なお、HAZ 組織は、フェライト、パーライト、ベイナイト、MA などからなる複合組織である。マイクロ組織因子として、延性を支配する加工硬化特性への影響が強い因子である、構成組織の特性、分率、サイズ、そして形態・配置を採り上げ、それぞれの影響について知見を整理した[102]。

複合組織鋼においてもマイクロ組織と DBT 挙動との関係について多数の検討がなされている。その中には、焼戻処理による硬質組織の軟質化のように、DP 組織[192,194]および HAZ 組織[206]と、複数の系統の材料において共通して延性脆性遷移温度を下げるものがある。組織サイズの微細化も、DP 組織[196]、焼戻マルテンサイト主体組織[203-205]、および HAZ 組織[210,211]において、靱性を改善する効果が得られる。

ところが、硬質組織分率の増加による影響を見ると、フェライト+パーライト組織[195]では延性脆性遷移温度を上げるが、フェライト+マルテンサイト組織[192,193]では逆に低下させるように、似たような組織であっても全く異なる結果となる因子もある。複合組織鋼は単一の組織からなる鋼と比べて変動する因子が多く、個別に因子を制御することが難しい。フェライト+マルテンサイト組織の場合、マルテンサイト分率の増加とともにマルテンサイト中の固溶炭素が減少し、破壊しづらくなったために延性脆性遷移温度が改善したと推定できる。一方で、フェライト+パーライト組織において、パーライト分率の増加がどのように破壊を助長するのかは不明である。

優れた強度-延性バランスを示す DP 組織における検討として、上記の他に、例えば、Sami ら[197]は、Nb および V を含むラインパイプ用 DP 鋼において、熱処理によってマルテンサイトの形態および配置を大きく変化させ、マルテンサイトがマクロな Mn 偏析に沿って縞状組織を作った場合に延性脆性遷移温度が大きく上昇することを示している。また、Kunio ら[198,199]は、炭素量を 0.09 から 0.25 wt%の間で振った低 Si 低 Mn の単純組成鋼において、更に熱処理条件を変化させることで、塊状のフェライトを主体としてマルテンサイトの分率・形態が変化する多様な DP 組織を作成し、その引張破壊時の延性脆性遷移挙動を調べた。その結果、DP 組織の破壊特性には硬質組織の強度、サイズ、そして硬質組織の連結性の有無（配置）による影響があると報告している。彼らは、フェライトでのへき開割れの起こりやすさが、フェライトにおける塑性変形に対する硬質組織からの力学的拘束の強さに依存すると考えており、これらの組織因子がその拘束強さを決めているとしている。

しかしながら、先述の通り、複合組織鋼における各種特性の発現メカニズムや支配因子は必ずしも明確でない。それは延性脆性遷移挙動についても同様であり、Table 1.4 に示した通り多数の実験は為されているものの、その破壊挙動を包括的に評価する事例は少ないことが原因である。本研究では複合組織鋼、特に高強度薄鋼板における延性脆性遷移挙動に着目し、その様相とマイクロ組織との関係を明らかにすることを大きな目的とする。

1.5. 高強度薄鋼板における二段階延性脆性遷移挙動

本研究の目的の詳細を述べるのに先立ち、Fig. 1.29 にシャルピー衝撃試験で得られる高強度薄鋼板の吸収エネルギーの遷移挙動を示す。供試材は試験室で製造した複合組織を有する薄鋼板であり、最大引張強度 (TS) は 975 MPa、板厚は 1.4 mm である。試験には、板厚方向に 7 枚積層してボルトで締結したのちに 2 mm V ノッチを付与した、Fig. 1.30 に示す積層シャルピー試験片[119,219-221]を用いた。試験は室温 (297 K) から始まり、273 K から 113 K までの区間の 20 K ごとの各温度と、更に 77 K において、それぞれ 6 回ずつの評価を行った。供試材の吸収エネルギーは、室温 (297 K) から 253 K にかけて低下するが、253 K からは安定し、温度低下に伴う大きな低下は見られなくなる。この遷移挙動からは、253 K 以下の温度域は LS であり、そこまでの吸収エネルギーの低下が延性脆性遷移であるように見える。

ここで、253 K 以下の温度域における吸収エネルギーの挙動を注意深く確認すると、213 K から 173 K にかけて、各温度における吸収エネルギーの振れ幅が僅かに大きくなり、かつ、その間に吸収エネルギーが漸減していることが分かる。そして、153 K 以下では再び吸収エネルギーは極めて低位で安定する。従来の鉄鋼材料の延性脆性遷移に関する理解では、Fig. 1.29 に示した吸収エネルギーの遷移は、Fig. 1.31 に示すように、(a) 室温から 253 K にかけての遷移域と 253 K 以下の LS、あるいは、(b) 室温から 153 K までの遷移域と 153 K 以下の LS、と解される。前者では LS での吸収エネルギーの漸減は、へき開破壊の発生および伝播に要するエネルギーが温度低下に伴って小さくなることによる、と捉えることができる。後者では、253~213 K における吸収エネルギーの停留は試験結果のばらつきによる誤認と捉え、室温から 153 K まで連続して吸収エネルギーが低下する遷移曲線を描くことができる[222]。

しかしながら、Fig. 1.29 に示す吸収エネルギーの変化を素直に捉えれば、Fig. 1.31 (c)のように、室温から 253 K にかけての遷移域、253 K から 213 K にかけての吸収エネルギーが一旦 120 kJ/m² 前後で安定する領域、213 K から 153 K までの 2 つ目の遷移域、そして、153 K 以下の吸収エネルギー

が 50 kJ/m²前後で安定する領域、と見なすこともできる。すなわち、この供試材における延性脆性遷移は、単調な upper shelf から lower shelf への遷移ではなく、upper shelf から lower shelf への遷移が二段階に分かれて進行し、2つの遷移域の間には吸収エネルギーが upper shelf と lower shelf との間で一度安定になる“middle shelf (MS, 中間棚)” [223,224]と呼ぶべき温度域があるように見える。

筆者は、複合組織を有する高強度薄鋼板において、更に実験を続けた。その結果、6種類の、組織構成や強度の異なる複合組織鋼板において、Appendix 3にて詳述する通り、吸収エネルギーが温度の低下に伴って二段階で低下するように見える結果が得られた。特に明瞭に二段階での遷移が認められた例を Fig. 1.32 に示す。この結果では、213 K から 133 K にかけて吸収エネルギーが安定しているが、そこで試験片が示す破面(b)は平坦であった。破面のうち、シェブロンパターン[223]が認められる領域を詳細に観察したところ、ディンプルのほとんど認められない、脆性破面に分類される平坦な面[130,131]に覆われていることが分かった。一方で、ここでの吸収エネルギーは lower shelf よりも明らかに高く、Fig. 1.26 で示した、破面の遷移挙動と吸収エネルギーの遷移挙動が対応するとされる一般的なシャルピー衝撃試験結果の理解とは乖離するものであった。

以上の経緯から、筆者はこの現象を“二段階延性脆性遷移 (two-step ductile to brittle transition)” [224]として注目し、複合組織を有する高強度薄鋼板におけるこの現象の発現について調べることにした。

Sirithanakorn ら[224,225]は、5.5 mm 径の鋼線から 1.2 mm×0.8 mm×20 mm の小片を切り出してノッチを付与した試験片を用いた衝撃試験により、Fig. 1.33 に示すように吸収エネルギーが二段階で遷移して延性脆性遷移が起こることを報告している。ここで用いられている鋼線はパーライトのみからなるマイクロ組織からなっている。

更に、Sirithanakorn らは、衝撃を与えるクロスヘッドのスピードを振り、それに伴う2つの遷移が現れる温度の変化を評価することで、それぞれの遷移の活性化エネルギー[135,168]を求めた。その結果、Fig. 1.33 で 130 K にある低温側の遷移における活性化エネルギーは 0.16 eV であり、これはフェライト単相鋼における延性脆性遷移の活性化エネルギーとして報告されている 0.25 eV (Fe-0.02 mass%C-0.35 mass%Mn[168])、0.21 eV (Fe-0.01 mass%C[226])、そして 0.13 eV (低炭素鋼[224]) といった値に近い。このことから、Sirithanakorn らは、低温側の遷移はフェライトの破壊によって支配される現象であると考えている。

一方、Fig. 1.33 で 270 K にある高温側の遷移の活性化エネルギーは 0.78 eV であり、低温側の遷移およびフェライト単相鋼における延性脆性遷移の活性化エネルギーの値とは全く異なる。よって、Sirithanakorn らは、高温側の遷移はフェライトの破壊とは別の因子によって支配されていると考え、破壊後の試験片を詳細に観察し、upper shelf における破壊ではパーライトの内部のセメントタイトが

変形していることを見出した。Sirithanakorn らは、この観察結果より、高温側の遷移はセメンタイトの変形が起こるかどうかによって支配されると推定している。すなわち、パーライトには特性の異なる複数の相（フェライトおよびセメンタイト）が含まれ、それによって二段階延性脆性遷移が起こると考えている。

この他に、二段階延性脆性遷移の報告事例は、Table 1.3, 1.4 に整理した延性脆性遷移挙動に関する従来の知見などを整理するために行った論文サーベイでは見出すことができなかった。僅かに、Harris ら[227,228]が、中炭素鋼において、シャルピー衝撃試験での試験片への投入エネルギーを小さくすることによって吸収エネルギーの遷移挙動が不連続になることを報告しているが (Fig. 1.34)、マイクロ組織との関係や、破壊現象とのつながりは不明である。また、例えば Fig. 1.35[215]に示すように、二段階での遷移とは明言されないが、論文中に提示されているグラフにおいて、吸収エネルギーが温度に対して二段階で遷移しているように見える例[175,194,215,216,219,229]は散見される。

1.6. 本研究の目的および論文の構成

本章では、鉄鋼材料の特に自動車用鋼材の改善に対する社会的要請、複合組織鋼板の特性について研究する技術的意義、そして高強度鋼の衝撃破壊についての従来知見について述べた。

鉄は優れた性質を持つ元素であり、人類が生活するうえで欠かせない材料である。鉄鋼材料は多様な用途に用いられているが、自動車用鋼材は特に重要な用途の一つである。自動車用鋼材には部品形状を作りこむための成形性が必要である。更に、自動車からの二酸化炭素の排出量抑制に寄与するための軽量化と、衝突安全性とを両立するために、高強度化も求められている。高強度化と成形性の両立には、特性の異なる組織を組み合わせた複合組織の採用が効果的である。但し、車体衝突時の破壊挙動は強度のみでは決まらず、靱性、すなわち延性脆性遷移挙動を考慮する必要がある。鉄鋼の延性脆性遷移挙動に与えるマイクロ組織因子の影響は様々な観点から検討されているが、複合組織鋼においては系統だった知見は得られていない。

このような視点から、複合組織を有する高強度薄鋼板のシャルピー衝撃試験を行ったところ、吸収エネルギーが試験温度の低下に伴って二段階で低下する、二段階延性脆性遷移が発現した。この現象の類例はほとんど報告されておらず、発現条件やマイクロ組織因子との関係は不明である。

Table 1.5 に、複合組織鋼における二段階延性脆性遷移に関する疑問をまとめる。疑問は4つの枠に分けて整理した。「A. 現象の全体観」の枠は、本章 1.4.1 に対応する疑問である。この現象が研究に値するものであるか(A1)、ここまでに紹介した限りの狭い範囲で起こる事象ではないのか(A2)、

を確認したうえで、この現象の発現条件 (A3)、そして、どのような機構で破壊が起きているか (A4、A5) を明らかにする必要がある。

「B. 複合組織鋼の組織因子による影響」の枠は、本章 1.4.2 に対応する疑問である。複合組織鋼の機械特性に大きく影響するであろう因子として、構成組織の特性 (B1)、分率 (B2)、サイズ (B3)、形態・配置 (B4) や予ひずみなどのその他の因子 (B5) による影響を、系統的に明らかにすることが望まれる。

「C. 試験条件の影響」では応力集中度合い (C1) とひずみ速度 (C2) の影響を考える必要がある。1.4.1 で述べたように、破壊現象の理解には応力集中の度合いと転位運動との関係を考えることが必要である。入力条件としてこれらを変えた場合の影響を知ることによって、破壊現象の理解が深まると期待される。

「D. その他」として、2つの重要な課題を挙げる。1つ目は、二段階延性脆性遷移と他の破壊現象との関係 (D1) である。低温脆化に関する破壊は、それ以外の疲労破壊や水素脆化破壊などは一般に区別して理解される[230]。しかしながら、いずれの破壊も転位の移動や応力の発生など、現象の素過程として考えるべきポイントは共通である。よって、二段階延性脆性遷移に関する破壊と他の破壊との共通項や相違点を理解することは、それら現象の理解を深めるうえで重要である。

また、シャルピー衝撃試験における破壊現象が実際に材料を使う上でも重要とは限らない (D2)。衝撃試験における試験条件は実際の自動車およびその内部の部品が衝突して破壊する際の様態とは大きく異なる。シャルピー衝撃試験に限らないが、評価試験で現れた現象が実際の衝突とどのように対応するか、しないのかを見極め、試験結果に対して適正に配慮する必要がある。

先述の通り、二段階延性脆性遷移は類例の報告がほぼ無い現象であり、本研究で Table 1.5 に挙げた疑問のすべてに一挙に答えることはできない。本研究では、この疑問群のうち、特に現象を理解するうえで重要な A1~5 の課題に優先して取り組んだ。また、その検討過程で、併せて回答しうるミクロ組織との関係 (B1、B2) についても報告する。その他の疑問には、本研究では実験を伴う検討は行わないが、B3、C1、C2、D1 の課題には文献を基に考察を加えた。

本論文の第2章以降の構成は以下の通りである。各章で扱う項目は Table 1.5 にも記載する。各章で引用した参考文献は、各章末に一覧を付記する

第2章では、フェライト+パーライト鋼を用い、サブサイズシャルピー試験片によるシャルピー衝撃試験において、二段階延性脆性遷移が発現するかどうかを確かめる。また、破面観察を行って、破面率と吸収エネルギーの関係を通じて同現象の特徴を示し、破壊の発生メカニズムを考察する。

第3章では、第2章で用いたフェライト+パーライト鋼の破面直下のマイクロ組織を詳細に観察する。middle shelf および lower shelf のそれぞれで破壊した試験片において、破面および破面直下における二次き裂のトレース解析を行い、破壊の進展する面指数を同定し、破壊の伝播メカニズムを考察する。

第4章では、フェライト+パーライト鋼のパーライト分率を添加炭素量によって0~21%の範囲で振り、延性脆性遷移挙動への影響を評価した。炭素量の最小添加量はフェライト中への固溶量に抑えてフェライト単相鋼を作成し、フェライト+パーライト鋼と延性脆性遷移挙動を比較することにより、二段階延性脆性遷移挙動に対する複合組織化の影響を確認することができる。

第5章では、硬質組織をパーライトからMA（マルテンサイト+残留オーステナイト）に変え、更にその分率も変えることによって、延性脆性遷移挙動への影響を評価した。破壊の起点となる硬質組織の特性を大きく変化させることで破壊の発生メカニズムの、分率を変化させることで伝播メカニズムの考察を深めることができる。

第6章では、2~5章で示した結果および考察を基に、参考文献との比較も行って、Table 1.5 に示した疑問に対する回答をまとめ、本研究における結論とする。

また、本研究において重要な内容ではあるが、本文中に入れると煩雑となる項目を、7つのAppendixとして独立させ、末尾に示す。Appendix 1では「脆性破壊」の定義を確認しており、本研究全体に関係する。Appendix 2,3はここまで述べた第1章に関する実験事例である。Appendix 4~6は第3,5章で述べるトレース解析の解析手法とその精度検証に関する内容である。そして、Appendix 7は第4章での実験について、パーライトの分率を振った供試材の妥当性を検証する。Appendix 8では、第2章以降の考察に用いる定性的な破壊発生モデルについて、基としたモデルと実際の破壊現象との関係、並びにその複合組織への拡張について述べ、Appendix 9では、その定量的な確かさを様々な文献値を用いて考察する。

参考文献（1章）

1. 窪田蔵郎：鉄の文明史, 雄山閣, 1991, 11
2. 日本鉄鋼協会：ふえらむ, 4, 1999, 808
3. 倉野憲司（校注）：古事記, 岩波文庫, 改版, 岩波書店, 1963, 39
4. 村上恭通：ふえらむ, 22, 2017, 681

5. 大村幸弘：鉄を生みだした帝国 ヒッタイト発掘, 日本放送出版協会, 1981, 1
6. 佐々木稔：鉄の時代史, 雄山閣, 2008, 1
7. サイモン・アングリム, フィリス・G・ジェスティス, ロブ・S・ライス, スコット・M・ラッシュ, ジョン・セラーティ：戦闘技術の歴史1 古代編, 松原俊文監修, 天野淑子訳, 創元社, 2008, 14
8. 高平鳴海, 福地貴子：図解 防具の歴史, 新紀元社, 2018, 12
9. 村上良丸：土木学会論文集, 371, 1986, 9
10. アーノルド・パーシー：世界文明における技術の千年史 — 「生存の技術」との対話に向けて (原題：TECHNOLOGY IN WORLD CIVILIZATION A Thousand-Year History), 林武監訳, 東玲子訳, 新評論, 2001, 20
11. 藤尾慎一郎：国立歴史民俗博物館研究報告, 185, 2014, 155
12. 北田正弘：日本刀の材料科学, 雄山閣, 2017, 14
13. 田辺昭三：日本生活文化史 第一巻 日本的生活の母胎, 坪井清足ら(編), 河出書房新社, 1975, 61
14. 松木武彦：全集 日本の歴史 第1巻 列島創世記, 小学館, 2007, 245
15. J.M. Diamond：銃・病原菌・鉄 一万三〇〇〇年にわたる人類史の謎 (下巻) (原題：GUNS, GERMS, AND STEEL The Fates of Human Societies), 倉骨彰訳, 草思社, 2000, 47 および 221
16. 畑明郎：金属産業の技術と公害、第三版, アグネ技術センター, 1999, 42 および 103
17. 竹谷仁宏：ふえらむ, 4, 1999, 820
18. アーノルド・パーシー：世界文明における技術の千年史 — 「生存の技術」との対話に向けて (原題：TECHNOLOGY IN WORLD CIVILIZATION A Thousand-Year History), 林武監訳, 東玲子訳, 新評論, 2001, 179
19. 清水健次：ふえらむ, 4, 1999, 843
20. T. Carter：Materials World 20, 7, 2012, 40
21. 三井渉, 太記祐一：カラー版 建築と都市の歴史, 井上書院, 2013, 255
22. 川北稔：新版 世界各国史 11 イギリス史, 山川出版社, 1998, 245
23. 森田善一郎：ふえらむ, 4, 1999, 603
24. 下村泰人：20世紀鉄鋼技術史のトピックス, 日本鉄鋼連盟, 1995, 9
25. 雀部晶：ふえらむ, 6, 2001, 27
26. 福井憲彦：興亡の世界史 第13巻 近代ヨーロッパの覇権, 講談社, 2008, 216

27. 宝田直之助 : 鉄鋼界, 48, 1998, 18
28. 道野鶴松 : 化学教育, 20, 1972, 357
29. World Steel Association : Steel statistical yearbook 2018, 2018
30. U.S. Geological Survey : 2016 Minerals Yearbook: Aluminum [advance release], 2018
31. 石油天然ガス・金属鉱物資源機構 : 鉱物資源マテリアルフロー 2017, 2018,
www.mric.jogmec.go.jp/wp-content/uploads/2018/03/msterial_flow2017.pdf, 2019/3/30
32. セメント協会 : セメントハンドブック 2018 年度版, 2018
33. R. Geyer, J.R. Jambeck, L.K. Lavender : Science Advances, 3, 2017, e1700782
34. 林野庁 : 平成 28 年度森林及び林業の動向 (平成 28 年度森林・林業白書) , 2017, 127
35. 電気学会 : 発電・変電, 改定版, オーム社, 2000, 99 および 262
36. 電気学会 : 送電・配電, 改定版, オーム社, 2001, 85
37. 新日本製鐵株式会社 : カラー図解 鉄の未来が見える本, 日本実業出版社, 2007, 100
38. 高橋学 : 鉄と鋼, 100, 2014, 82
39. 高行男 : 自動車工業, 3, 2013, 2
40. 小澤純夫, 米澤公敏, 月橋文孝 : 鉄と鋼, 93, 2007, 715
41. J.E. Tilton : World Metal Demand: Resources for the Future Washington, D.C., 1990, 305
42. 増本健 (監修) : 金属なんでも小事典 元素の誕生からアモルファス金属の特性まで, 講談社,
1997, 16
43. 谷野満, 鈴木茂 : 鉄鋼材料の科学 鉄に凝縮されたテクノロジー, 内田老鶴圃, 2001, 59
44. 新日本製鐵株式会社 : カラー図解 鉄と鉄鋼が分かる本, 日本実業出版社, 2004, 6
45. 原田幸明, 島田正典, 井島清 : 日本金属学会誌, 71, 2007, 831
46. 永田和宏 : ふえらむ, 22, 2017, 688
47. L. Dartnell : この世界が消えたあとの 科学文明のつくりかた, 東郷えりか訳, 河出書房新社,
2015, 142
48. 桜井弘 (編) : 元素 111 の新知識, 講談社, 1999, 84
49. 阿座上竹四, 栗倉泰弘 : 金属精錬工学 (金属化学入門シリーズ) , 日本金属学会, 1999, 151
50. 城宜嗣 : ふえらむ, 22, 2017, 674
51. 桜井弘 : 金属は人体になぜ必要か なければ困る銅・クロム・モリブデン , 講談社,
1996, 151
52. B. Wilson : キッチン の 歴史 一料理道具が変えた人類の食文化, 新装版, 真田由美子訳, 河出

書房新社, 2019, 14 および 70

53. 牧正志：鉄鋼の組織制御 その原理と応用, 内田老鶴圃, 2015, 1
54. 講座・現代の金属学 材料編編集委員会：講座・現代の金属学 材料編 第4巻 鉄鋼材料, 日本金属学会, 1985, 61
55. 荒井賢一、石山和志：日本鉄鋼協会西山記念技術講座「電磁材料の最近の進歩」, 155-156, 1995, 1
56. 日本鉄鋼連盟：普通鋼・特殊鋼 品種別・用途別受注統計, 2018年4～9月, www.jisf.or.jp/data/yoto/index.html, 2019/3/30
57. 新日本製鐵株式会社：カラー図解 鉄鋼の薄板と厚板が分かる本, 日本実業出版社, 2009, 6
58. トヨタ自動車株式会社：環境報告書, 2020, <https://global.toyota.jp/sustainability/report/er/2020>, 2020/10/1
59. 環境省：平成30年 環境・循環型社会・生物多様性白書, 第196回国会提出
60. 環境省：<http://www.env.go.jp/earth/ondanka/shiryo.html#02>, 2019/3/30
61. 首相官邸：持続可能な開発目標（SDGs）を達成するための具体的施策（付表）, <http://www.kantei.go.jp/jp/singi/sdgs/dai2/siryou2.pdf>, 2019/3/30
62. 国土交通省：http://www.mlit.go.jp/jidosha/jidosha_fr10_000005.html, 2019/3/30
63. International Council on Clean Transportation, <https://www.theicct.org/publications/2017-global-update-LDV-GHG-FE-standard>, 2019/3/30
64. 国土交通省：エコカー減税の概要, <http://www.mlit.go.jp/common/001279210.pdf>, 2019/3/30
65. 国土交通省：統計資料 http://www.mlit.go.jp/jidosha/jidosha_fr10_000039.html, 2019/3/30
66. 山根健：自動車の軽量化テクノロジー: 材料・成形・接合・強度、燃費・電費性能の向上を目指して, エヌ・ティー・エス, 2014, 3
67. S. Pagerit, P. Sharer, and A. Rousseau: SAE Technical Paper, 2006
68. 藤田誠人, 中島崇文, 池幡諭, 岡野翔運：知的資産創造, 4, 2017, 55
69. 兵藤知明, 岸輝雄：自動車のマルチマテリアル戦略 ～材料別戦略から異材接合、成形加工、表面処理技術まで～, エヌ・ティー・エス, 2017, 3
70. 千葉晃司：自動車の軽量化テクノロジー: 材料・成形・接合・強度、燃費・電費性能の向上を目指して, エヌ・ティー・エス, 2014, 257
71. 日野光雄：神戸製鋼技報, 47, 1997, 2
72. 榎学：日本ロボット学会誌, 27, 2009, 24
73. 大楠恵美：戦略研レポート「自動車構造材の軽量化と多様化」, 三井物産戦略研究所, 2014,

<https://www.mitsui.com/mgssi/ja/report/index.html>

74. 高橋学, 吉永直樹 : ハイテンハンドブック, 自動車用材料共同調査研究会編, 日本鉄鋼協会, 2008, 18
75. 高橋学 : 新日鉄技報, 378, 2003, 2
76. 松田広志, 鷺見洋介, 山田俊行 : ハイテンハンドブック, 自動車用材料共同調査研究会編, 日本鉄鋼協会, 2008, 165
77. 自動車事故対策機構 自動車アセスメント部 : 自動車アセスメント 衝突安全性能評価 事故時に人を守る技術, 国土交通省監修, 自動車事故対策機構, 2019
78. 武智弘 : ハイテンハンドブック, 自動車用材料共同調査研究会編, 日本鉄鋼協会, 2008, 8
79. 澤田靖士 : ふえらむ, 14, 2009, 453
80. 齊藤和也 : まてりあ, 53, 2014, 584
81. 日本産業規格 JIS G 3135 自動車用加工性冷間圧延高張力鋼板及び鋼帯, 2018
82. 牧正志 : 鉄鋼の組織制御 その原理と応用, 内田老鶴圃, 2015, 129
83. 牧正志 : 鉄と鋼, 65, 1979, 515
84. 古原忠 : 熱処理, 50, 2010, 22
85. 牧正志 : ふえらむ, 3, 1998, 781
86. 加藤雅治, 熊井真治, 尾中晋 : 材料強度学, 朝倉書店, 1999, 110
87. 牧正志 : 鉄鋼の組織制御 その原理と応用, 内田老鶴圃, 2015, 103
88. 北田正弘 : 日本刀の材料科学, 雄山閣, 2017, 354
89. 佐々木直彦, 堀井胤匡, 藤原幹男, 斎藤英之, 三澤俊平 : 鉄と鋼, 86, 2000, 45
90. 樽井敏三 : ふえらむ, 11, 2006, 791
91. 上田修三 : 叢書 鉄鋼技術の流れ 第1シリーズ 第9巻 構造用鋼の溶接 一低合金鋼の諸性質とメタラジー, 地人書館, 1997, 141
92. O. Bouaziz, H. Zurob, and M. Huang : steel research int., 84, 2013, 937
93. 上西朗弘 : 日本製鉄技報, 412, 2019, 8
94. Structure and Properties of Dual-Phase Steels, R.A. Kot and J.W. Morris (ed.), The Metallurgical Society of AIME, 1979
95. 川田裕之 : 鉄鋼材料の加工硬化特性への新たな要求と基礎研究 一加工硬化研究の最前線一, 日本鉄鋼協会, 2011, 227
96. V.F. Zackay, E.R. Parker, D. Fahr, and R. Busch : ASM Trans., 60, 1967, 252

97. Y. Sakuma, O. Matsuoka, and H. Takechi : Metall. Trans. A, 22A, 1991, 489
98. 川田裕之 : しなやかで強い鉄鋼材料 ～革新的構造用金属材料の開発最前線～ エヌ・ティ
ー・エス, 2016, 211
99. N. Fonstein : Advanced High Strength Sheet Steels: Physical Metallurgy, Design, Processing, and
Properties, Springer International Publishing, Switzerland, 2015, 241
100. J. Speer, D.K. Matlock, B.C. De Cooman, and J.G. Schroth : Acta Mater., 51, 2003, 2611
101. 藤田展弘, 楠見和久, 松村賢一郎, 野中俊樹, 友清寿雅 : 新日鉄技報, 393, 2012, 99
102. 上路林太郎, 国重和俊, 渡邊育夢 : 鉄鋼材料の加工硬化特性への新たな要求と基礎研究 : 加
工硬化研究の最前線, 日本鉄鋼協会材料の組織と特性部会加工硬化特性と組織研究会編, 日本
鉄鋼協会, 2011, 205
103. 荒木健治 : ふえらむ, 1, 1996, 944
104. 落合庄治郎 : 材料組織学, 朝倉書店, 1991, 161
105. 木村啓造 : 鉄と鋼, 72, 1986, 113
106. 岡野忍 : 軽金属, 47, 1997, 598
107. 梅本実 : 鉄と鋼, 81, 1995, 157
108. 小嶋啓達, 水井直光, 福井清之, 川口喜昭, 塚本雅敏 : 住友金属, 50, 1998, 31
109. 川田裕之, 丸山直紀, 米村繁, 村里映信, 本田和彦, 若林千智, 濱谷秀樹 : 自動車技術会春季
学術講演会前刷集, 46-14, 2014, 5
110. 高橋学 : 自動車技術, 63, 2009, 76
111. 三村宏, 町田進 : 基礎 材料強度学, 培風館, 2000, 128
112. K. Sugimoto, H. Tanino, and J. Kobayashi : Steel Res., 86, 2015, 1151
113. D. Frómeta, A. Lara, S. Molas, D. Casellas, J. Rehrl, C. Suppan, P. Larour, and J. Calvo : Engng. Frac.
Mech., 205, 2019, 319
114. V. Tarigopula, M. Langseth, O.S. Hopperstad, and A.H. Clausen : Int. J. Impact Eng., 32, 2006, 847
115. S. Golling, D. Frómeta, D. Casellas, and P. Jonsén : Mater. Sci Engng. A, 743, 2019, 529
116. 三日月豊, 中澤嘉明, 中田匡浩 : 日本製鉄技報, 412, 2019, 52
117. 中屋道治, 金只真次郎, 経澤道高 : 神戸製鋼技報, 69, 2019, 25
118. K. Sato, T. Futatsuka, H. Okada, Y. Egawa, K. Fukagawa, and T. Amaishi : SAE Technical Paper, 2019,
2019-01-1097
119. J. Wang, C.M. Enloe, J.P. Singh, and C.D. Horvath, SAE Int. J. Mater. Manuf., 9, 2016, 488

120. C.M. Enloe, J. Colyell, and J. Wang : SAE Int. J. Mater. Manuf., 10, 2017, 245
121. 岸輝雄 : 世界大百科事典 15, 改訂新版, 平凡社, 2007, 351
122. 荒木透 : 鉄鋼材料学, 丸善, 1970, 94
123. 小林英男 : 破壊力学, 共立出版, 1993, 23
124. 三村宏, 町田進 : 基礎 材料強度学, 培風館, 2000, 60
125. C.R. Brooks and A. Choudhury : Metallurgical failure Analysis, 金属の疲労と破壊 一破面観察と破損解析一 第2版, 加納誠, 菊池正紀, 町田賢司訳, 内田老鶴圃, 2001, 99
126. G. Krauss : Steels : Processing, Structure, and Performance ASM International, Materials Park, OH, 2005, 201
127. T.L. Anderson : 破壊力学 基礎と応用 第3版, 栗飯原周二監訳, 金田重裕, 吉成仁志訳, 森北出版, 2008, 2
128. G.M. Boyd : Brittle Fracture in Steel Structures, 1st Ed., Butterworth-Heinemann, Oxford, UK, 1970
129. 田川哲哉 : ふえらむ, 21, 2016, 519
130. 梅澤修 : 熱処理, 50, 2010, 458
131. 野口徹, 田川哲哉, 服部敏雄, 関原傑, 林眞琴, 阿部富士雄 : 最新 フラクトグラフィ 各種材料の破面解析とその事例, 塩谷義, 松尾陽太郎, 服部敏雄, 川田宏之 (編), テクノシステム, 2010, 113
132. 東田賢二, 田中将己 : 鉄と鋼, 97, 2011, 195
133. N. Narita, K. Higashida, T. Torii, and S. Miyagi : Mater. Trans. JIM, 30, 1989, 895
134. K. Higashida, N. Narita, K. Matsunaga, and R. Onodera : Phys. Status Solidi A, 149, 1995, 429
135. 東田賢二 : ふえらむ, 21, 2016, 451
136. 服部敏雄 : 最新 フラクトグラフィ 各種材料の破面解析とその事例, 塩谷義, 松尾陽太郎, 服部敏雄, 川田宏之 (編), テクノシステム, 2010, 54
137. 梶野俊彦, 小林俊郎 : 鉄と鋼, 65, 1979, 1936
138. 塩谷義, 松尾陽太郎, 服部敏雄, 川田宏之 : 最新 フラクトグラフィ 各種材料の破面解析とその事例, 塩谷義, 松尾陽太郎, 服部敏雄, 川田宏之 (編), テクノシステム, 2010, 133
139. W.D. Biggs: The brittle fracture of steel, Macdonald and Evans LTD, London, UK, 1960, 274
140. E.R. Parker : Brittle behaviour of engineering structures, John Wiley & Sons, New York, NY, 1957
141. 栗飯原周二, 土田豊 : 日本造船学会誌, 798, 1995, 886
142. 三村宏, 町田進 : 基礎 材料強度学, 培風館, 2000, 104

143. A. Pineau, A.A. Benzerga, and T. Pardoen : *Acta Mater.*, 107, 2016, 424
144. J.J. Gilman : *Trans. AIME*, 212, 1958, 783
145. 石黒隆義 : *圧力技術*, 12, 1974, 236
146. A. Pineau : *Phil. Trans. R. Soc. A*, 373, 2014, 20140131
147. M. Mäntylä, A. Rossoll, I. Nedbal, C. Prioul, and B. Marini : *J. Nuc. Mater*, 264, 1999, 257
148. B. Tanguy J. Besson, R. Piques, and A. Pineau : *Engng. Frac. Mech.*, 72, 2005, 49
149. H. Tanigawa, A. Sawahata, M.A. Sokolov, M. Enomoto, R.L. Klueh, A. Koyama : *Mater. Trans. JIM*, 48, 2007, 570
150. P. Mohseni, J.K. Solberg, M. Karlsen, O.M. Akselsen, and E. Østby : *Mater. Sci. Tech.*, 28, 2012, 1261
151. P. Mohseni, J.K. Solberg, M. Karlsen, O.M. Akselsen, and E. Østby : *Mater. Metal. Trans. A*, 45A, 2014, 384
152. X. Li, X. Ma, S.V. Subramanian, C. Shang : *Int. J. Fract.*, 193, 2015, 131
153. P.A. Davies and V. Randle : *J. Microscopy*, 204, 2001, 29
154. H. Danninger, V. Vassileva, and C. Gierl-Mayer : *Powder Metall. Prog.*, 17, 2017, 47
155. J.P. Naylor and P.R. Krahe : *Metal. Trans. A*, 6A, 1975, 594
156. P. Mohseni, J.K. Solberg, M. Karlsen, O.M. Akselsen, and E. Østby : *J. Microscopy*, 251, 2013, 45
157. F.B. Pickering and T. Gladman : *Iron Steel Inst. Spec. Rep.*, 81, 1963, 10
158. F.B. Pickering : *鉄鋼材料の設計と理論*, 藤田利夫訳, 丸善, 1981
159. 田中將己, 前野圭輝, 吉村信幸, 星野学, 植森龍治, 潮田浩作, 東田賢二 : *鉄と鋼*, 100, 2014, 1267
160. W.W. Gerberich, Y.T. Chen, D.G. Atteridge, and T. Johnson : *Acta Metall.*, 29, 1981, 1187
161. M. Tanaka, K. Maeno, K. Higashida, M. Fujikura, and K. Ushioda : *ISIJ Int.*, 51, 2011, 999
162. 今井勇之進 : *鉄と鋼*, 51, 1965, 2336
163. 木村宏 : *鉄と鋼*, 79, 1993, N754
164. 前野圭輝, 田中將己, 吉村信幸, 白幡浩幸, 潮田浩作, 東田賢二 : *鉄と鋼*, 98, 2012, 667
165. 潮田浩作, 吉村仁秀, 海藤宏志, 木村謙 : *鉄と鋼*, 100, 2014, 716
166. N.J. Petch and R.W. Armstrong : *Acta Metall.*, 37, 1989, 2279
167. J.H. Chen, Z. Li, and G.Z. Wang : *Metal. Mater. Trans. A*, 34A, 2003, 1055
168. M. Tanaka, K. Higashida, T. Shimokawa, and T. Morikawa : *Mater. Trans. JIM*, 50, 2009, 56
169. 山口正剛 : *まてりあ*, 54, 2015, 110

170. J. Heslop and N.J. Petch : *Phil. Mag.*, 3, 1958, 1128
171. M.J. Roberts and W. Jolley : *Metall. Trans.*, 1, 1970, 1389
172. W. Jolley : *J. Iron Steel Inst.*, 189, 1968, 170
173. 市之瀬弘之, 田中淳一, 山田真, 越賀房夫, 田中甚吉, 生駒勉 : *日本鋼管技報*, 57, 1972, 357
174. T. Hanamura, F. Yin, and K. Nagai : *ISIJ Int.*, 44, 2004, 610
175. N.P. Allain, W.P. Rees, B.E. Hopkins, and H.R. Tipler : *J. Iron Steel Inst.*, 174, 1953, 108
176. D.A. Curry and J.F. Knott : *Metal Sci.*, 12, 1978, 511
177. B. Mintz, W.B. Morrison, and A. Jones : *Metals Tech.*, 6, 1979, 252
178. N.J. Petch : *Acta Metall.*, 34, 1986, 1387
179. T. Gladman : *The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels*, The Institute of Materials, London, UK, 1997, 1
180. C.I. Garcia : *Automotive Steels: Design, Metallurgy, Processing and Applications*, edited by R. Rana and S.B. Singh, Elsevier, 2017, 145
181. R. Langeborg, T.Siwecki, S. Zajac, and B. Hutchinson : *Scand. J. Metall.*, 28, 1999, 186
182. A. Takahashi and M. Iino : *ISIJ Int.*, 36, 1996, 241
183. A.J. Deardo : *Int. Mater. Review*, 48, 2003, 371
184. T. Gladman : *The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels*, The Institute of Materials, London, UK, 1997, 137
185. T. Hara, J. Asahi, R. Uemori, and H. Tamehiro : *ISIJ Int.*, 44, 2004, 1431
186. 松本和明, 東田幸四郎, 山本定弘, 大内千秋 : *鉄と鋼*, 74, 1988, 107
187. J. Du, M. Strangwood, and C.L. Davis : *J. Mater. Sci. Technol.*, 28, 2017, 878
188. 牧正志, 古原忠, 辻伸泰, 森戸茂一, 宮本吾郎, 柴田暁伸 : *鉄と鋼*, 100, 2014, 1062
189. 井上忠信, 木村勇次 : *金属*, 81, 2011, 641
190. 作井誠太, 酒井拓 : *鉄と鋼*, 58, 1972, 1438
191. S. Takaki, K. Kawasaki, and Y. Kimura : *J. Mater. Proc. Tech.*, 117, 2001, 359
192. S.S.M. Tavares, P.D. Pedroza, J.R. Teodósio and T. Gurova : *Scripta Mater.*, 40, 1999, 887
193. F. Hayat and H. Uzun : *J. Iron Steel Res. Int.*, 18, 2011, 65
194. N. Saeidi and A. Ekrami : *Mater. Sci. Engng. A*, 527, 2010, 5575
195. J.A. Rinebolt and W.J. Harris Jr. : *Trans. ASM*, 43, 1951, 1175
196. M. Calcagnotto, D. Ponge, and D. Raabe : *Mater. Sci. Engng. A*, 527, 2010, 7832

197. Z. Sami, S. Tahar, and H. Mohamed : *Mater. Sci. Engng. A*, 598, 2014, 338
198. T. Kunio, M. Shimizu, K. Yamada, and H. Suzuki : *Engng. Frac. Mech.*, 7, 1975, 411
199. 金楨圭, 蛭澤秀樹, 山田邦博, 清水真佐男, 国尾武 : *日本機械学会論文集 (A 編)*, 45, 1979, 415
200. T. Liu, M. Chen, H. Duan, L. Gui, S. Yu, J. Cao, H. Chen, and H. Fan : *J. Iron Steel Res. Int.*, 25, 2018, 1043
201. 井上肇, 前中浩, 佐久間正明 : *日本造船学会論文集*, 160, 1986, 450
202. K.J. Kim and L.H. Schwartz : *Mat. Sci. Engng.*, 33, 1978, 5
203. S. Matsuda, T. Inoue, H. Mimura, and Y. Okamura : *Trans. ISIJ*, 12, 1972, 325
204. C. Wang, M. Wang, J. Shi, W. Hui, and H. Dong : *Scripta Mater.*, 58, 2008, 492
205. S. Takebayashi, K. Ushioda, N. Yoshinaga, and S. Ogata : *Mater. Trans. JIM*, 54, 2013, 1110
206. C.L. Davis and J.E. King : *Metall. Mater. Trans. A*, 27A, 1996, 3019
207. O.M. Akselsen, J.K. Solberg, and Ø. Grong : *Scand. J. Metall.*, 17, 1988, 194
208. 井川博, 大重広明, 田上豊明 : *溶接学会誌*, 49, 1980, 532
209. Y. Tomita, N. Saito, T. Tsuzuki, Y. Tokunaga, and K. Okamoto : *ISIJ Int.*, 34, 1994, 829
210. 児島明彦, 植森龍治, 皆川昌紀, 星野学, 市川和利 : *まてりあ*, 42, 2003, 67
211. B. Hutchinson, J. Komenda, G.S. Rohrer, and H. Beladi : *Acta Mater.*, 97, 2015, 380
212. Y. Li and T.N. Baker : *Mater. Sci. Technol.*, 26, 2010, 1029
213. G. Mao, C. Cayron, R. Cao, R. Logé, and J. Chen : *Mater. Character.*, 145, 2018, 516
214. G. Chai and P. Stenvall : *Proceedings for 13th International Conference on Fracture 2013 (ICF-13)*, Beijing, China, 7, 2013, 5618
215. M. Breda, I. Calliari, E. Ramous, M. Pizzo, L. Corain, and G. Straffelini : *Mater. Sci. Engng. A*, 585, 2013, 57
216. M.D. Mathew, L.M. Lietzan, K.L. Murty, and V.N. Shah : *Mater. Sci. Engng. A*, 269, 1999, 186
217. J. Shimamura, S. Ota, K. Yasuda, and N. Ishikawa : *ISIJ Int.*, 56, 2016, 2304
218. 砂田久吉 : *材料*, 40, 1991, 669
219. O.L. Tower : *metal. constr.*, 18, 1986, 171R
220. J.D. Embury, N.J. Petch, A.E. Wraith, and E.S. Wright : *Trans. Metall. Soc. AIME*, 239, 1967, 114
221. J.C. Pang, H.L. Yi, Q. Lu, C.M. Enloe, and J.F. Wang : *JOM*, 71, 2019, 1329
222. 泉山雄太, 茅野林造, 長井寿 : *鉄と鋼*, 100, 2014, 704
223. C.R. Brooks and A. Choudhury : *Metallurgical failure Analysis*, 金属の疲労と破壊 一破面観察と破

- 損解析一 第2版, 加納誠, 菊池正紀, 町田賢司 訳, 内田老鶴圃, 2001, 96
224. T. Sirithanakorn, M. Tanaka, and K. Higashida : Mater. Sci. Engng. A, 611, 2014, 383
225. T. Sirithanakorn, M. Tanaka, and K. Higashida : Adv. Mater. Res., 922, 2014, 706
226. M. Tanaka, A.J. Wilkinson, and S.G. Roberts : J. Nuc. Mater., 378, 2008, 305
227. W.J. Harris Jr., J.A. Rinebolt, and R. Raring : Weld. J. Res. Supp., 30, 1951, 417-S
228. W.D. Biggs, The brittle fracture of steel, Macdonald and Evans LTD, London, UK, 1960, 210
229. Y.J. Chao, J.D. Ward Jr., and R.G. Sands : Mater. Design, 28, 2007, 551
230. 東田賢二 : 鉄の事典, 朝倉書店, 2014, 311
231. 梅澤修 : ふえらむ, 6, 2001, 805
232. 梅澤修, 守谷英明 : 熱処理, 58, 2018, 294
233. 上西朗弘, 栗山幸久, 吉田博司 : ふえらむ, 9, 2004, 889
234. E.A. クレイノヴィチ, 枘本哲訳 : サハリン・アムール民族誌—ニヴフ族の生活と世界観, 法政
大学出版局, 1993, 7
235. 本郷栄次郎 : 電気学会誌, 118, 1998, 290
236. 前田康二 : まてりあ, 36, 1997, 206

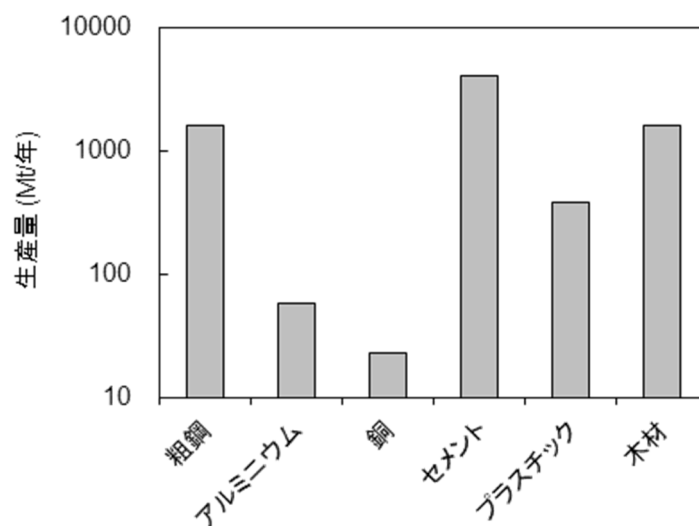


Fig. 1.1 主要な材料の年間生産量 (2015年) [29-34]

(木材の生産量[34]は、比重を 0.6 ton/m^3 として、体積を質量に換算した)

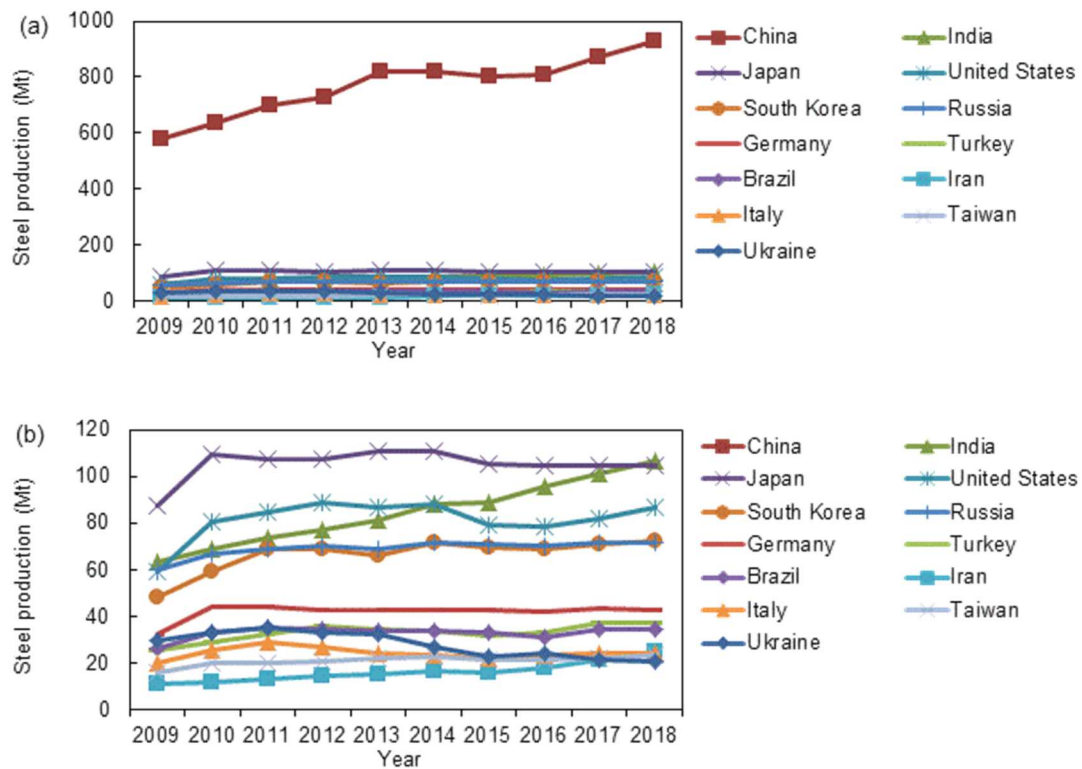


Fig. 1.2 世界の主要な生産国における年間粗鋼生産量の推移 [29]

(a) 中国を含む各国 (b) 中国以外の各国

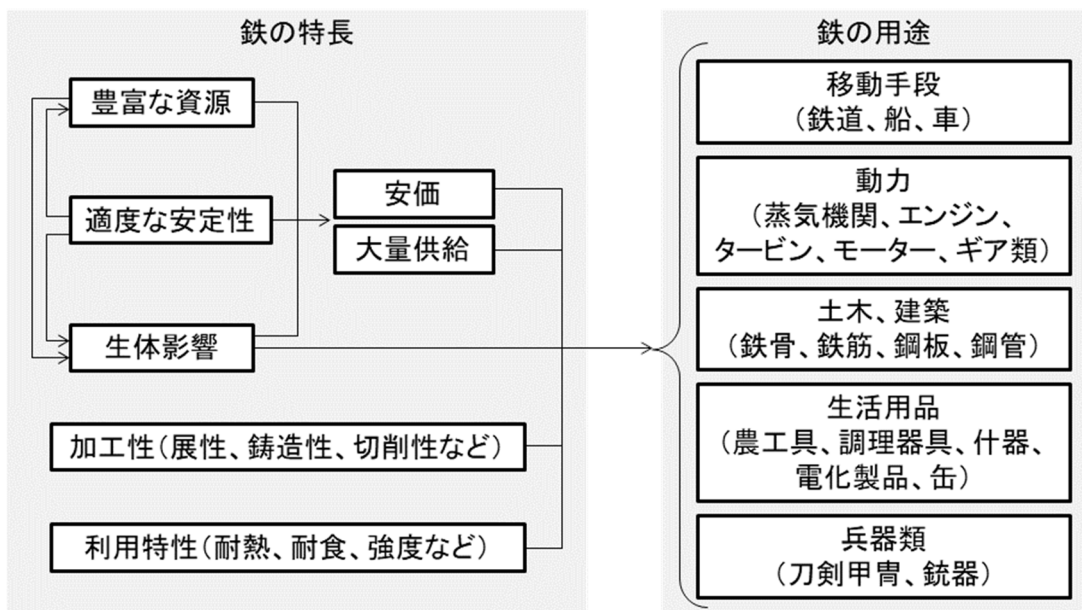


Fig. 1.3 鉄鋼が使われる主な理由と主要な用途

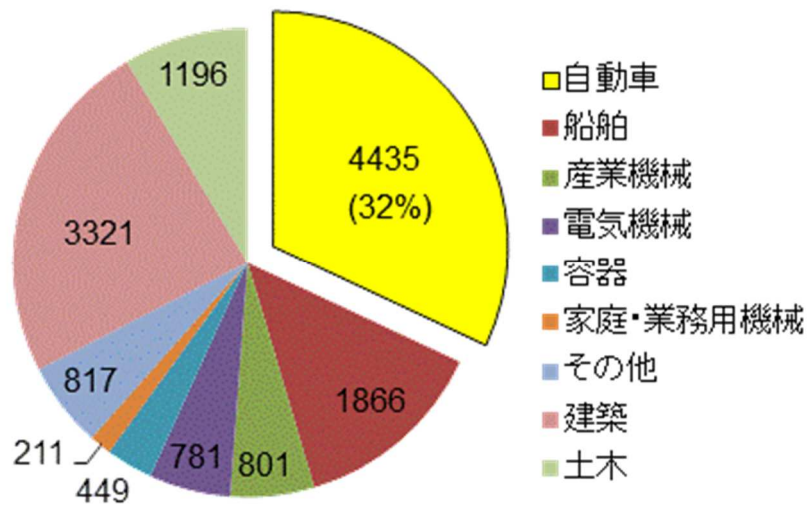


Fig. 1.4 日本国内における普通鋼の用途別受注実績 (2018年4~9月累計、単位：千 ton) [56]

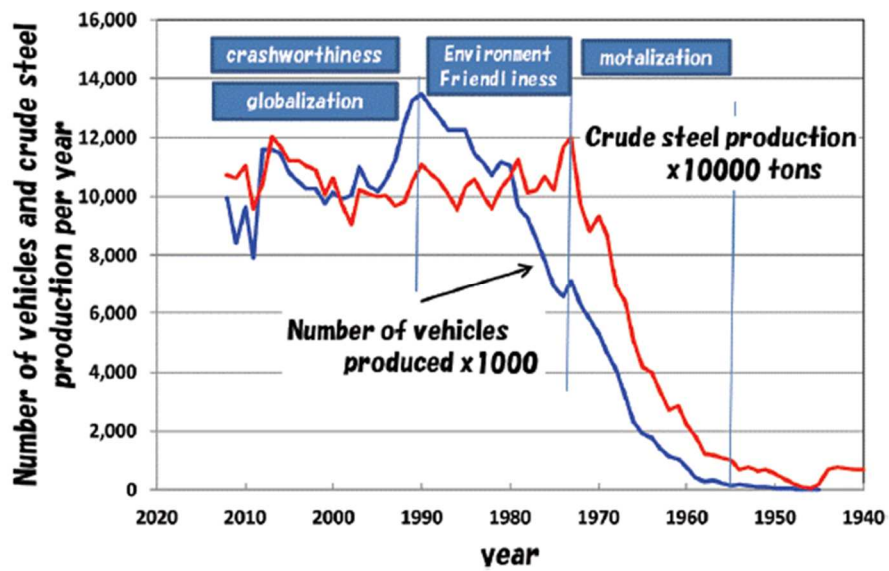


Fig. 1.5 日本国内における粗鋼生産量と自動車生産台数の変化 [38]

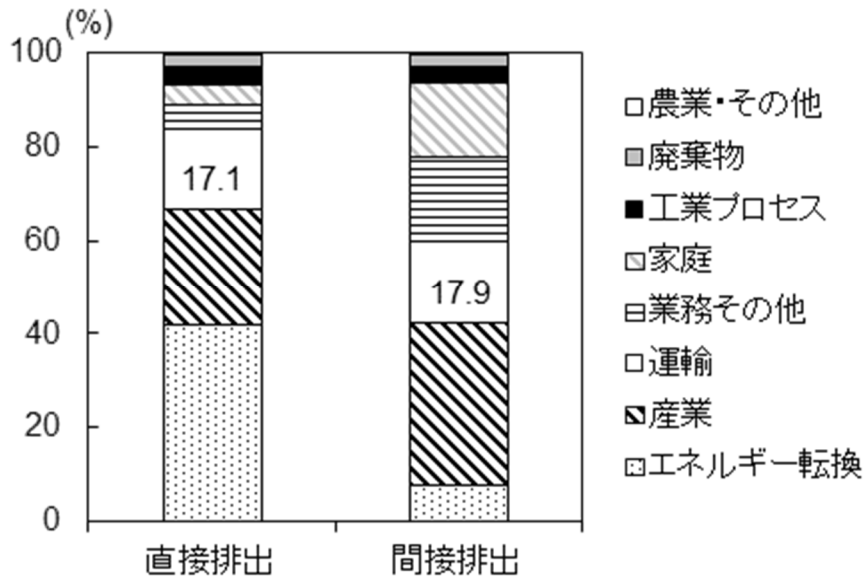


Fig. 1.6 日本国内における二酸化炭素排出量の部門別内訳 (2016年度) [59]

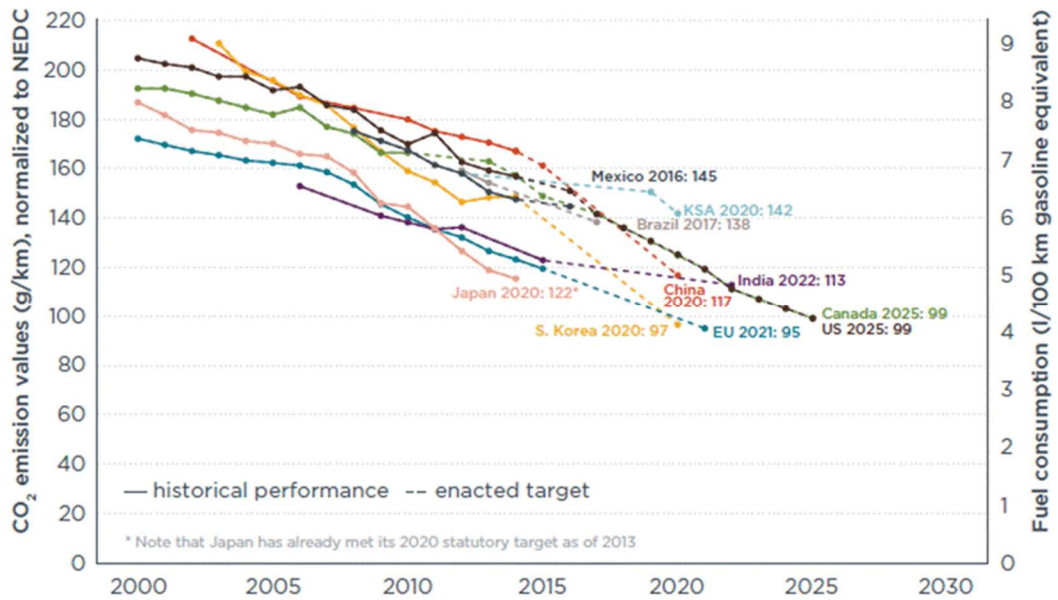


Fig. 1.7 主要国における乗用車の燃費実績および将来目標 [63]

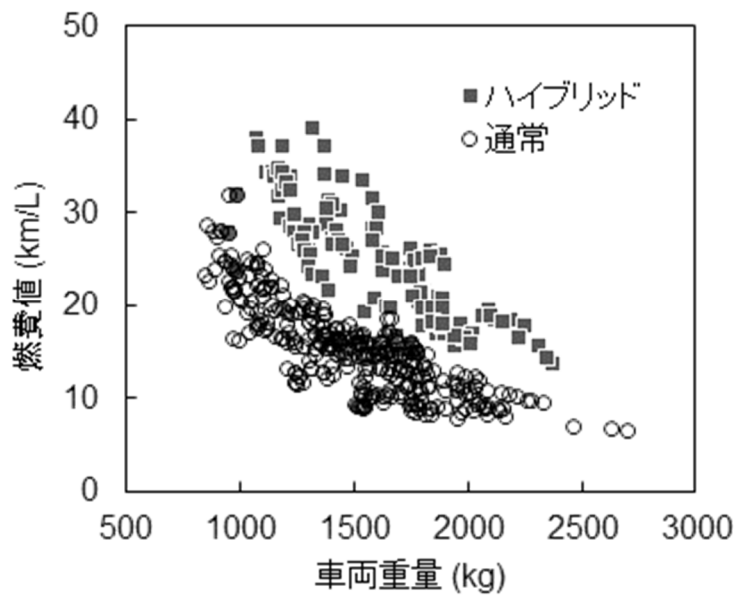


Fig. 1.8 国内のガソリン乗用車における車両重量と燃費値との関係（平成30年度） [65]

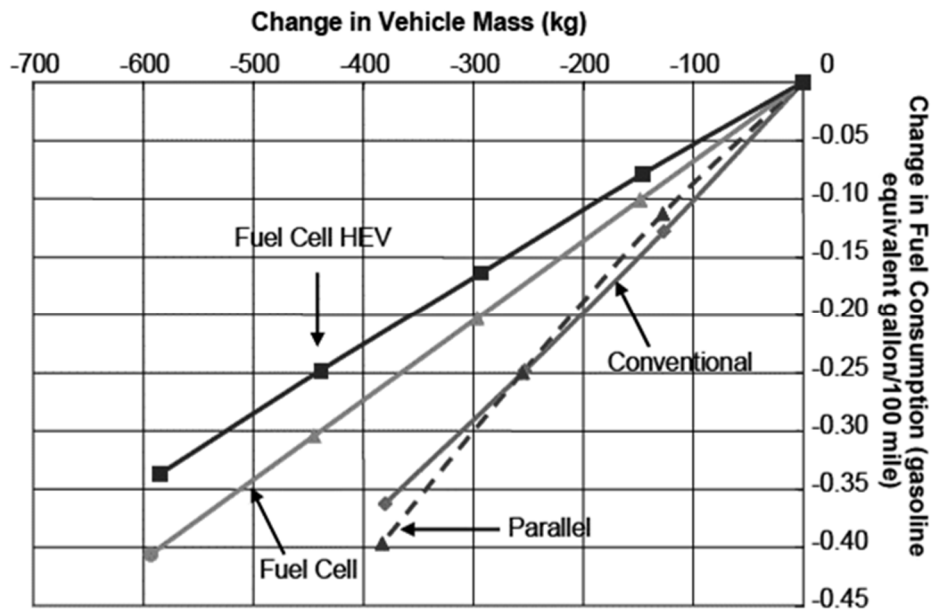


Fig. 1.9 パワートレインの異なる乗用車における軽量化に伴う燃費低減効果 [67]

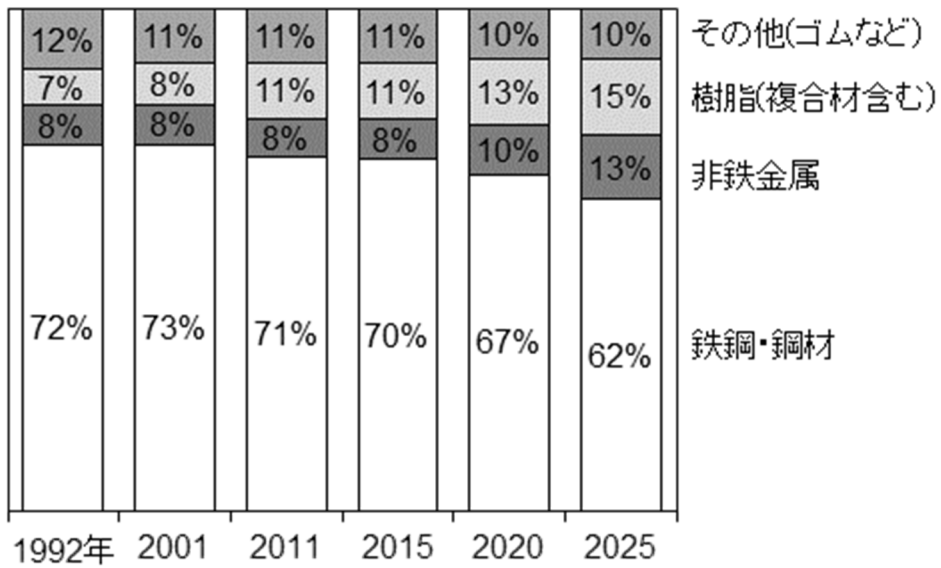


Fig. 1.10 自動車の重量に占める各素材の割合の推移および将来予想 [68]

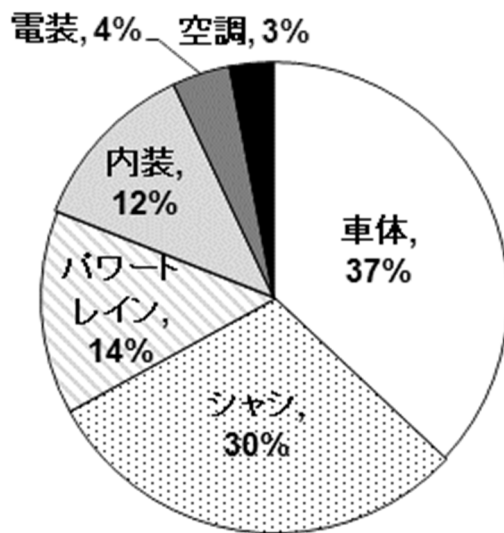


Fig. 1.11 乗用車における部品群別の質量比率 [70]

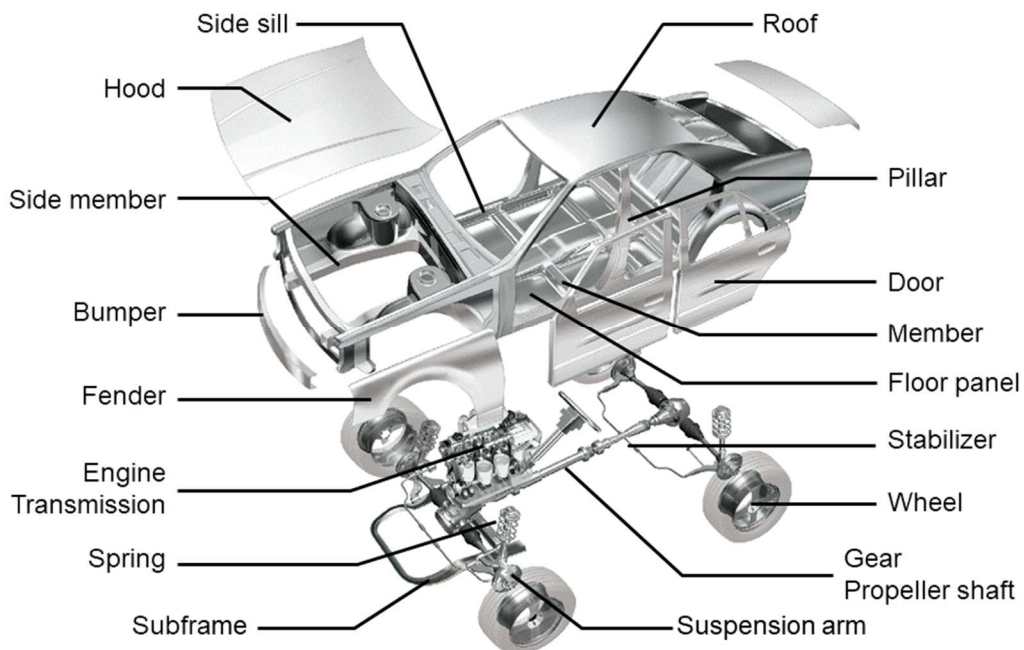


Fig. 1.12 乗用車における鉄鋼材料の代表的な使用部位 [37,57]

Table 1.1 自動車用鋼板の適用部位と必要とされる特性 [57,75]

代表的な部品		必要特性				
		張り剛性	耐デント性	部材剛性	耐久強度	動的圧壊強度
外板	ドアアウター	◎	○			
内板	フロアー	◎		○	○	○
構造部材	フロントレール、リアピラー			◎	○	○
	フロントサイドメンバー、サイドシル			◎	○	◎
	ドアガードバー			○	○	◎
床下部材	サスペンションアーム、ホイールディスク			◎	◎	
板厚以外で特性を支配する材料因子		ヤング率	降伏強度	ヤング率	強度	強度

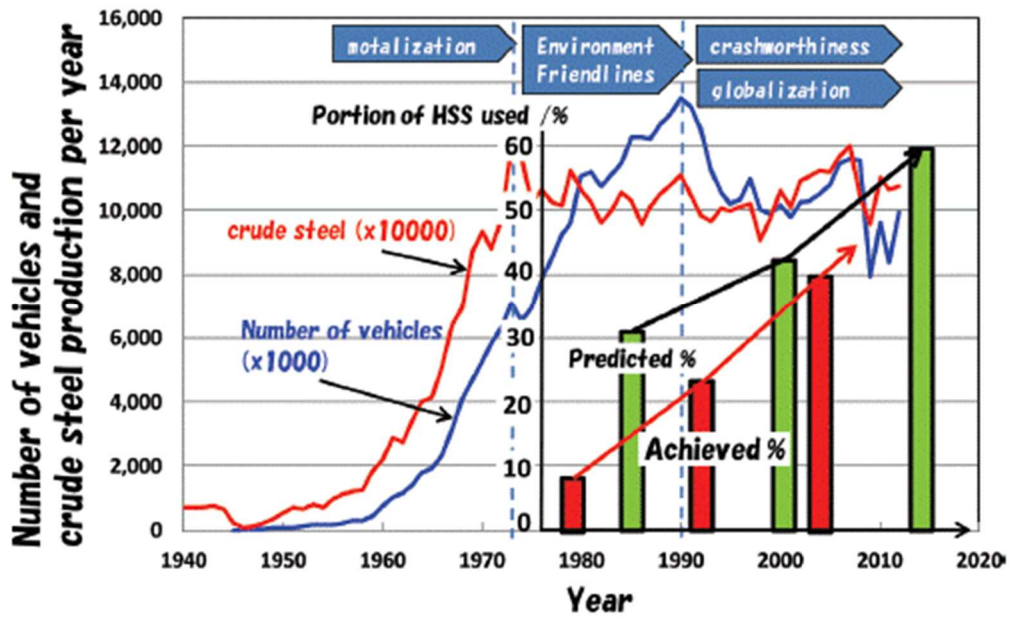


Fig. 1.13 日本国内における粗鋼生産量および自動車生産台数の実績、並びに、自動車用鋼板に占める高強度鋼板の割合の実績および予測の推移 [38]

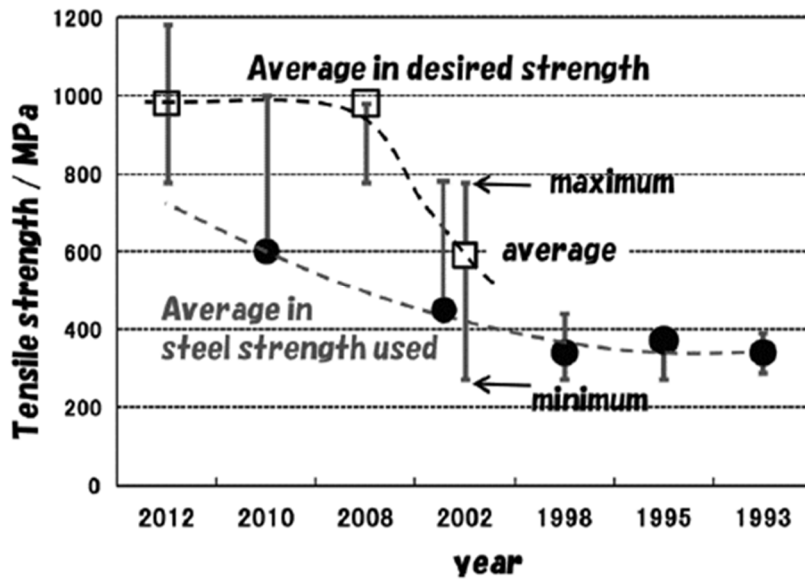


Fig. 1.14 自動車の骨格部品へ適用される鋼材強度の実績および要望 (国内 2000cc クラス、center pillar [38])

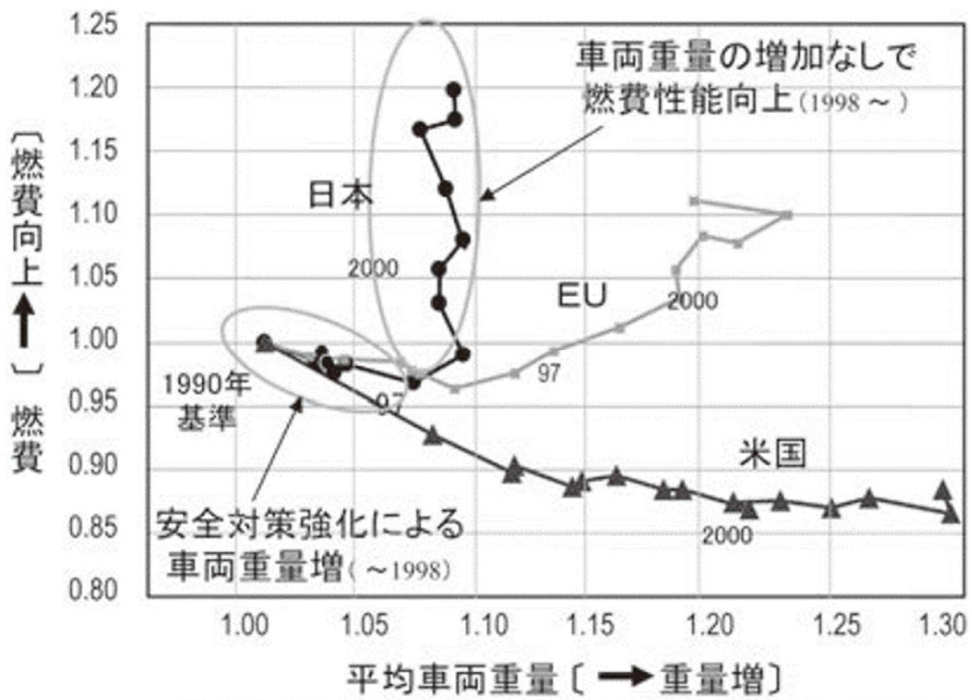


Fig. 1.15 乗用車の平均重量と燃費の関係の推移 [79]

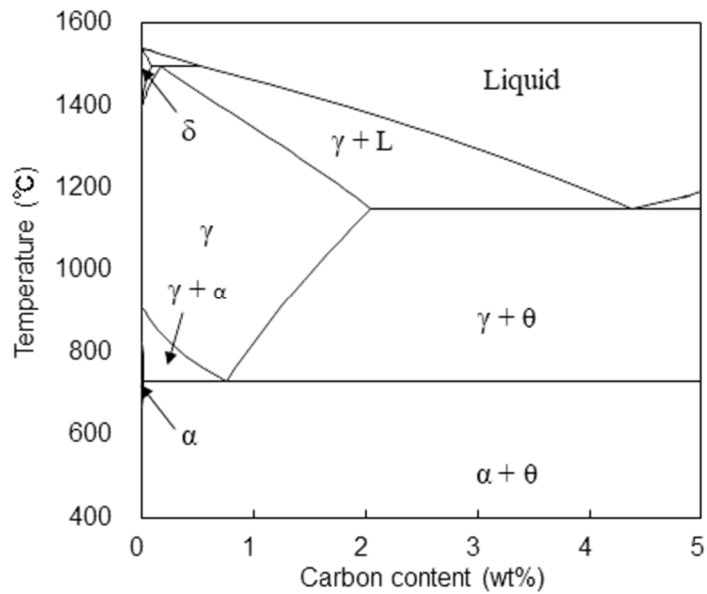


Fig. 1.16 鉄-炭素二元系状態図 (Fe-Fe₃C系準安定平衡状態図)

平衡相：液相、bcc鉄 (δ, α)、fcc鉄 (γ)、セメンタイト (θ)

計算ツール：Thermocalc (熱力学データベースとしてTCFE8使用)

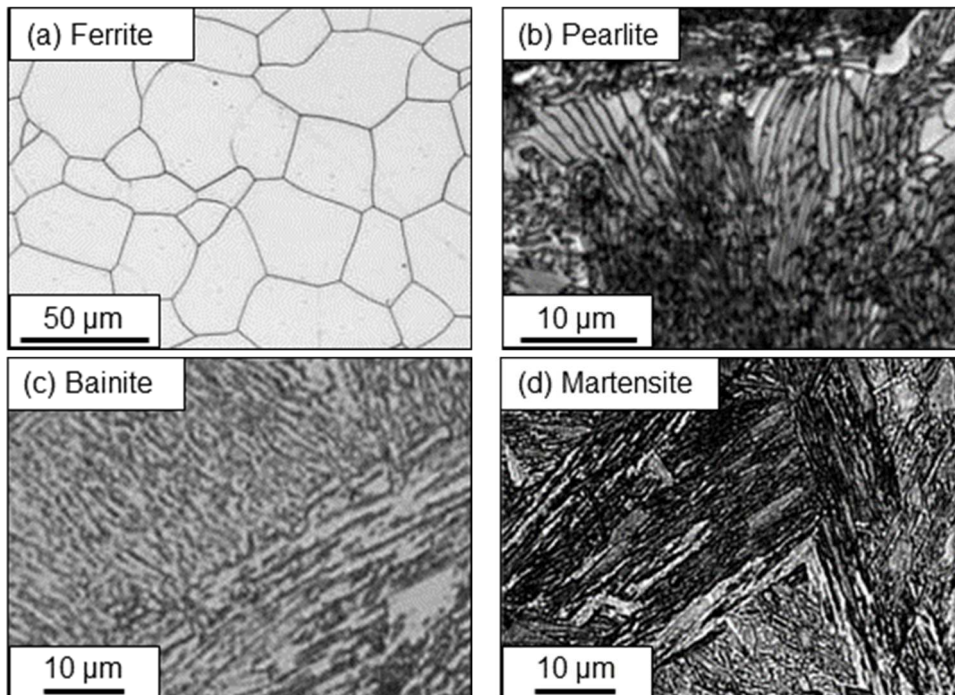


Fig. 1.17 鉄鋼材料における代表的な組織[82]の光学顕微鏡写真（筆者撮影）

(a) フェライト、(b) パーライト、(c) ベイナイト、(d) マルテンサイト

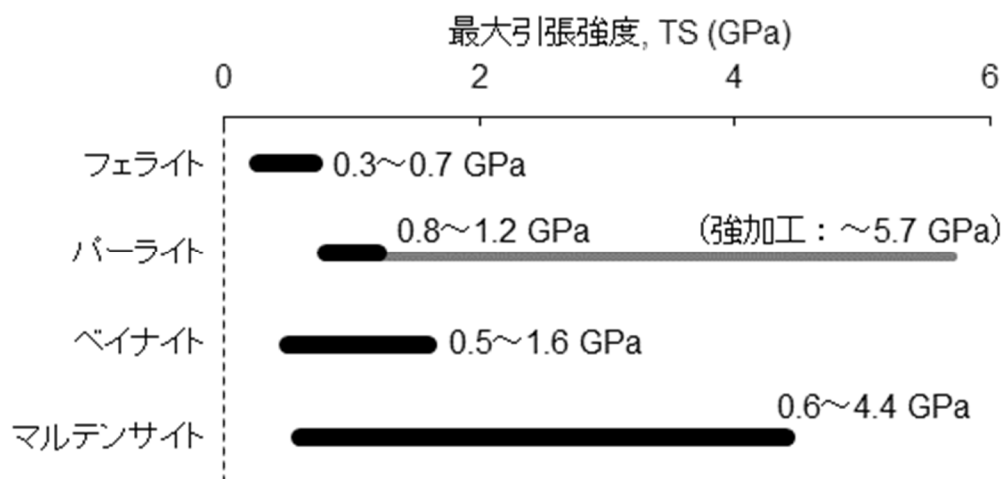


Fig. 1.18 実験室レベルで到達している鉄鋼材料の各組織の強度レベル [85]

Table 1.2 鉄鋼材料における5つの強化機構 (参考文献[86,87]を基に筆者作成)

強化機構	転位運動の阻害因子
固溶強化	溶質原子による格子ひずみに伴う応力場
転位強化 (加工強化)	<ul style="list-style-type: none"> ・ 個々の転位が持つ応力場 ・ 多数の転位から構成される転位下部組織
細粒化強化 (粒界強化)	結晶粒界
粒子分散強化 (析出強化)	<ul style="list-style-type: none"> ・ 粒子の応力場 ・ 粒子とマトリクスの剛性率の差
複合強化	<ul style="list-style-type: none"> ・ 上記4つの強化機構によって強化された組織との複合化 ・ 高強度相との複合化 (粒子分散強化と同一の場合有り)

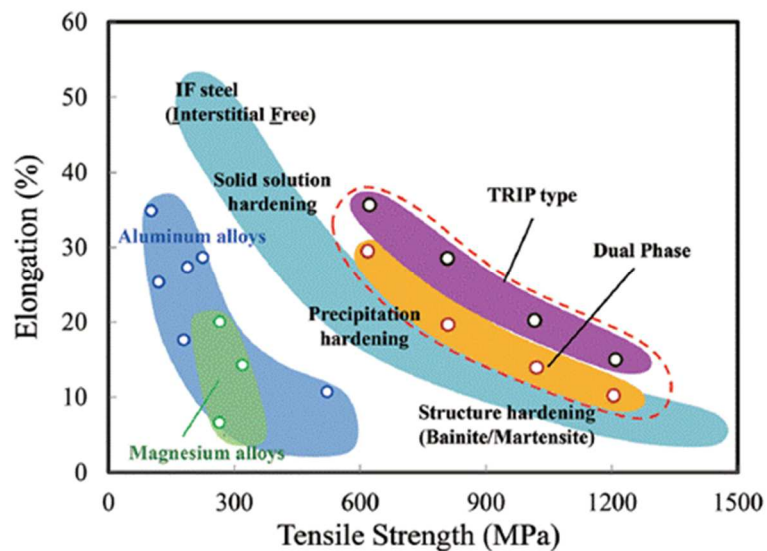


Fig. 1.19 様々な鋼板および軽金属合金における最大引張強度と延性の関係[93]

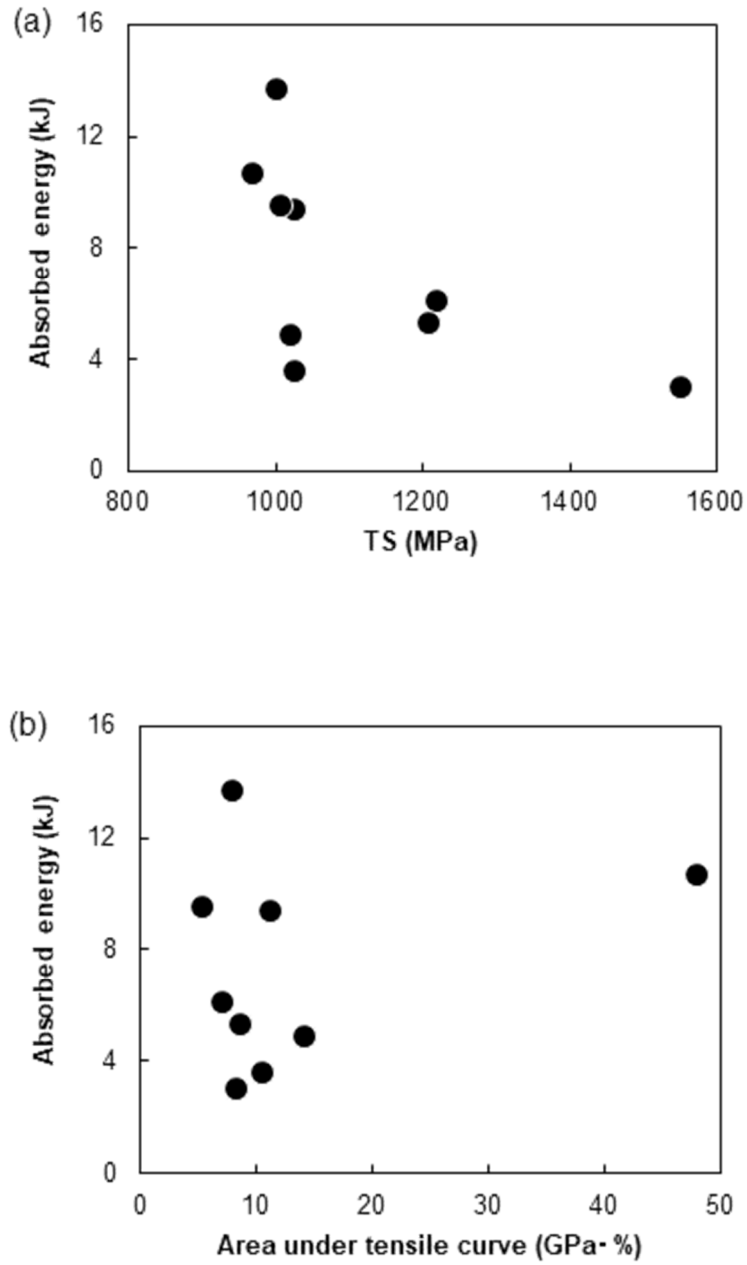


Fig. 1.20 様々な高強度鋼板における圧潰試験での吸収エネルギーと引張特性の関係[113]

(a) 最大引張強度との関係 (b) 公称応力-公称ひずみ曲線の描く面積との関係

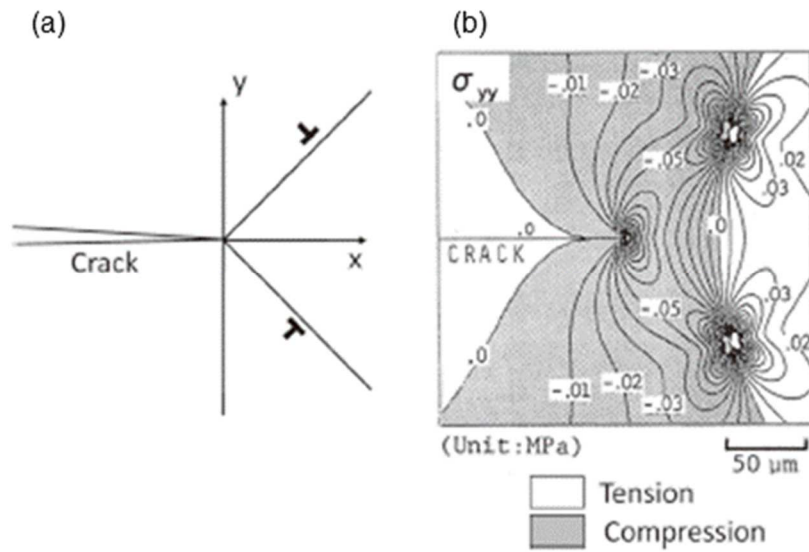


Fig. 1.21 き裂先端から発生した刃状転位対による応力遮蔽効果[132-134]

- (a) き裂およびき裂先端から発生する刃状転位対とすべり面の模式図
- (b) 模式図に記した転位によって導入されるき裂面に垂直な応力

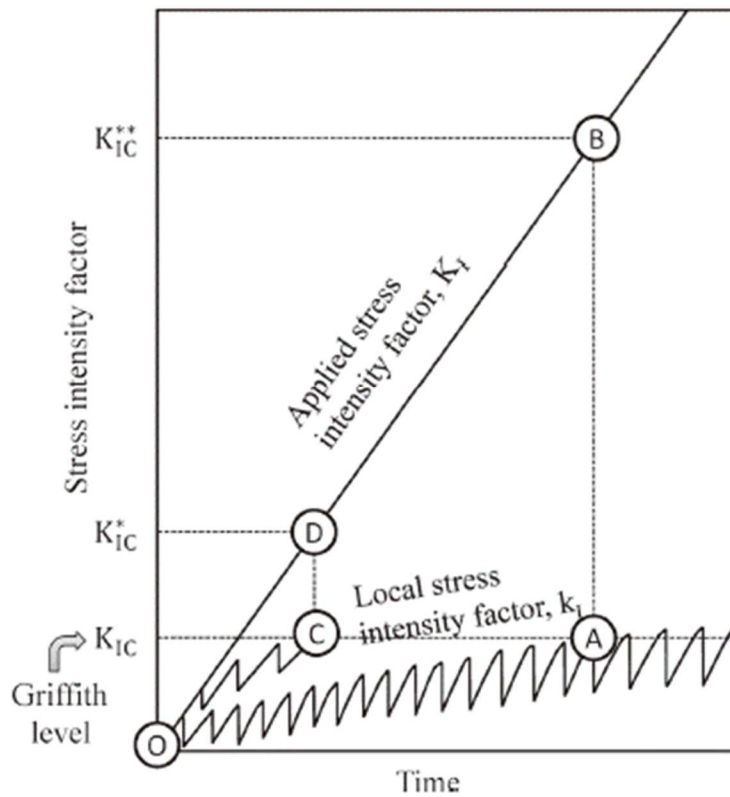


Fig. 1.22 印加応力による巨視的な応力拡大係数 K_I と、転位遮蔽効果を考慮した局所的な応力拡大係数 k_I との関係 (模式図) [132-135]

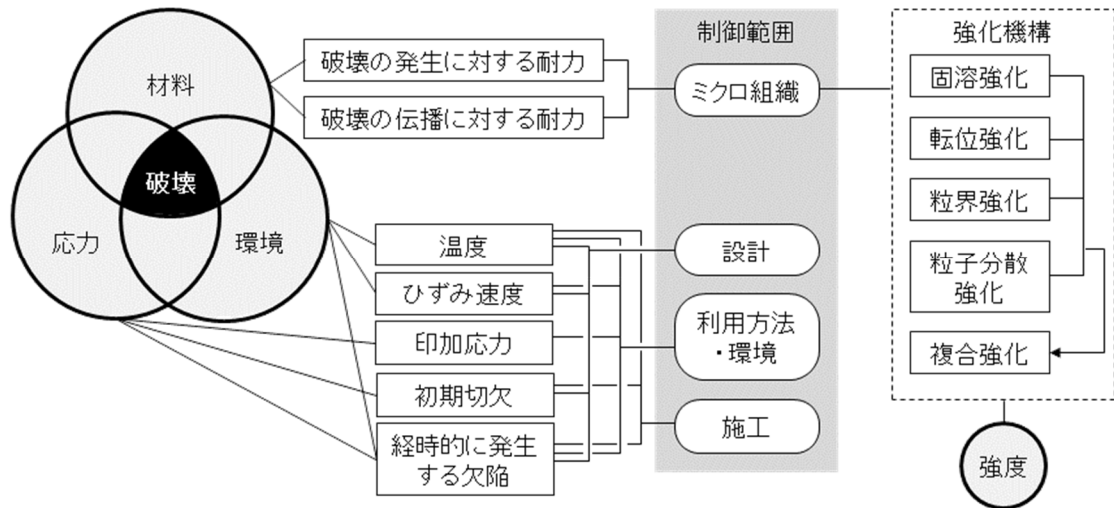


Fig. 1.23 鉄鋼材料における破壊現象の支配因子 (文献[136]を参考に筆者作成)

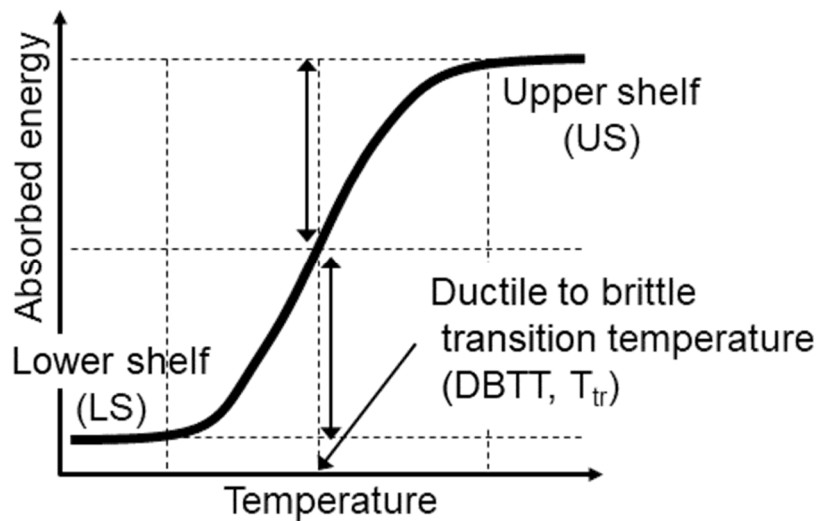


Fig. 1.24 シャルピー衝撃試験における吸収エネルギーの遷移挙動 (模式図) [125,129]

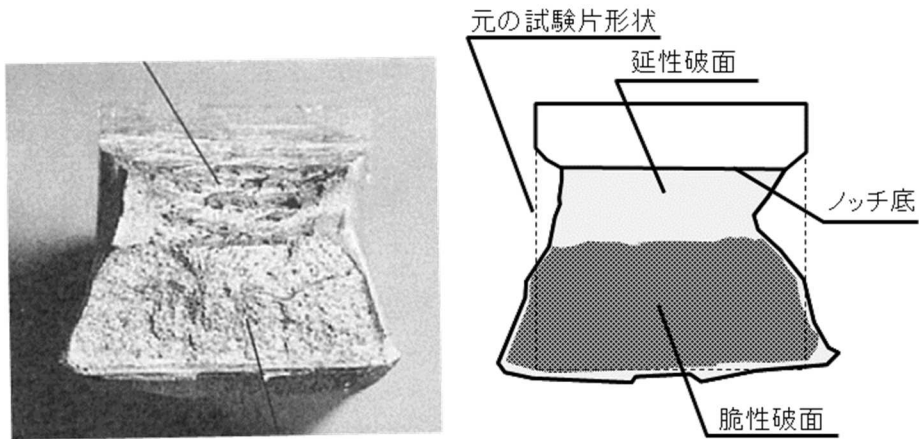


Fig. 1.25 遷移温度域で破壊したシャルピー衝撃試験片の破面写真[138]および模式図

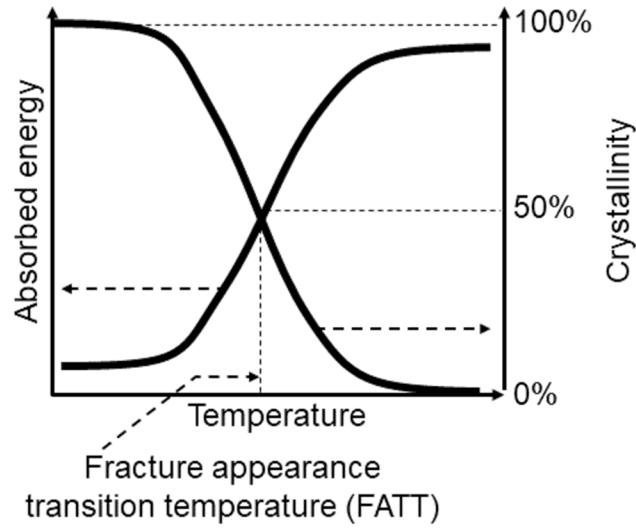


Fig. 1.26 シャルピー衝撃試験における吸収エネルギーと破面率の遷移挙動 (模式図) [125,129]

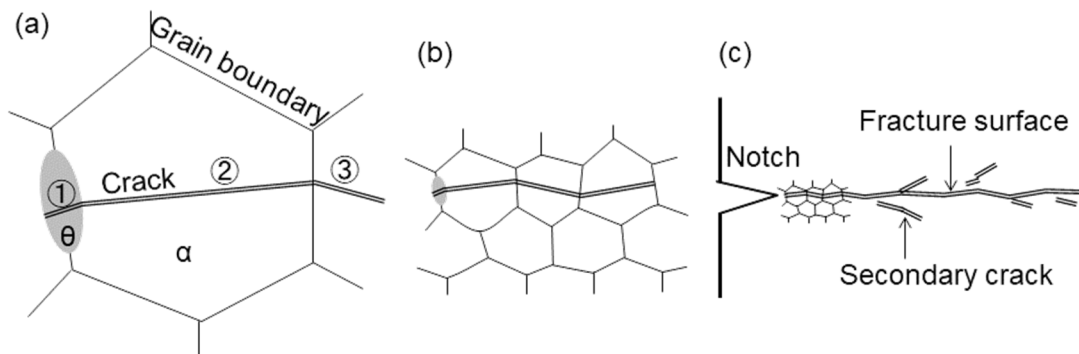


Fig. 1.27 フェライトを主体とする鉄鋼材料における破壊の発生および伝播挙動の模式図[141-143]

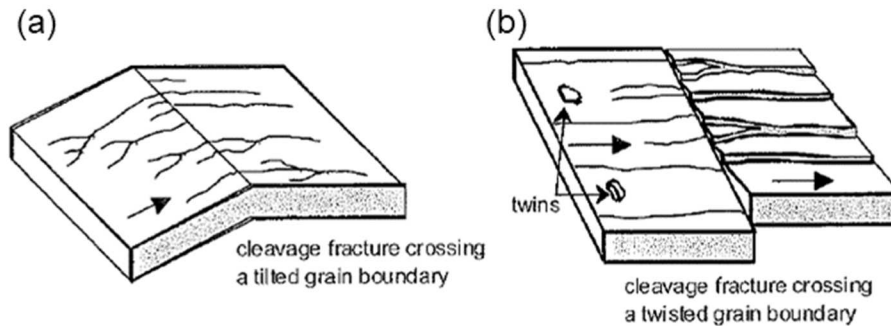


Fig. 1.28 へき開き裂の小角粒界を越えての進展（模式図） [130]

(a) 傾角粒界の場合 (b) ねじれ粒界の場合

Table 1.3 フェライトを主体とする鉄鋼材料における延性脆性遷移挙動への強化機構ごとの影響の検討事例

強化機構	強度上昇かつ靱性改善	強度上昇に伴い脆化
固溶強化	Ni添加 [164]	Mn添加 [159] S添加 [160] Al添加 [161] N添加 [162] P添加 [163]
転位強化 (加工強化)	加工硬化による靱性への影響は軽微 [167] 加工による転位源増加 [168] 加工によるサブグレイン形成 [171]	加工硬化により脆化 [166]
粒界強化 (細粒化強化)	フェライト粒径微細化 [170,171,175,Appendix 2] フェライト+セメンタイト組織微細化 [174] Nb添加 [185], Ti添加 [186], Cu (<2 wt%) 添加 [182] (α 粒径微細化 + 析出強化)	
粒子分散強化 (析出強化)		Ti, V 微細析出物 [181] Cu 析出物 (≥ 2 mass% Cu) [182]
その他 ※強度影響軽微	フェライト組織の粒界セメンタイト微細化による靱性改善 [176-178] S低減 (粗大硫化物の低減) による靱性改善 [162] 粗大TiN粒子による脆化 [187]	

Table 1.4 複合組織鋼における延性脆性遷移挙動への各組織因子の影響の検討事例

	α + 硬質相 (P, B, M)	焼戻M M主体組織	溶接熱影響部 (HAZ)	二相ステンレス	その他
硬質相 の特性	【 α +M】焼戻処理 → AE上昇[192]		焼戻処理 → DBTT低下 [206]		
	【 α +P, M】硬質相の 違いによる影響 [193]				
	【 α +B】焼戻処理 → DBTT低下 [194]				
分率	【 α +P】炭素量増加 (=P分率上昇) → DBTT上昇[195]	【焼戻M+ γ 】 残留 γ 増加 → DBTT低下 [202]	MA増加 → AE減少 [207]	α 分率増加 → DBTT上昇 [214]	【B+MA】MAの存在 → DBTT上昇 [217]
	【 α +M】M分率上昇 → DBTT低下[192,193]	【焼戻M+ γ 】 残留 γ 低減 → DBTT低下 [173]	MA増加 → DBTT上昇 [208]		
			粒内 α 増加 → DBTT低下 [209]		
サイズ	【 α +M】組織微細化 → DBTT低下[196]	【M+B】組織微細化 → DBTT低下[203]	母相 γ 粒径微細化 → DBTT低下 [210]	組織微細化 → DBTT変化無し [214]	【 α + θ (鑄鉄)]球状化 θ サイズの微細化 → AE低減 [218]
		【焼戻M】母相 γ 、 β ケット径微細化 → DBTT低下[204]	粒界 α 粗大化 → DBTT上昇 [211]		
		【焼戻M】 θ サイズによる 影響 [205]			
形態、 配置	【 α +M】Mの形態、分 散による影響 [197]		MAの形態による 脆化挙動への影響 [206,212,213]		
	【 α +M】Mの形態、分 散による影響 ※引張変 形[198,199]				
その他	【 α +P】粗大TiNの存在 → DBTT上昇 [200]	【焼戻M】 オースフォーム → DBTT低下[203]		χ 相の時効析出 → DBTT上昇 [215]	
	【 α +P】圧縮予ひずみ → DBTT上昇 [201]			時効処理 → DBTT上昇 [216]	
				冷間加工度増加 → DBTT上昇 [214]	

(マイクロ組織の略称) α : フェライト、P : パーライト、B : ベイナイト、M : マルテンサイト

γ : オーステナイト、 θ : セメンタイト、MA : martensite austenite constituent

(その他の略称) AE : 衝撃吸収エネルギー、DBTT : 延性脆性遷移温度

(色の意味) 赤 : 靱性劣化、黄 : 中立、青 : 靱性改善

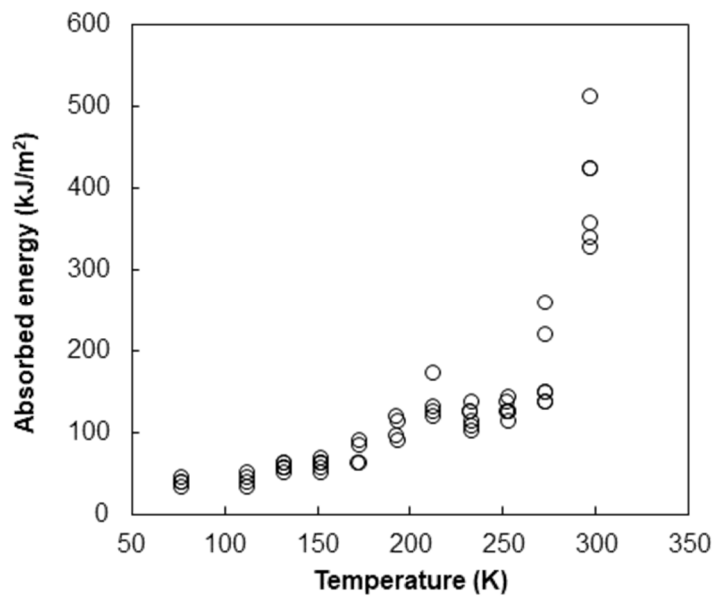


Fig. 1.29 高強度薄鋼板における吸収エネルギーの遷移挙動

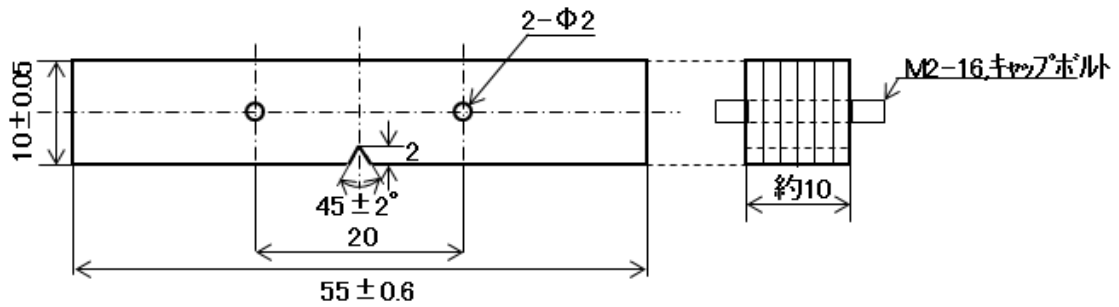


Fig. 1.30 高強度薄鋼板の評価に用いた積層シャルピー試験片 (数値は mm)

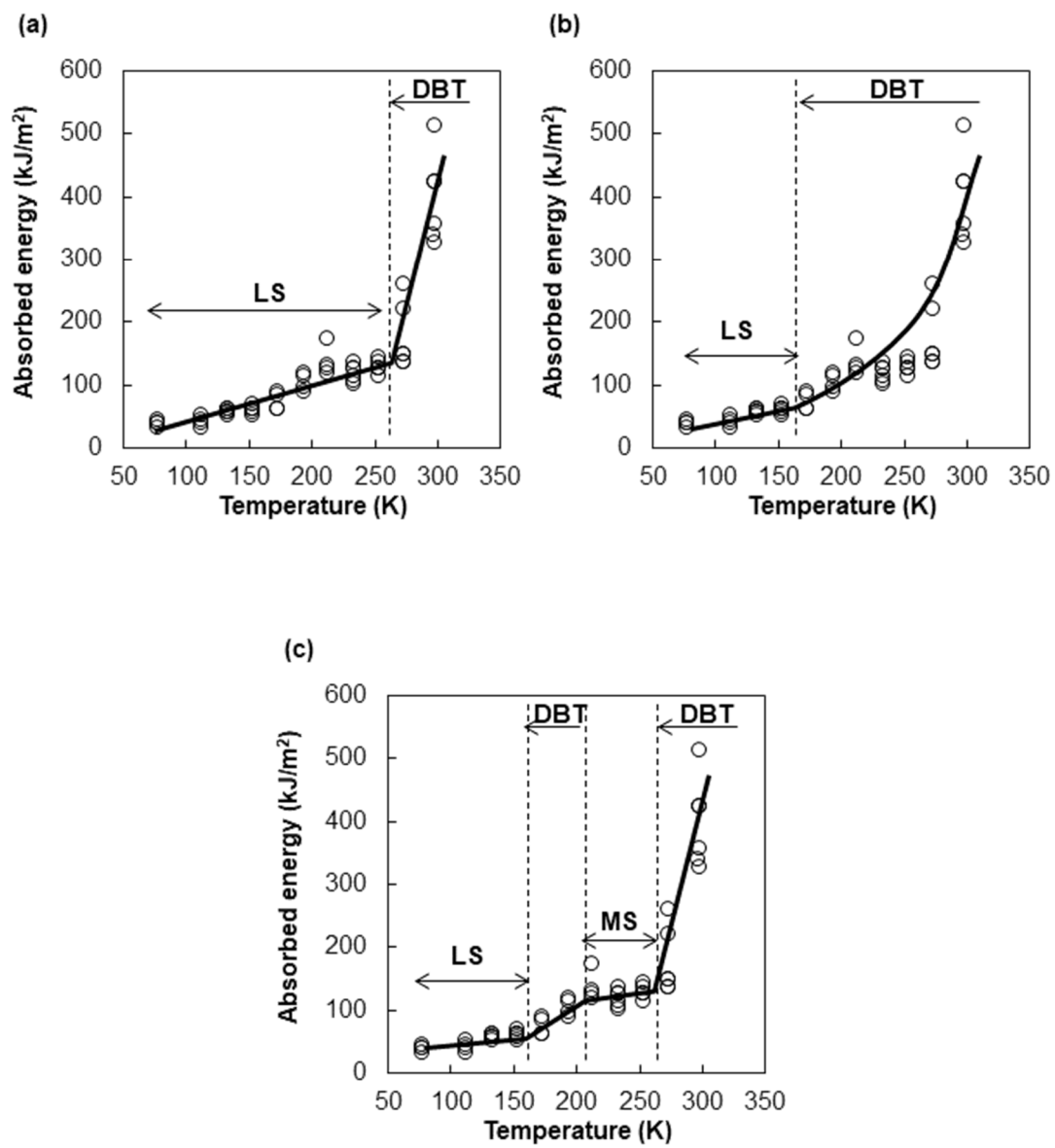


Fig. 1.31 Fig. 1.29 に示した吸収エネルギーの遷移曲線から読み取る延性脆性遷移挙動

(a)(b) 従来の捉え方 (c) 二段階延性脆性遷移挙動

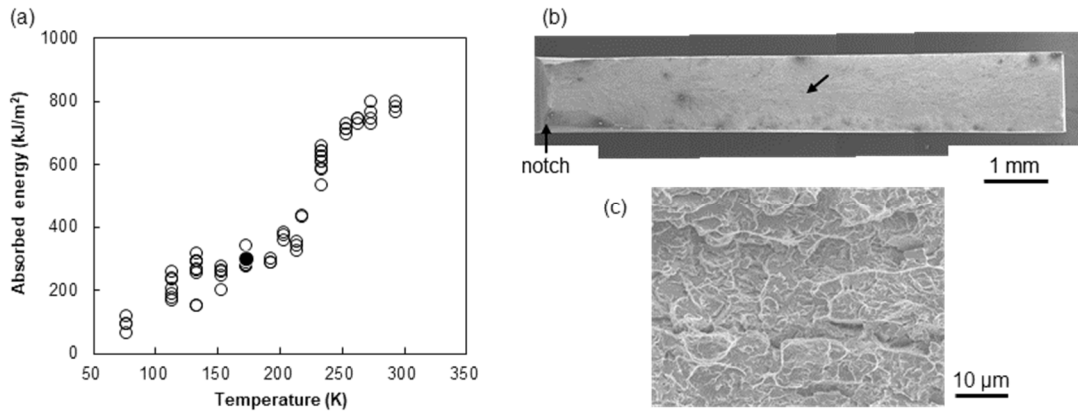


Fig. 1.32 高強度複合組織鋼板におけるシャルピー衝撃試験結果

(a) 吸収エネルギーの遷移曲線 (黒点は破面観察した試験片)

(b) 破面観察結果 (c) 破面観察結果 ((b)破面中央の矢印の先を拡大)

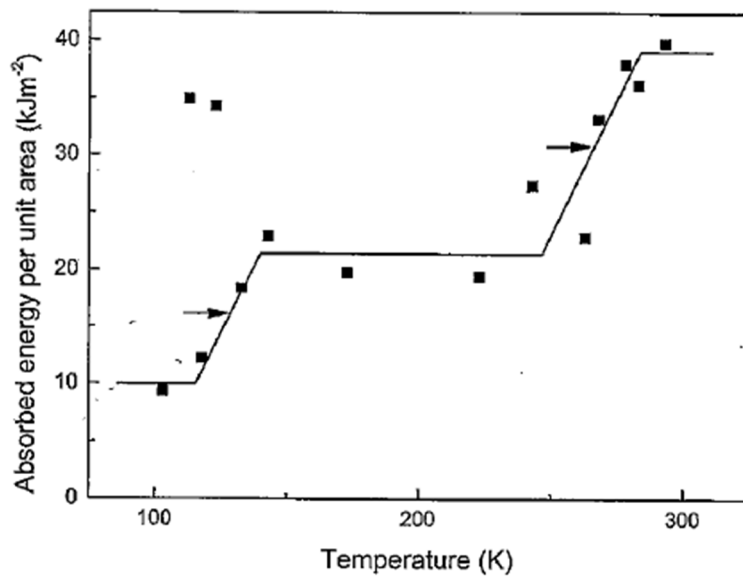


Fig. 1.33 パーライト鋼における衝撃吸収エネルギーの二段階遷移挙動[224]

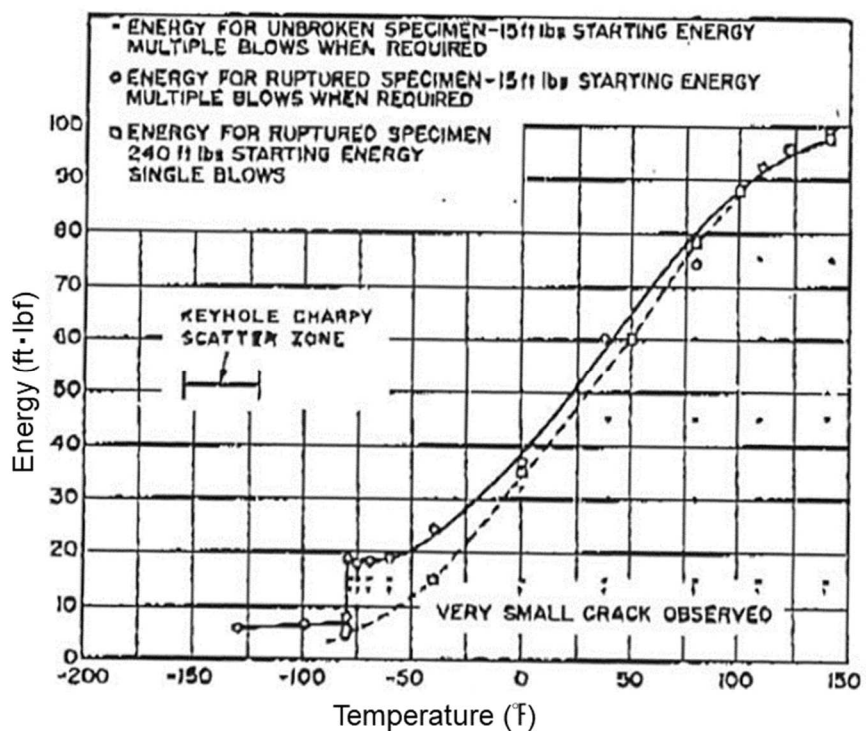


Fig. 1.34 シャルピー衝撃試験における投入エネルギーに伴う吸収エネルギー遷移挙動の変化[227]

破線：240 ft·lbf (≒ 325 J) 実線：15 ft·lbf (≒ 20J) で、破壊するまで複数回打撃

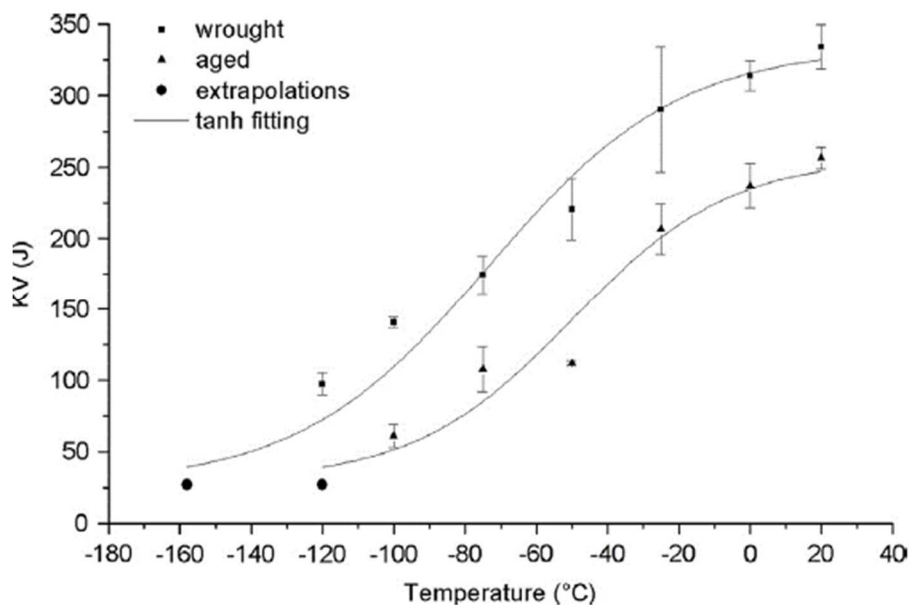


Fig. 1.35 二相ステンレス鋼における吸収エネルギーの遷移挙動[229]

Table 1.5 複合組織鋼における二段階延性脆性遷移に関する疑問、および、本論文で取り扱う章

A. 現象の 全体観	A1. 再現性、判定基準	2章、6章、 Appendix 3
	A2. 普遍性	2章、6章、 Appendix 3
	A3. 発現条件	4章、5章
	A4. 破壊の発生機構	2章、4章、5章
	A5. 破壊の伝播機構	2章、3章、5章
B. 複合組織鋼の 組織因子による 影響	B1. 構成組織の特性	5章
	B2. 構成組織の分率	4章、5章
	B3. 構成組織のサイズ	6章
	B4. 構成組織の形態、配置	
	B5. その他（予ひずみなど）	
C. 試験条件の影 響	C1. 応力集中（試験片サイズ、ノッチ形状）	6章
	C2. ひずみ速度、投入エネルギー	6章
D. その他	D1. 他の破壊現象との関係	6章
	D2. 実用上の課題との関係	

（2～5章では実験を通じて、6章では従来知見との突き合わせにより考察を行う。）

第2章 フェライト+パーライト鋼における二段階延性脆性遷移

2.1. 本章で検討する課題

本章では、複合組織からなる高強度薄鋼板における吸収エネルギーの二段階延性脆性遷移が、本質的な現象であるかを検討する。

DP 鋼として最も一般的な組織はフェライト+マルテンサイト組織であり、高強度薄鋼板として広く用いられる[1,2]。しかし、マルテンサイトの特性は固溶炭素量によって大きく変動し[3,4]、フェライト+マルテンサイト組織におけるマルテンサイトの固溶炭素量は、フェライトの分率[5]や形態[6]、あるいはMnなどの合金元素の局所的な分配[7]に応じて変わる。そのため、フェライト+マルテンサイト組織における個々のマルテンサイトの特性は、試験片間および試験片内部において、大きな偏差を持ちうる[8]。そこで、本章の実験では、供試材として塊状のフェライト粒を主体とするフェライト+パーライト組織を採用する。フェライト+パーライト組織は、徐冷中に変態を進めることでパーライトに含まれる炭素量は共析点近傍の組成となり[9]、偏差の小さい組織を再現性良く得ることができる。すなわち、吸収エネルギーのばらつきを起こす要因を無くし、延性脆性遷移挙動を精緻に評価することができる。

1.4.1 項で述べたように、破壊現象にはマクロな応力集中の程度が大きく影響する。板材端部を想定した切欠きの先端近傍における応力集中の度合いは、切欠きの深さ、先端形状に加え、板厚が大きく影響する[10]。そのため、各種破壊試験の結果には板厚が大きく影響し、シャルピー衝撃試験の場合についても多くの報告がなされている[11-13]。Appendix 3に示す高強度薄鋼板の二段階 DBT、および Sirithanakom ら[14,15]の示すそれは、いずれも板厚の薄い試験片を用いた結果であり、板厚が二段階延性脆性遷移の発現に関与する可能性がある。

Fig. 2.1 に、V 字切欠きを付与したシャルピー試験片の、板厚を変えることによる吸収エネルギーの遷移挙動の変化を示す[16,17]。なお、吸収エネルギーは試験片の初期断面積で除して規格化している。試験片の板厚が 15 mm から 1.25 mm へと薄くなると、upper shelf の吸収エネルギーは徐々に低下するが、延性脆性遷移温度は大きく低温側へ移動する。しかしながら、その遷移曲線の形状には変化は見られず、いずれの板厚においても、一般的な upper shelf から lower shelf への連続した遷移挙動を示す。吸収エネルギーへの板厚の影響は、他にも多々検討されているが[18-25]、いずれも吸収エネルギーと延性脆性遷移温度の変動について述べられており、二段階延性脆性遷移のような、遷移曲線の形状の変化は言及されていない。このことから、試験片の板厚は延性脆性遷移挙動への影響因子ではあるものの、二段階延性脆性遷移を起こす決定因子ではないと言える。

以上の判断のもと、本研究におけるシャルピー衝撃試験は、サブサイズ試験片を用いて行った。

2.2. 実験手法

ここでは本章における実験手法を示す。なお、第3章以降における実験において、同様の手法を取る場合は再度の記述は行わず、本項へ言及するに留める。

2.2.1. 供試材

供試材は、実験室で作成したフェライト+パーライト鋼である。以下、この供試材をFP材と呼ぶ。0.15C-1.77Si-1.48Mn-0.005P-0.001S-0.001N (数字はwt%)の化学組成を有する鋼塊を真空溶解によって作成した。炭素は、フェライトを主体とするフェライト+パーライト組織とするため、共析組成の20%程度とした。Si、Mnは高強度鋼板に広く用いられる元素であり、特に、Siはフェライトを脆化させ、延性脆性遷移を起こしやすくして本研究の目的を達成しやすくなるよう、添加した[26,27]。また、粒界破壊を起こしやすくするP[28]、破壊の起点となる粗大な硫化物[29]や窒化物[30,31]を発生させるSおよびNは、複合組織化による影響を見極めるうえで障害となるため、それらの含有量は極力低減した。

この鋼塊に、1173 K以上の温度域で熱間圧延を施し、2.5 mmまで圧延後、室温まで空冷して塊状フェライトを主体とする組織を得た。更に、フェライト+オーステナイト二相域である1033 Kに加熱し、共析温度よりも低い873 Kまで空冷し、Ar雰囲気炉に入れて873 Kで1時間保持したのち水冷して、フェライト+パーライト組織を得た。

Fig. 2.2に、FP材のマイクロ組織の電解放出型走査型電子顕微鏡 (FE-SEM, field-emission scanning electron microscope, JEOL-6500F)での観察によって得られる二次電子像を示す。試験片は鋼板の中央部から10 mm×10 mm×板厚の小片を切り出し、樹脂に埋め込んだうえで鏡面研磨を行ったのち、3%ナイトールで腐食した[32]。観察は、TD (transverse direction)面を観察面として、シャルピー衝撃試験において応力集中が最も大きくなる[10]板厚の1/2の箇所において行った。図中に示す「 α 」および「P」は代表的なフェライト粒および島状のパーライト領域である。フェライトの形状は塊状であり、切断法[33]によって求めた平均粒径は14 μm であった。島状のパーライトはフェライト粒の間に存在しており、ポイントカウンティング法[34]によって求めたパーライトの体積分率は15%であった。

FP材の鋼板から、JIS規格：JIS Z 2241 (金属材料引張試験方法) [35]に記載の13号試験片を作

成した。引張試験には ZwickRoell 製万能試験機 (Zwick Z250) を用いた。引張軸が圧延方向 (RD, rolling direction) に平行となるように試験片を採取した。ひずみゲージの長さは 50 mm、初期ひずみ速度は 3.3×10^{-3} である。Table 2.1 に、引張試験結果として、上降伏点 (UYP, upper yield point)、0.2%耐力 ($\sigma_{0.2\%}$)、最大引張強度 (TS, tensile strength)、全伸び (El, total elongation) を示す。

2.2.2. シャルピー衝撃試験

温度の変化に伴う延性脆性遷移をシャルピー衝撃試験によって評価する。試験には Fig. 2.3 に示すサブサイズのシャルピー V 字切欠き (CVN : Charpy V-notched) 試験片を用いた。試験片のサイズは、TD 方向に 55 mm、RD 方向に 10 mm とした。残りの一辺 (ND, nominal direction) は板厚のままとし、2.5 mm である。Fig. 2.3 に示すように、試験片の中央に深さ 2 mm の V 字切欠きを付与し、破壊が RD 方向に伝播するようにした。試験には、テークスグループ (現 : 東京衡機) 製シャルピー式衝撃試験機 CI-300D を用いた。投入エネルギーは 300 J、打撃速度は 5.07 m/s である。また、試験の前後に試験片を置かずに空振りさせ、その際のエネルギーの減衰量を算出し、試験機内の摩擦等によるエネルギー損失として、吸収エネルギーから控除して補正した。

試験片の温度は試験片中央に熱電対を貼って管理した。173 K から 353 K の間では、試験片を所定の温度に調整したエタノールないし温水に漬け、試験片の温度が試験温度で安定してから、試験を行った。153 K 以下では、いったん液体窒素に漬け、取り出して所定の温度に到達するのを待って、即座に試験を行った。また、3 章以降において、353 K を超える温度で試験を行う際には、試験片を所定の温度に加熱したシリコンオイル浴に漬け、試験片の温度が試験温度で安定してから、試験を行った。

2.2.3. 破面および破面直下の観察

延性脆性遷移挙動を評価し、理解するため、シャルピー衝撃試験後の試験片の観察を行った。観察として、FE-SEM を用い、破面観察および結晶方位解析を行った。Fig. 2.4 にそれぞれの観察を行った方向を示す。破面観察は破面を見下ろす形で、TD 方向から破面全体を観察した。また、ノッチ底から 0.5~1.0 mm 離れた、板厚の 1/2 の箇所において、1000 倍以上の高倍率での観察を行った。

結晶方位の解析は、破壊した試験片を切断し、樹脂に埋めた後、板厚の 1/2 にある ND 面を観察面とするように、乾式研磨、湿式研磨、電解研磨を順次行って鏡面として行った。FE-SEM を用い、ノッチ底から 0.5~1.0 mm 離れた、破面の直下に当たる部位において、電子線後方散乱回折 (EBSD, electron backscattering diffraction) 法を用い、測定点における結晶方位を連続して測定した[36]。EBSD

法による測定には OIM Data Collection ver. 6 を、得られたデータの解析には OIM Analysis ver. 6 を、それぞれ用いた。測定ステップは $0.2\ \mu\text{m}$ とした。

第 2 章では、結晶方位解析の結果から、フェライト粒ごとの粒内方位分散 (GOS, grain orientation spread) を求めた。GOS は、大角境界に囲まれた 1 つのフェライト粒に対し、その内部のすべての測定点間での平均結晶方位差を求めた値である[37]。この値は、変態あるいは再結晶ままの塊状フェライト粒では小さいが、ひずみを受けることで増大する[38]。なお、本研究では 10° 以上の方位差を持つ大角境界を粒界とした。また、観察面において微細な粒は粒全体の大部分が観察面の上下に隠れてしまうため、そのような粒での GOS は粒全体の結晶方位の分散を反映しない。よって、円相当径が $4.0\ \mu\text{m}$ 以上となる結晶粒を十分に大きいと判断して GOS を求め、 $4.0\ \mu\text{m}$ 未満の粒は GOS の解析では無視した。

2.3. 実験結果

2.3.1. シャルピー衝撃試験

Fig. 2.5 に、FP 材における、77 K から 353 K までの間での CVN 吸収エネルギーの変化を示す。FP 材では、300 K から 173 K までの間が、吸収エネルギーが温度の低下に伴って小さくなる延性脆性遷移領域である。その間における吸収エネルギーの低下度合いは一様ではなく、300 K から 253 K までの間に、upper shelf ($1250\ \text{kJ/m}^2$) から中間レベルの $600\ \text{kJ/m}^2$ まで減少し、193 K から 173 K の間に、そこから $100\ \text{kJ/m}^2$ の lower shelf まで低下する。そして、その 2 つの遷移の間である 253 K から 193 K の間では吸収エネルギーが安定している、middle shelf (MS) [14,15] と呼ぶべき領域があり、1 章および Appendix 3 に示した二段階延性脆性遷移が認められる。

延性脆性遷移領域における破面の変化をしめす。Fig. 2.6 に、upper shelf に対応する 323 K において破壊した試験片の、破面全面およびその一部を拡大した写真を示す。試験片は大きく塑性変形しており、その破面は全面が多数のディンプルに覆われたマイクロボイド連結型破面 (MVCFS : microvoid coalescence fracture surface [39]) であった。一方、Fig. 2.7 に示す写真は lower shelf に対応する 153 K において破壊した試験片の破面である。試験片には、ノッチ底近辺が僅かに塑性変形しているが、全体の形状には大きな変形は認められない。また、破面を拡大すると、ディンプルをほとんど含まない、典型的な脆性破面であった。この破面は、マクロには非常に平坦であり、Fig. 2.6 に示す upper shelf における破面とは容易に区別することができる。

Fig. 2.8 に、middle shelf に対応する 213 K における破面の、マクロ観察結果および拡大写真を示

す。Fig. 2.8 のマクロ観察結果からは、lower shelf で破壊した試験片と比べ、ノッチ底近辺の塑性変形量は大きいものの、全体の形状の変化は小さく、また、破面全体は平坦であり、Fig. 2.7 に示す lower shelf における破面のマクロ観察結果とほとんど違いが認められなかった。また、拡大して詳細に観察しても、Fig. 2.8 に示す通り、破面にはディンプルがほとんど認められない、lower shelf における破面の拡大写真とよく似た様相の破面であった。

ここで、Fig. 2.7 と Fig. 2.8 で示した試験片の吸収エネルギーは、それぞれ、 120 kJ/m^2 と 530 kJ/m^2 であり、大きく異なっている。このことから、破面の様相は相似であるが、この2つの試験片で見られる平坦でディンプルをほとんど呈さない破面を同じものとして扱って良いか、シャルピー衝撃試験の結果のみからは判断できない。すなわち、middle shelf における吸収エネルギーは upper shelf の50%近くと大きく、Appendix 1 にて言及するように、その破面の様相を「脆性破面」と呼称するのは不適切と考えられる。また、吸収エネルギーの大きく異なる破壊現象の伝播面であり、middle shelf での破面が、lower shelf での破面に対して一般に言われるフェライトの{001}面において伝播する、「へき開破面[40,41]」であると破面観察のみから断じることも困難である。以上の点から、本研究では lower shelf、middle shelf それぞれに限定せず、このようなマクロに観察すると平坦であり、かつ、ディンプルをほとんど含まない破面を、「低エネルギー破面 (LEFS: low energy fracture surface)」と呼称し、upper shelf における破面を覆う MVCFS と区別することにする。

Fig. 2.9 に upper shelf から middle shelf への遷移域にあたる 298 K での破面のマクロ観察結果と、その模式図を示す。この破面には、ディンプルからなる MVCFS と、平坦な LEFS とが存在している。LEFS は、模式図の通り、板厚の1/2の箇所、および、ノッチから遠い箇所に主に存在している。一方、MVCFS は試験片の表面に近い箇所に存在する。

Fig. 2.10 に SEM によって観察する破面全体の面積に対して LEFS が占める割合の遷移挙動を示す。LEFS は吸収エネルギーの低下が始まると同時に現れ、温度の低下に伴いその面積を拡大する。MS ではその割合は90%を超え、Fig. 2.8 に示した通り、ほぼ全面が LEFS に覆われる。その後は、温度低下に伴う破面の顕著な変化は認められない。

一般に、破面率の遷移挙動は吸収エネルギーの遷移挙動と対応するとされる[42,43]。Fig. 2.11 に遷移温度域における吸収エネルギーと延性破面率の関係の例を示す[44,45]。吸収エネルギーは延性破面率の低下（すなわち脆性破面率の上昇）に伴って低下しており、両者には概ね比例の関係が認められる。（なお、この図は、実際に破壊した船舶において、破壊が認められた鋼板の破壊様式とその鋼板のシャルピー衝撃試験結果とを整理したものである。）

同様に、今回のシャルピー衝撃試験結果から得られる LEFS の破面率と吸収エネルギーとの関係

を Fig. 2.12 に示す。結果は Fig. 2.11 とは大きく異なり、1本の直線では両者の関係を整理することはできない。試験結果は、LEFS 破面率が 0%の upper shelf、破面率がほぼ 100%で吸収エネルギーが中程度の middle shelf、そして、破面率がほぼ 100%で吸収エネルギーが 100 kJ/m²程度と小さい lower shelf、の3か所に集積している。また、upper shelf と middle shelf の間の遷移温度域にある点は、upper shelf と middle shelfMS の2つの集合の間に位置しており、この間において破面率と吸収エネルギーとは比例の関係にあった。

2.3.2. 破面直下の結晶方位解析

一般的には、吸収エネルギーの遷移途上では破面率も遷移途上であるとされる[42,43]が、middle shelf では吸収エネルギーは中程度であるにも関わらず、破面の様態は lower shelf と相似であった。しかしながら、破面は相似であっても、吸収エネルギーは大きく異なるため、middle shelf と lower shelf では異なる過程で破壊が進行すると考えられる。そこで、破壊の形態を更に詳細に調べるため、破面直下の組織の結晶方位解析を行った。Fig. 2.13 に middle shelf において破壊した試験片の破面の、ノッチ底近傍の拡大写真を示す。破面のマクロな様相より、破壊の起点はこの周囲にあると推定されるが[46]、今回の観察では明瞭な起点は確認できなかった。そこで、起点近傍と推定され、LEFS を呈する、ノッチ底から 0.5~1.0 mm 離れた板厚の 1/2 の箇所を観察した。この領域は、明瞭なシェブロンパターン[47]が確認される、破壊が初期に伝播した領域である。

破面直下の組織の観察に先立ち、Fig. 2.14 に破壊試験前の試験片（以下、初期材）での結晶方位解析結果を示す。Fig. 2.14(a)はフェライトの結晶方位を表す bcc 相の逆局点図 (IPF: Inverse Pole Figure) マップであり、図中の黒線は方位差が 10° 以上の大角境界を表す。Fig. 2.2 に FE-SEM での観察結果を示したとおり、初期材が塊状で等軸なフェライトを主体とすることが Fig. 2.14(a)からも分かる。図中に矢印で指し示す箇所は島状パーライトである。パーライトはラメラ状に積層したフェライトとセメンタイトからなり、多量のセメンタイトを含むため、bcc 相（フェライト）の菊池パターンが不鮮明となり、測定結果として得られる Image Quality (IQ) 値が周辺のフェライトに比べて低下する[48]。また、パーライト中のフェライトの結晶方位は、その周辺の塊状フェライトの結晶方位と近く、IPF マップでは両者の間に大角境界が存在しない場合が多い。これは、パーライトの生成が塊状フェライトとオーステナイトとの相境界で起こるため、塊状フェライトの結晶方位を引き継ぐためである[49]。

IPF マップから、塊状フェライト粒内の結晶方位は一樣に見える。Fig. 2.14(b)に、フェライト粒内の結晶方位分布として、各々のフェライト粒内に示す黒点の結晶方位を基準点として、各粒内で

そこからの方位差が小さい測定点を青とし、方位差が大きくなるにつれて黄から赤へと色を変化させて示す。初期材では、フェライト粒内の方位変動はほとんどなく、方位差が 1° 未満であることを示す青色で全面が塗られている。

lower shelf にあたる 153 K で破壊した試験片（以下、LS 材）の破面直下の解析結果を示す。Fig. 2.15(a) は IPF マップである。破壊は図の左から右へ向かって進行しており、マップ上部の黒い部分が破面上部であり、それ以外の黒い部分は二次き裂（microcrack）である。IPF マップにおける組織の様相は、破壊にも関わらず、Fig. 2.14(a) に示したシャルピー衝撃試験前の組織と同じに見える。破面および二次き裂近傍のフェライト粒内の方位分布を測定すると、Fig. 2.15(b) に示す通り、最大で 5° 程度の方位差が生じており、塑性変形が起きたことが分かる。しかしながら、フェライト粒内のほとんどは方位差の小さい青色で示されており、変形はほとんど起こっていない。Fig. 2.15(c) に、二次き裂近傍の IPF マップ上に、二次き裂に接しているフェライト粒の結晶方位を表す単位格子を重ねて示す。二次き裂はフェライト粒の $\{001\}$ 面に沿って貫通している場合が多い。このことから、lower shelf における破壊は $\{001\}$ 面におけるへき開破壊によって伝播したと考えられる。（破面トレースの結晶方位解析は 3 章で詳述する。）

同様に、middle shelf にあたる 213 K で破壊した試験片（以下、MS 材）の破面直下の解析結果を示す。Fig. 2.16(a) の IPF マップでは、図の上部にある広い黒色領域が破面上部であり、破壊は左から右へ進行した。二次き裂は破面の直下に多数存在する。フェライト粒の形状は塊状であるが、結晶方位を表す粒内の色が大きく変化しており、また、矢印で示すように粒内に $2\sim 10^\circ$ の小角境界が多数発生している。このことから、破面直下における組織は大きく塑性変形していると考えられる。Fig. 2.16(b) にフェライト粒内の結晶方位分布を示す。フェライト粒の中央に置いた基準点に対し、方位差が 10° を超える赤い領域が個々のフェライト粒内で広く発生していることが分かる。

塑性変形の程度を比較するため、フェライト粒ごとにその平均的な方位変動を表す GOS を求め、その分布を求めた。Fig. 2.17 に、LS 材、MS 材の破面直下、および初期材のマイクロ組織における GOS の分布を比較して示す。初期材では、過半のフェライト粒における GOS は 1° 未満であり、GOS が 2° 以上となるフェライト粒はほとんど存在しない。LS 材の破面直下では、GOS が全体的に 0.5° 程度増大するものの、分布の様相は初期材と相似である。LS 材における GOS のピークは 1° であり、GOS が 3° 以上となるフェライト粒はほとんど存在しない。一方、MS 材の破面直下における GOS の分布は初期材、LS 材とは全く異なる。MS 材では、GOS が大きく増大し、GOS が 2° 以下のフェライト粒はほとんど見られない。MS 材では、初期材および LS 材ではほとんど見られなかった、 $4\sim 5^\circ$ の GOS を示すフェライト粒が多く、ピークを形成している。

以上のことから、lower shelf である 153 K では、破壊は塑性変形をほとんど伴わずに発生し、伝播するのに対し、middle shelf である 213 K では試験片全体が破壊する前に大きな塑性変形を受けたと言える。middle shelf における吸収エネルギーは lower shelf に対して非常に大きいことから、この塑性変形によって衝撃を吸収したものと考えらえる。

2.4. 考察

2.4.1. 二段階延性脆性遷移現象の理解

実験結果を Table 2.2 にまとめる。供試材のシャルピー衝撃試験では、upper shelf と lower shelf との間に、吸収エネルギーが中位で安定する middle shelf が、253 K から 193 K にかけて認められた。middle shelf における破面は、ディンプルを含まない平坦な破面、LEFS によりほぼ全面が覆われており、破面観察からは lower shelf における破面との明瞭な差異は認められなかった。一方、破面直下のマイクロ組織に対する結晶方位解析により、middle shelf では破壊に先立って大きな塑性変形を受けていることが分かった。lower shelf における破壊では破面直下の組織はほとんど塑性変形を受けておらず、MS 材と LS 材とでは破面の様相が相似でありながら、破面直下の組織の特徴は異なっていた。

Fig. 2.18 に一般的な延性脆性遷移挙動の理解を示す[50]。高温では塑性変形によってボイドが発生し、成長して、連結する延性破壊[13,39]が起り、衝撃吸収エネルギーの遷移曲線は高い吸収エネルギーで安定する upper shelf を描く。upper shelf における破面は、全面が MVCFS となる。温度の低下に伴い、吸収エネルギーは連続して低下し、低位で安定する lower shelf に至る。lower shelf における破面は、本研究では LEFS と呼称する、ディンプルをほとんど含まない平坦な破面である。lower shelf では、粒界破壊 (GBF : grain boundary fracture) [51,52]、へき開破壊 (CF : cleavage fracture) [40,41]、あるいは擬へき開破壊 (QCF : quasi-cleavage fracture) [11,39]、そしてそれらの混在した破壊 [53-56]が起こるとされ、発現する破壊は材料や試験片によって、あるいは実験条件によって、変化する。upper shelf と lower shelf の間では、MVCFS と LEFS が共存し、LEFS が破面に占める割合に比例するように、吸収エネルギーが低下する[42-45]。

Fig. 2.19 に、今回観察された middle shelf を伴う二段階延性脆性遷移挙動を、同様にまとめて示す。高温では、吸収エネルギーが高位で安定する upper shelf を示し、破面は MVCFS となることは、一般的な理解と同様である。温度の低下に伴い吸収エネルギーは低下するが、lower shelf よりも高いレベルで一度安定する middle shelf を示す。middle shelf における破面は、ほぼ全面が LEFS であり、

upper shelf から middle shelf に至った時点で、MVCFS はほとんど見られなくなる。middle shelf では、破面周辺のマイクロ組織は破壊に先立って大きな塑性変形を受ける。この破壊の形態は、Odette ら[39] の定義する擬へき開破壊に即している。以降、本研究では middle shelf で見られる大きな塑性変形を受けた後に LEFS を呈して破壊する事象を擬へき開破壊とみなして述べる。更に温度を低下させると、middle shelf から吸収エネルギーが低下し始め、低いレベルで安定する lower shelf を示す。この間、破面の様相は LEFS のままで変化は認められないが、マイクロ組織が塑性変形をほとんど受けずに{001}面に沿って破壊する、へき開破壊へと破壊現象は遷移する。

このように、二段階延性脆性遷移とは、マイクロボイドの連結による破壊から擬へき開破壊への第一遷移と、擬へき開破壊からへき開破壊への第二遷移との、3つの異なる破壊現象の間での2つの個別の遷移によって起きる現象である、と理解することができる。

2.4.2. 破壊発生モデル

Fig. 2.18 に示した一般的な延性脆性遷移が起こる理由について、Orowan[57]は Fig. 2.20 に示す図を用いた説明を提案している。高温では、降伏応力 (σ_Y) は低く、小さな負荷で塑性変形を開始する。一方、へき開破壊を起こすために必要な応力 (σ_F) は大きく、容易に到達し得ないため、塑性変形が進行してボイドが発生し、連結して破壊に至る。ところが低温では、転位のパイエルスポテンシャルが大きくなり、 σ_Y は大きく上昇する。ここで、 σ_F の温度に伴う変化が小さければ、温度の低下によって σ_Y が σ_F を上回るようになる。こうなると、負荷がかかって塑性変形を始める前にへき開破壊を起こすことになり、マクロには破壊に伴う吸収エネルギーが小さい脆性破壊が起きる。吸収エネルギーおよび破面の遷移する温度 (T_t) は σ_Y と σ_F が一致する温度となる。(Orowan のモデルと実際の破壊現象との対応について、Appendix 8 に詳述する。)

この、破壊の発生によって延性脆性遷移を説明するモデルを基に、Fig. 2.19 に示した二段階延性脆性遷移の起こる機構を考える。1.5 で述べたように、Sirithanakom ら[14,15]は鋼線における衝撃試験の結果として二段階延性脆性遷移を見出し、高温側の遷移はセメントタイトが塑性変形しうるかによって、低温側の遷移はフェライトの破壊によって、それぞれ支配される現象であると推定している。Fig. 2.21 に、この推定を本項のフェライト+パーライト組織の二段階延性脆性遷移に適用して説明する図を示す。ここではパーライトを1つの組織単位(相)として捉え、Fig. 2.20 でのフェライトと同様に固有の降伏応力 (σ_{YP}) とへき開破壊応力 (σ_{FP}) を持つと考える。パーライトはフェライトよりも高強度であり ($\sigma_{YP} > \sigma_{Y,\alpha}$)、へき開破壊しやすい ($\sigma_{FP} < \sigma_{F,\alpha}$) とする。

十分に高温であれば、図中の2つの降伏応力はいずれもパーライトのへき開破壊応力よりも小さ

い ($\sigma_{FP} > \sigma_{YP} > \sigma_{Y,\alpha}$)。この場合、負荷をかけて印加応力 (applied stress) が上昇すると、最初にフェライトが、続いてパーライトがそれぞれ降伏して塑性変形を開始する[58,59]。パーライトのへき開応力は高く、容易に到達し得ないため、ボイドが発生し、連結して破壊に至る。

一方、十分に低温であれば、2つの降伏応力は大きく増大し、フェライトの降伏応力がパーライトのへき開破壊応力を上回る ($\sigma_{FP} < \sigma_{Y,\alpha} < \sigma_{YP}$)。この場合、印加応力の上昇に対して、塑性変形よりも先にパーライトでのへき開破壊が発生し、それが伝播することで、ほとんど塑性変形を起こさず、低エネルギーで破壊することになる。

中間の温度域では、パーライトのへき開破壊応力は2つの降伏応力の間に位置する ($\sigma_{Y,\alpha} < \sigma_{FP} < \sigma_{YP}$)。この場合、印加応力を上げていくと最初にフェライトの降伏応力に達し、フェライトの塑性変形が始まる。更に印加応力を上げると、フェライトの塑性変形は進行するが、パーライトでの降伏が起こる前にパーライトのへき開破壊応力に達するため、パーライトではへき開破壊が発生する。ここで、塑性変形した組織において破壊が容易に伝播するならば、パーライトでのへき開破壊の発生を起点としてマクロな破壊に至ることができる。そして、破壊に先んじてフェライトが塑性変形することによって、衝撃のエネルギーの一部は吸収される。また、仮に破壊の伝播に要するエネルギーが低温でのへき開破壊の伝播によるものよりも大きければ、その分のエネルギーも吸収エネルギーとして現れることになる。

すなわち、Fig. 2.21 に示すように、2つの相からなる鋼材では、印加応力の上昇に対し、高温ではボイド発生による破壊が起こり、低温では塑性変形を伴わないへき開破壊が起こり、中間では塑性変形が進行したのちに低エネルギーで破壊する擬へき開破壊を生じることから、Fig. 2.19 に示した二段階延性脆性遷移を表現することができる。ここで、upper shelf から middle shelf への遷移温度 (T_{UM}) はパーライトのへき開応力と降伏応力とが一致する温度であり、middle shelf から lower shelf への遷移温度 (T_{ML}) はパーライトのへき開応力とフェライトの降伏応力とが一致する温度となる。(この二段階延性脆性遷移の破壊発生モデルについて、Appendix 8 にて Orowan のモデルからの複合組織への拡張の手順を詳述する。また、Appendix 9 では、このモデルを用いて定性的に破壊発生挙動を考察するにあたって、モデルの確からしさを半定量的に確認している。)

以上、考察してきた3つの破壊機構について、それらの模式図を Fig. 2.22 にまとめて示す。横軸を損傷 (damage)、縦軸を塑性変形 (plastic deformation) として整理する。Fig. 2.19 に示すとおり、二段階延性脆性遷移ではマイクロボイド連結型破壊、擬へき開破壊、へき開破壊の3つの破壊機構が見られた。upper shelf で見られるマイクロボイド連結型破壊 (MVCF) は、初期組織が塑性変形し、塑性変形の進行によってパーライト内部やその周辺でボイドが発生し[60]、ボイドが成長、連

結して破壊に至る。middle shelf で見られる擬へき開破壊 (QCF) は、初期組織が塑性変形するが、ボイドの発生が起こる前にパーライトでへき開破壊が起こってき裂が発生し、そのき裂がボイド発生を伴わずに低エネルギーで伝播することによって破壊に至る。lower shelf で見られるへき開破壊 (CF) は、初期組織が塑性変形する前にパーライトでへき開破壊が起こってき裂が発生し、そのき裂がボイド発生を伴わずに低エネルギーで伝播することによって破壊に至る。

へき開破壊におけるき裂は、Fig. 2.15(c)に示す通り、 $\{001\}$ 面に沿って起こるへき開破壊によって伝播したと推定される。一方の擬へき開破壊におけるき裂は、伝播に当たって多量のボイドを発生させることはないが、どのような形態で伝播しているのかは不明である。伝播の形態は、第3章において破面および二次き裂のトレース解析を行い、明らかにする。

2.5. 小括

本章では、単純なフェライト+パーライト組織を有する高強度薄鋼板を用い、2.5 mm 厚のサブサイズ CVN 試験片を用いたシャルピー衝撃試験において、温度低下に伴う延性脆性遷移挙動を調べ、下記の知見を得た。

1. upper shelf から lower shelf への遷移の途上で、253 K から 193 K の広い温度範囲において、吸収エネルギーが両者の中間で安定した。この安定領域を middle shelf と呼称する。
2. upper shelf での破面はディンプルに覆われた MVCFS であり、典型的な延性破面であった。middle shelf および lower shelf における破面はともにディンプルをほとんど含まない平坦な破面、LEFS に覆われており、両者を見分けることは困難であった。
3. middle shelf における破壊では、破面直下のフェライト粒は破壊に先立って大きく塑性変形していた。一方、lower shelf における破壊では、破面直下のフェライト粒はほとんど塑性変形していなかった。
4. この検討で得られた延性脆性遷移は、異なる2つの段階からなる。高温側の第一遷移は、ボイドの成長と連結によって破壊に至るマイクロボイド連結型破壊から塑性変形の後にディンプルを伴わずに平坦な破面で破壊する擬へき開破壊への遷移である。低温側の第二遷移は、擬へき開破壊から塑性変形を伴わずに破壊が発生し、 $\{001\}$ 面を伝って伝播するへき開破壊への遷移である。
5. Orowan の提唱する延性脆性遷移を説明する破壊発生モデルを基に、二段階延性脆性遷移を

説明するモデルを構築した。このモデルでは、第一遷移はパーライトの降伏応力がパーライトのへき開破壊応力を上回ることで、第二遷移はフェライトの降伏応力がパーライトのへき開破壊応力を上回ることで、それぞれ起こる。middle shelf となる温度域では、パーライトのへき開破壊応力がフェライトの降伏応力より大きく、パーライトの降伏応力より小さいため、フェライトのみ塑性変形を起こしてパーライトでへき開破壊が発生することで、擬へき開破壊が生じると捉えることができる。

参考文献（2章）

1. 松田広志, 弘中諭, 三浦正明, 水井直光, 吉永直樹 : ハイテンハンドブック, 自動車用材料共同調査研究会編, 日本鉄鋼協会, 2008, 33
2. N. Fonstein : Automotive Steels: Design, Metallurgy, Processing and Applications, edited by R. Rana and S.B. Singh, Elsevier, 2017, 169
3. E.C. Bain and H.W. Paxton : Alloying elements in steel, 2nd Ed., ASM, 1961, 37
4. G. Krauss : Mater. Sci. Engng., A273-275, 1999, 40
5. N. Fonstein : Advanced High Strength Sheet Steels: Physical Metallurgy, Design, Processing, and Properties, Springer International Publishing, Switzerland, 2015, 139
6. H.-D. Wu, G. Miyamoto, Z.-G. Yang, C. Zhang, H. Chen, and T. Furuhashi : Acta Mater., 149, 2018, 68
7. K. Zhu, H. Chen, J.-P. Masse, O. Bouaziz, and G. Gachet : Acta Mater., 61, 2013, 6025
8. I. Pushkareva, C.P. Scott, M. Gouné, N. Valle, A. Redjaimia, and A. Moulin : ISIJ Int., 53, 2013, 1215
9. 高木節雄, 津崎兼彰 : マテリアル工学シリーズ2 材料組織学, 朝倉書店, 2000, 59
10. 西田正孝 : 応力集中, 増補版, 森北出版, 1973, 18
11. K. Edsinger, G.R. Odette, G.E. Lucas, and J.W. Sheckherd : J. Nucl. Mater., 233-237, 1996, 342
12. A. Uehira and S. Ukai : J. Nucl. Sci. Technol., 41, 2004, 973
13. A. Pineau : Int. J. Fract., 150, 2008, 129
14. T. Sirithanakorn, M. Tanaka, and K. Higashida : Mater. Sci. Engng. A, 611, 2014, 383
15. T. Sirithanakorn, M. Tanaka, and K. Higashida : Adv. Mater. Res., 922, 2014, 706
16. R. McNicol : Weld. Res. Suppl., 1965, 385
17. K. Wallin, P. Karjalainen-Roikonen, and P. Suikkanen : Procedia Struct. Integr., 2, 2016, 3735

18. C.H. Currell : Mater. Res. Stand., 1, 1961, 91
19. O.L. Tower : metal. constr., 18, 1986, 171R
20. O.L. Tower : metal. constr., 18, 1986, 254R
21. F. Abe, T. Noda, H. Araki, M. Okada, M. Narui, and H. Kayano : J. Nuc. Mater., 150, 1987, 292
22. D.J. Alexander and R.L. Klueh : Charpy Impact Test: Factors and Variables, ASTM STP 1072, Ed. J.M. Holt, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1990, 179
23. H. Kurishita, H. Kayano, M. Narui, and M. Yamazaki : J. Nuc. Mater., 212-215, 1994, 1682
24. A. Kimura : ASTM special technical publication, 1329, 1998, 110
25. A. Shekhter, E.V. Pereloma, and S.P. Ringer : Mater. Sci. Tech., 17, 2001, 141
26. W.W. Gerberich, Y.T. Chen, D.G. Atteridge, and T. Johnson : Acta metall., 29, 1981, 1187
27. N.J. Petch : Acta metall., 35, 1987, 2027
28. 木村宏 : 鉄と鋼, 79, 1993, N754
29. M. Mäntylä, A. Rossoll, I. Nedbal, C. Prioul, and B. Marini : J. Nuc. Mater., 264, 1999, 257
30. T. Liu, M. Long, D. Chen, H. Duan, L. Gui, S. Yu, J. Cao, H. Chen, and H. Fan : J. Iron Steel Res. Int., 25, 2018, 1043
31. D.P. Fairchild, D.G. Howden, and W.A.T. Clark : Metall. Mater. Trans. A, 31A, 2000, 641
32. B.L. Bramfitt and A.O. Benscoter : Metallographer's Guide: Practices and Procedures for Irons and Steels, ASM International, Materials Park, OH, 2002, 169 および 215
33. 梅本実 : ふえらむ, 2, 1997, 731
34. ASTM E562 - 19e1 Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count ASTM International, West Conshohocken, PA, 2019
35. 日本産業規格 JIS Z 2241 金属材料引張試験方法, 2018
36. 鈴木清一 : ふえらむ, 18, 2013, 403
37. N. Allain-Bonasso, F. Wagner, S. Berbenni, and D.P. Field : Mater. Sci. Engng. A, 548, 2012, 56
38. 佐々木孔英, 釜谷昌幸, 三浦照光, 福谷耕司 : 日本金属学会誌, 74, 2010, 467
39. G.R. Odette : J. Nucl. Mater., 212-215, 1994, 45
40. S. Matsuda, T. Inoue, H. Mimura, and Y. Okamura : Trans. ISIJ, 12, 1972, 325
41. A. Pineau, A.A. Benzerga, and T. Pardoen : Acta Mater., 107, 2016, 424
42. W.D. Biggs : The brittle fracture of steel, Macdonald and Evans LTD, London, UK, 1960, 274
43. E.R. Parker : Brittle behaviour of engineering structures, John Wiley & Sons, New York, NY, 1957

44. J. Hodgson and G.M. Boyd : The Institution of Naval Architects, Quarterly Transactions, 100-3, 1958, 141
45. British Steel plc : Literature review of the fracture properties of grade A ship plate, Health and Safety Executive, Norwich, England, 1997, 12
46. C.R. Brooks and A. Choudhury : Metallurgical failure Analysis, 金属の疲労と破壊 一破面観察と破損解析一 第2版, 加納誠, 菊池正紀, 町田賢司訳, 内田老鶴圃, 2001, 227
47. C.R. Brooks and A. Choudhury : Metallurgical failure Analysis, 金属の疲労と破壊 一破面観察と破損解析一 第2版, 加納誠, 菊池正紀, 町田賢司訳, 内田老鶴圃, 2001, 96
48. B. Su, H-P. Lin, J-C. Kuo, and Y-T. Pan : Can. Metall. Q., 53, 2014, 352
49. G. Miyamoto, Y. Karube, and T. Furuhashi : Acta Mater., 103, 2016, 370
50. G. Krauss : Steels : Processing, Structure, and Performance, ASM International, Materials Park, OH, 2005, 201
51. P.A. Davies and V. Randle : J. Microscopy, 204, 2001, 29
52. H. Danninger, V. Vassileva, and C. Gierl-Mayer : Powder Metall. Prog., 17, 2017, 47
53. F. Abe, T. Noda, T. Araki, H. Okada, M. Narui, and H. Kamiya : J. Nucl. Mater., 150, 1987, 292
54. C.R. Brooks and A. Choudhury : Metallurgical failure Analysis, 金属の疲労と破壊 一破面観察と破損解析一 第2版, 加納誠, 菊池正紀, 町田賢司訳, 内田老鶴圃, 2001, 227
55. 梅澤修 : 熱処理, 50, 2010, 458
56. 阿部富士雄 : 最新 フラクトグラフィ 各種材料の破面解析とその事例, 塩谷義, 松尾陽太郎, 服部敏雄, 川田宏之 (編集) , テクノシステム, 2010, 113
57. E. Orowan : Rep. Prog. Phys., 12, 1949, 185
58. S. Allain and O. Bouaziz : Mater. Sci. Engng. A, 296, 2008, 329
59. 諸岡聡, 梅澤修, ステファヌス・ハルヨ, 長谷川浩平, 田路勇樹 : 鉄と鋼, 98, 2012, 311
60. T. Inoue and S. Kinoshita : Trans. ISIJ, 17, 1977, 251

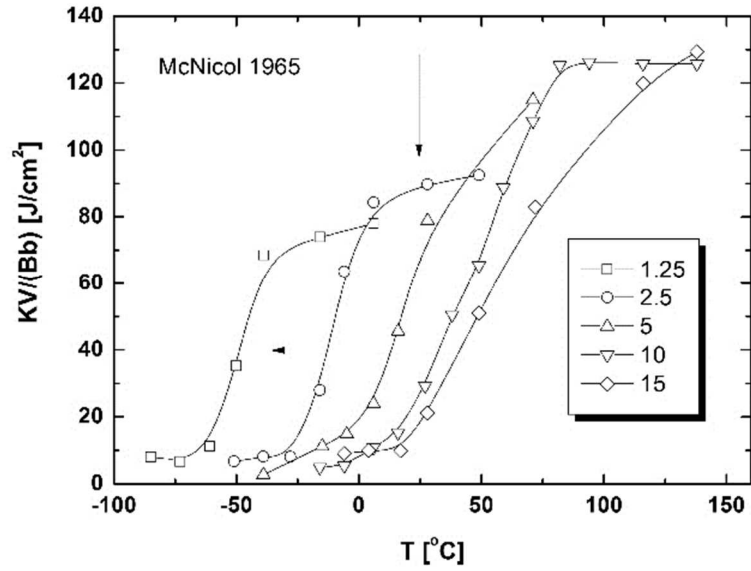


Fig. 2.1 シャルピー衝撃試験における吸収エネルギーの遷移挙動に与える試験片板厚の影響
 (凡例の数値：板厚[mm]、縦軸：吸収エネルギーを試験片の初期断面積で除した値)

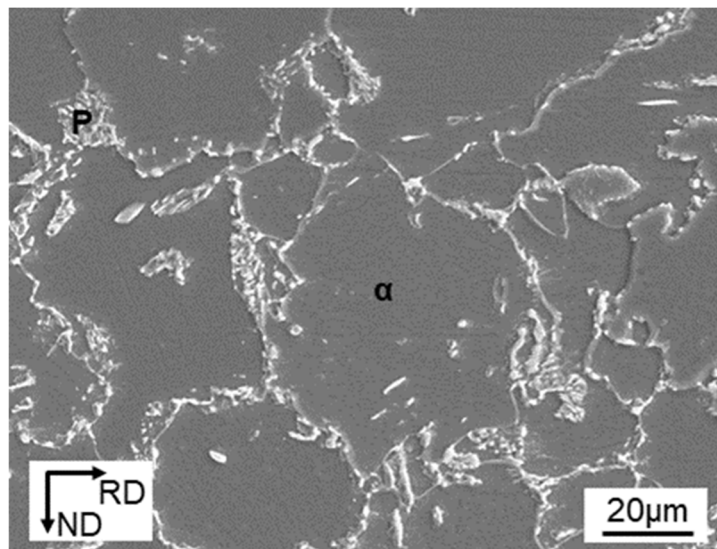


Fig. 2.2 FP材のマイクロ組織のSEM観察結果（二次電子像）
 α ：フェライト、P：パーライト

Table 2.1 供試材 (FP 材) の引張特性

Steel	UYP (MPa)	$\sigma_{0.2\%}$ (MPa)	TS (MPa)	EI (%)
FP	405	385	595	31

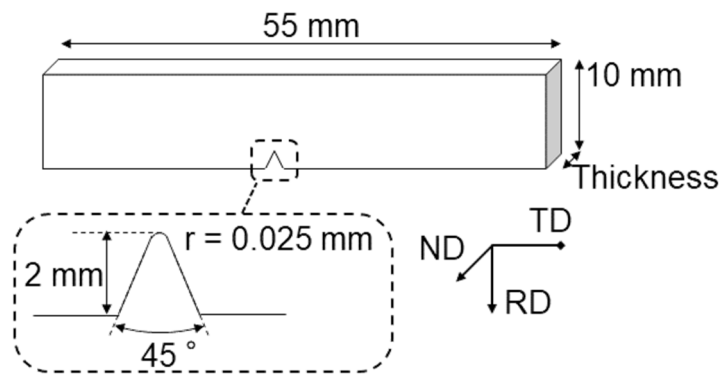


Fig. 2.3 サブサイズシャルピーV字切欠き試験片

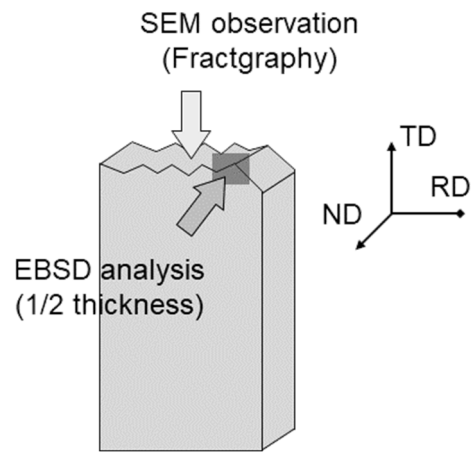


Fig. 2.4 破面観察およびEBSD法による解析を実施した方向

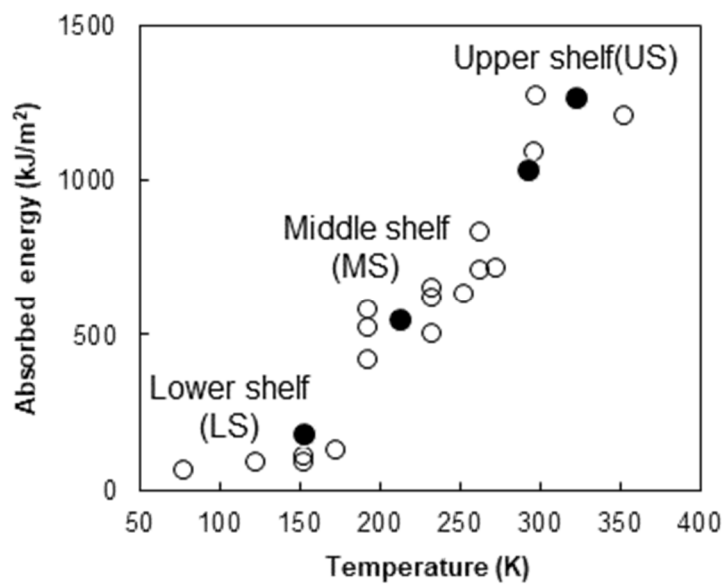


Fig. 2.5 FP 材における CVN 吸収エネルギーの遷移挙動
(黒点は Fig. 2.6~9 に示す破面観察を行った試験片)

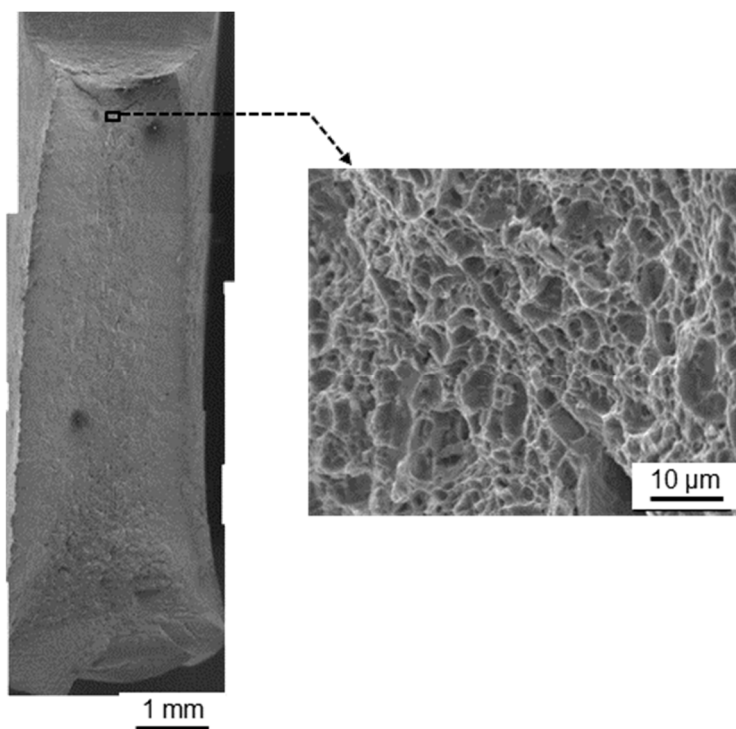


Fig. 2.6 323 K で破壊した FP 材の破面観察結果 (upper shelf)

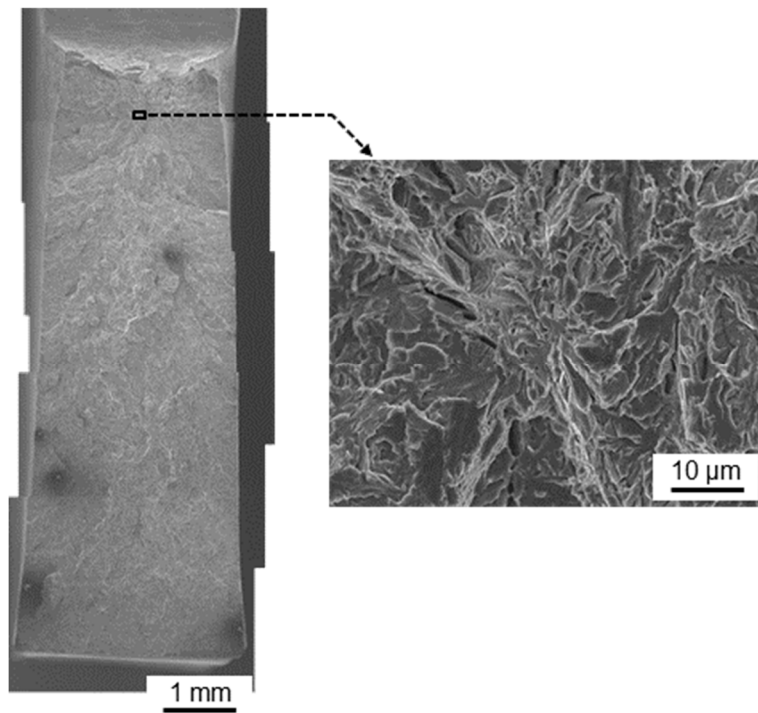


Fig. 2.7 153 K で破壊した FP 材の破面観察結果 (lower shelf)

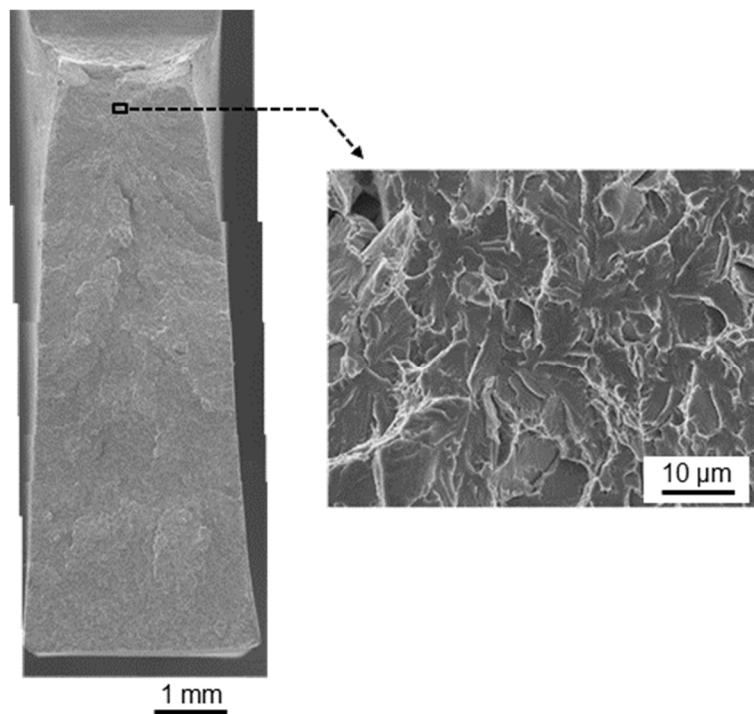


Fig. 2.8 213 K で破壊した FP 材の破面観察結果 (middle shelf)

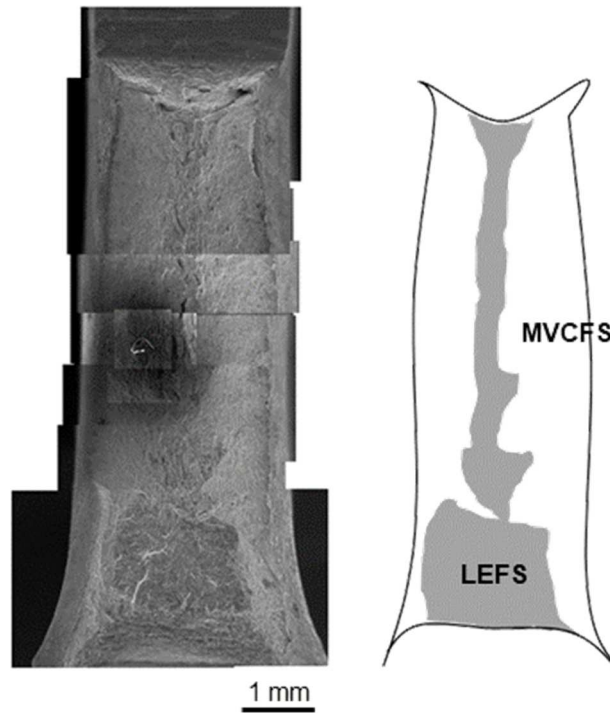


Fig. 2.9 298 K で破壊した FP 材の破面観察結果および破面のスケッチ
 MVCFS: マイクロボイド連結型破面 (micro-void coalescence fracture surface)
 LEFS: 低エネルギー破面 (low-energy fracture surface)

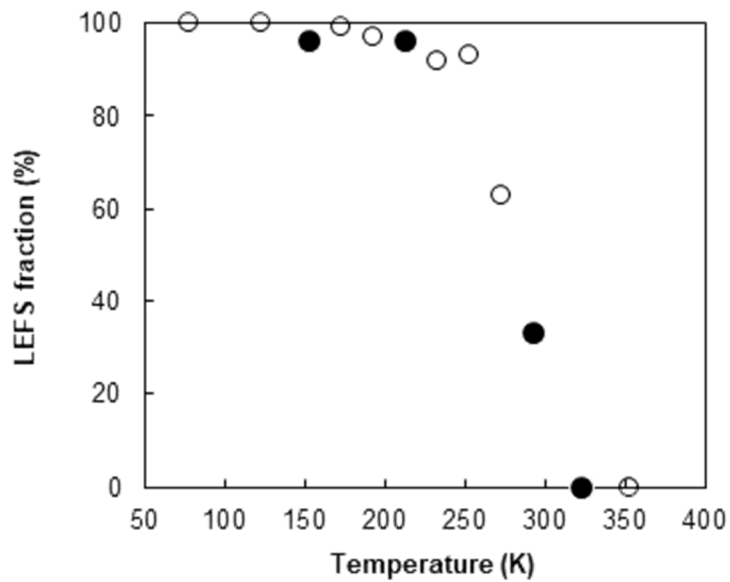


Fig. 2.10 温度に伴う破面中の低エネルギー破面 (LEFS, low energy fracture surface) の割合の変化
 (黒点は Fig. 2.6~9 に示す破面観察を行った試験片)

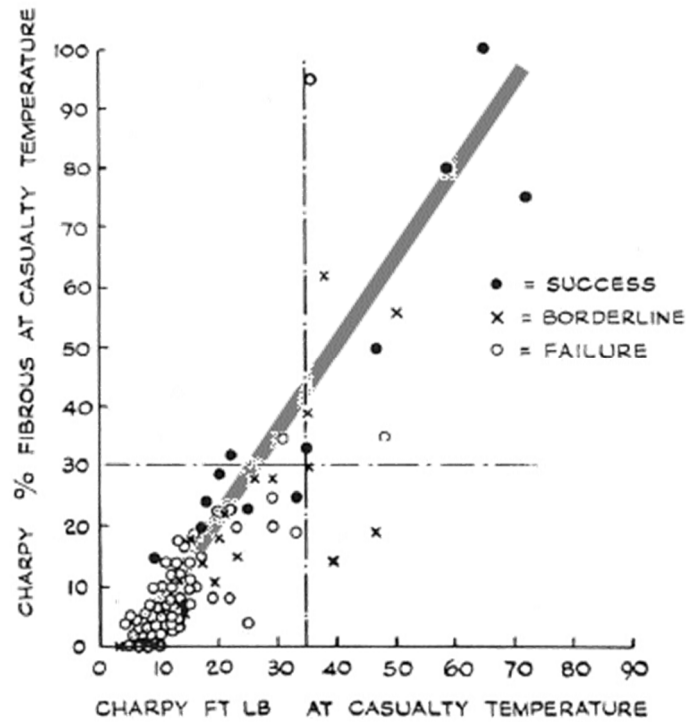


Fig. 2.11 シャルピー衝撃試験における吸収エネルギー（横軸）と延性破面率（縦軸）の関係[44,45]
 凡例：各鋼板の実使用後の破壊様式（Success／延性破壊、Borderline／中間的、Failure／脆性破壊）
 灰色太線：吸収エネルギーと延性破面率に見える比例関係（筆者補記）

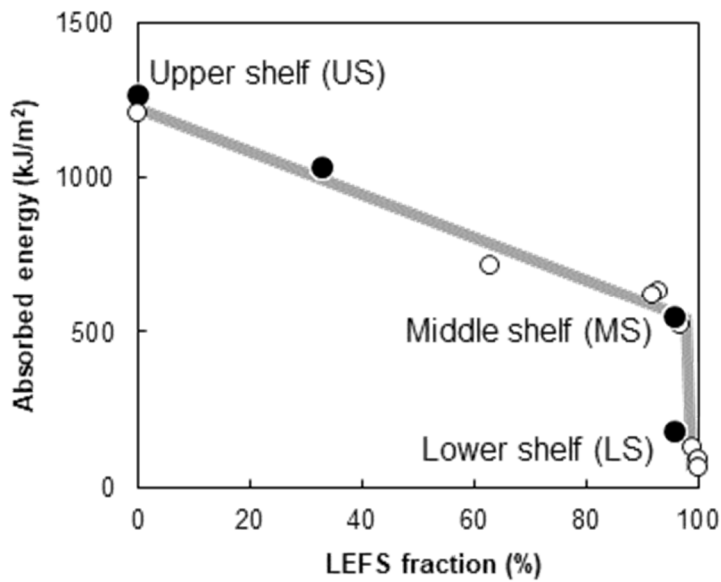


Fig. 2.12 FP材における吸収エネルギーとLEFS破面率の関係
 （黒点はFig. 2.6～9に示す破面観察を行った試験片）

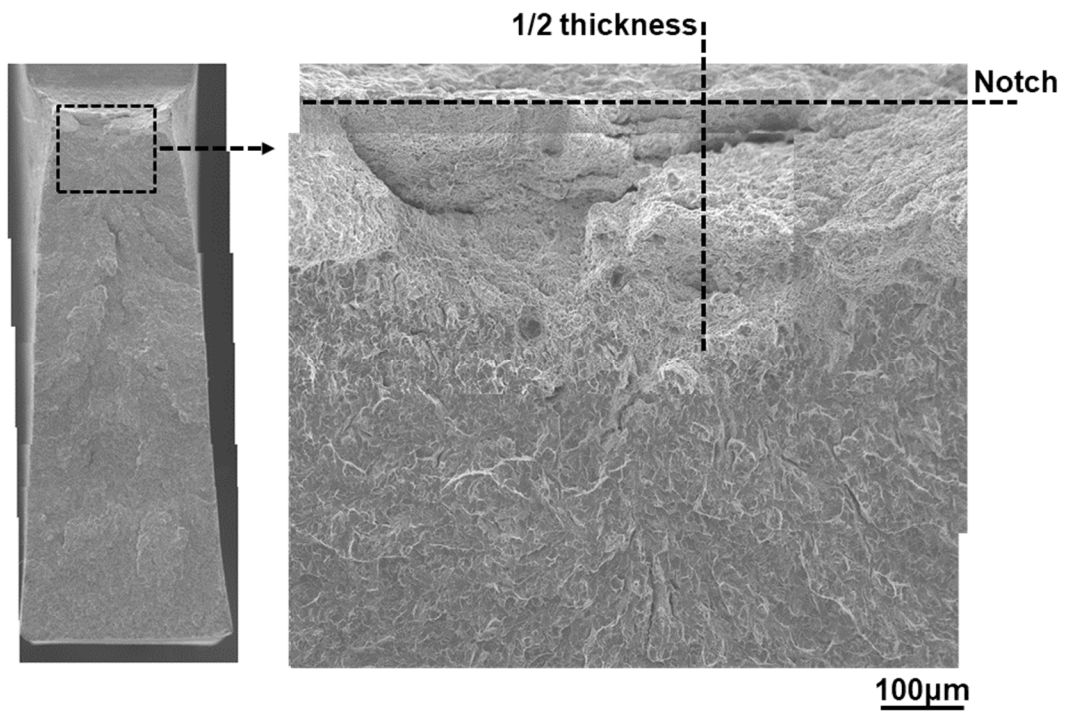


Fig. 2.13 213 K で破壊した試験片の起点を含むと想定される領域の観察結果 (middle shelf)

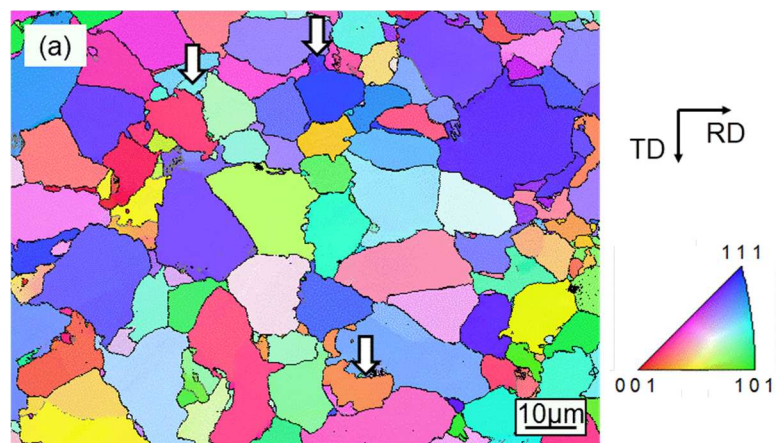


Fig. 2.14 初期材のEBSD 解析結果 (a) IPF マップ (b) IQ および粒内方位差マップ

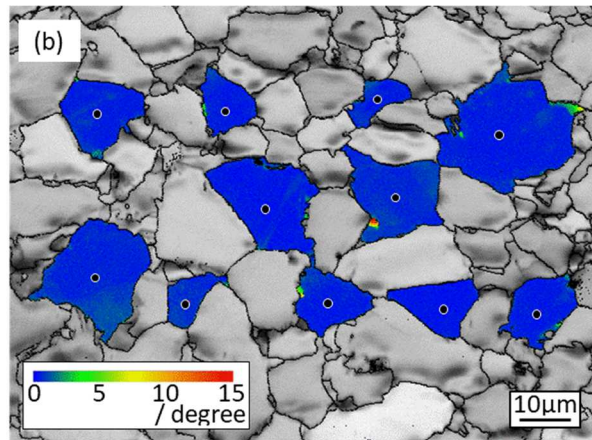


Fig. 2.14 (続き) 初期材のEBSD 解析結果 (a) IPF マップ (b) IQ および粒内方位差マップ

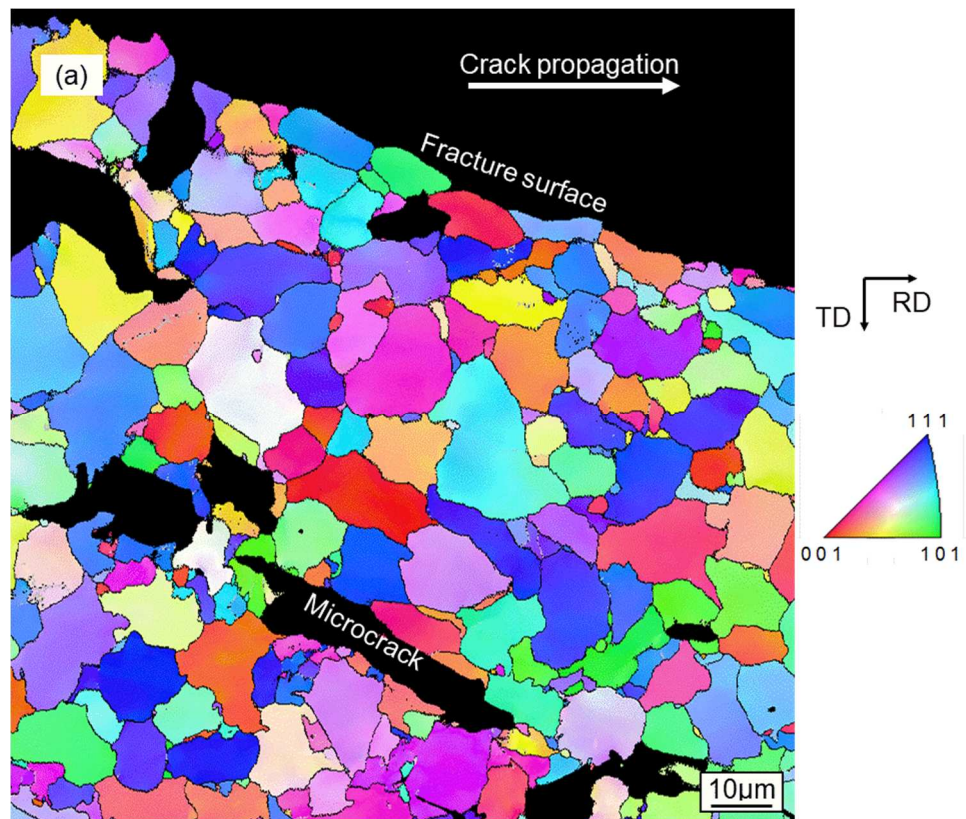


Fig. 2.15 LS 材の EBSD 解析結果 (試験温度 153 K, lower shelf)

- (a) IPF マップ (b) IQ および粒内方位差マップ
- (c) 二次き裂周辺の IPF マップおよび bcc 結晶格子

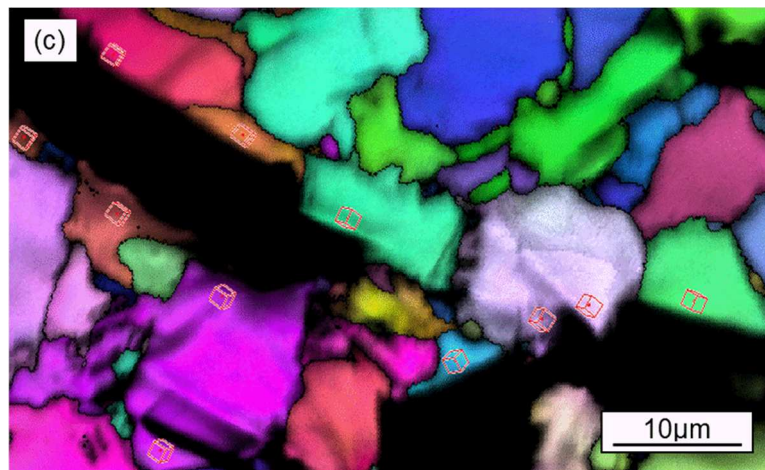
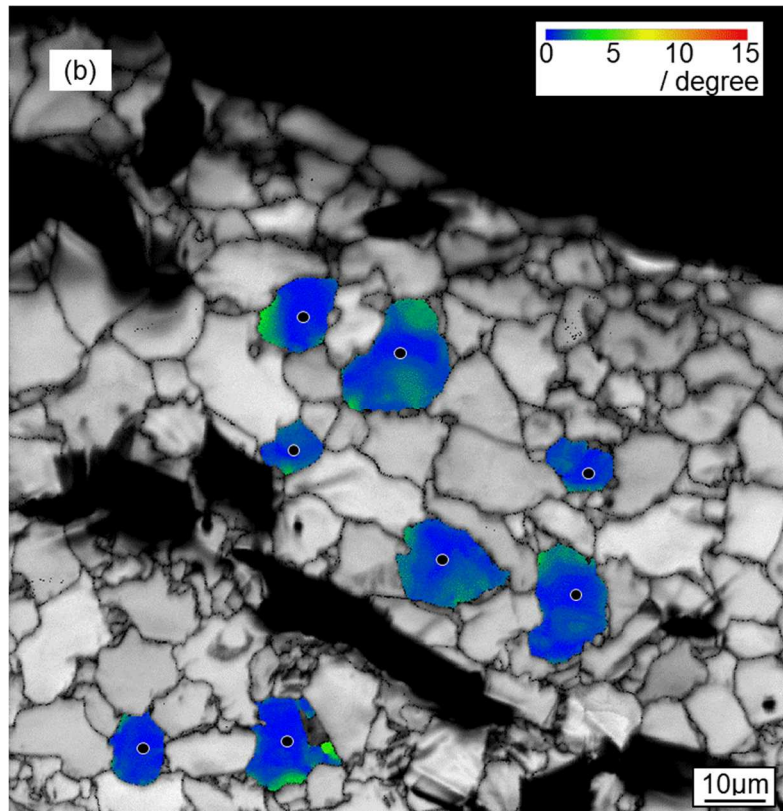


Fig. 2.15 (続き) LS 材の EBSD 解析結果 (試験温度 153 K, lower shelf)

- (a) IPF マップ (b) IQ および粒内方位差マップ
 (c) 二次き裂周辺の IPF マップおよび bcc 結晶格子

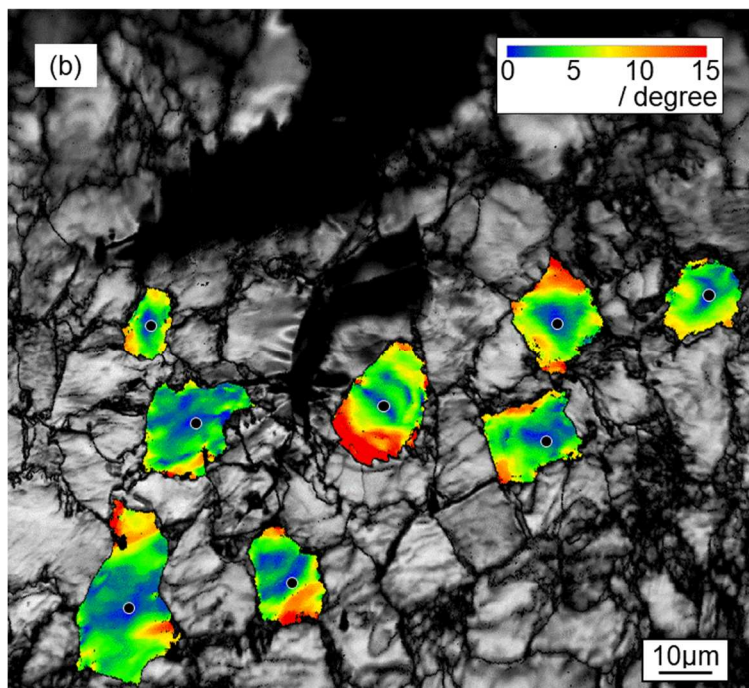
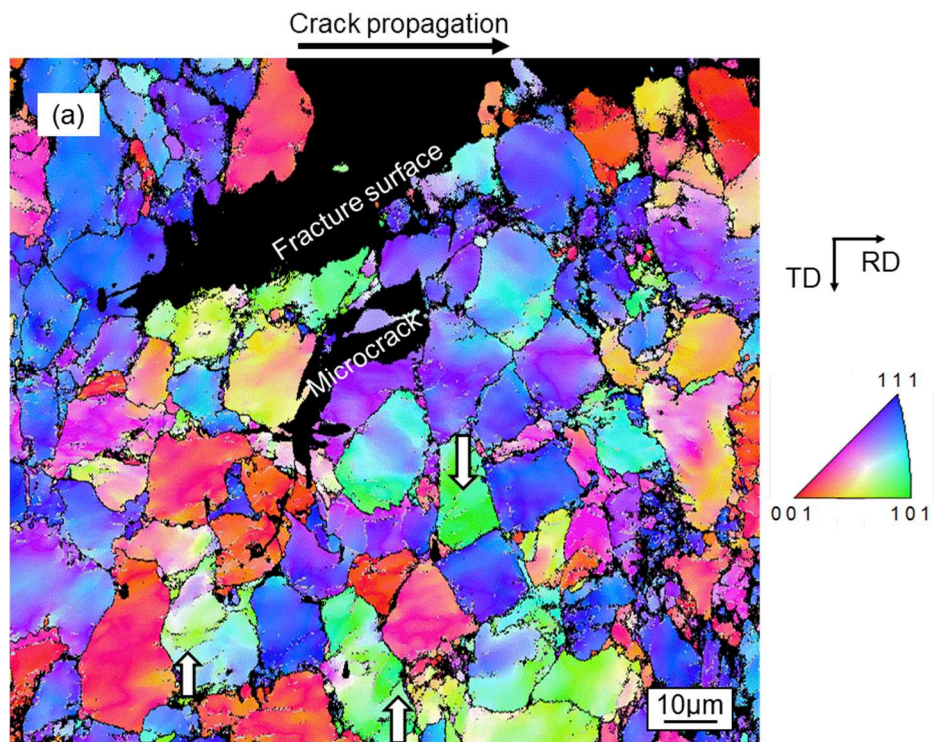


Fig. 2.16 MS 材の EBSD 解析結果 (試験温度 213 K, middle shelf)

(a) IPF マップ (b) IQ および粒内方位差マップ

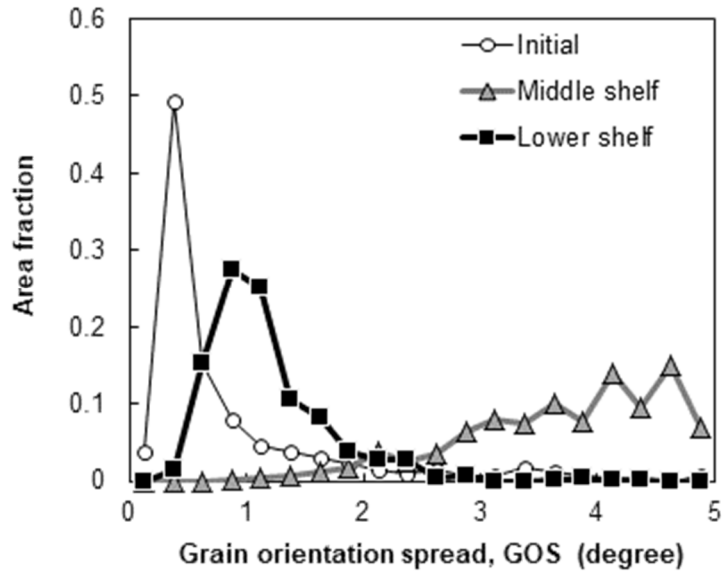


Fig. 2.17 シャルピー衝撃試験によるフェライト粒内での結晶方位変動の分布の変化

Table 2.2 シャルピー衝撃試験における3つの領域の特徴

	Lower shelf (LS)	Middle shelf (MS)	Upper shelf (US)
Temperature	Low (~ 173 K)	Medium (193 ~ 253 K)	High (313 K ~)
Absorbed energy	Small (100 kJ/m ²)	Medium (600 kJ/m ²)	Large (1250 kJ/m ²)
Fractography	Low energy fracture surface (LEFS)	Low energy fracture surface (LEFS)	Dimple
Plastic strain	Small	Large	Very large

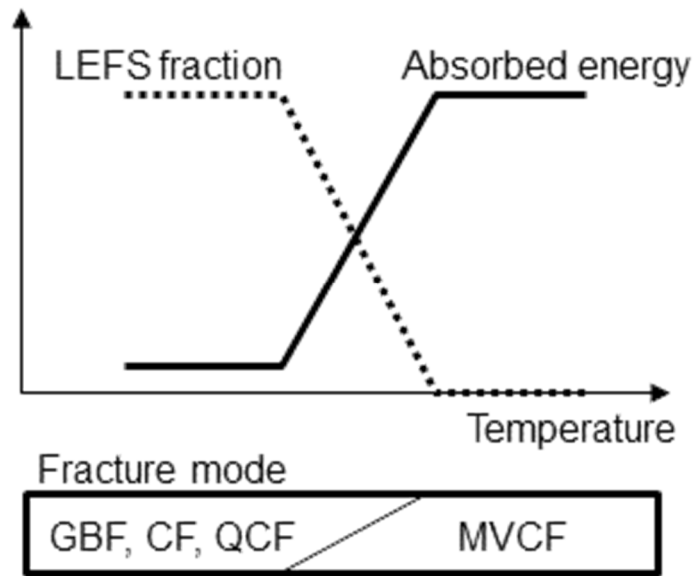


Fig. 2.18 一般的な延性脆性遷移挙動の理解

粒界破壊：GBF, grain boundary fracture、へき開破壊：CF, cleavage fracture

擬へき開破壊：QCF, quasi-cleavage fracture

マイクロボイド連結型破壊：MVCF, microvoid coalescence fracture

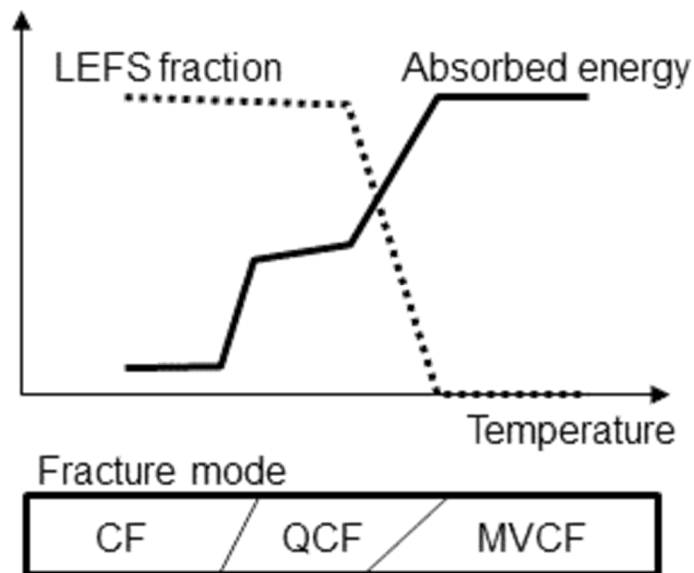


Fig. 2.19 本実験で見られた二段階延性脆性挙動の理解

へき開破壊：CF, cleavage fracture、擬へき開破壊：QCF, quasi-cleavage fracture

マイクロボイド連結型破壊：MVCF, microvoid coalescence fracture

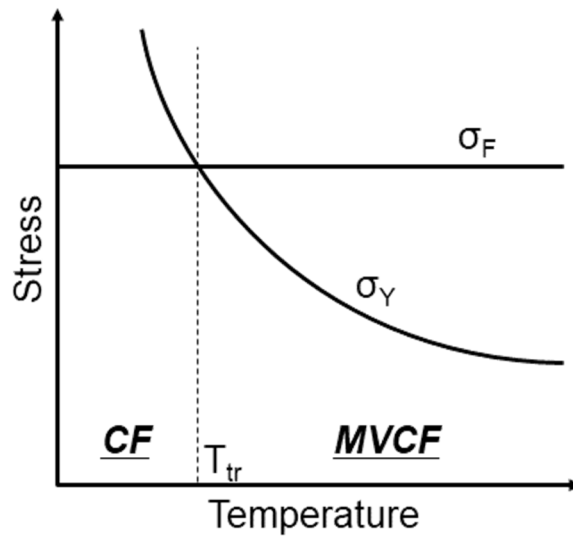


Fig. 2.20 一般的な延性脆性遷移における破壊発生定性モデル[57]

降伏応力： σ_Y 、へき開破壊応力： σ_F 、へき開破壊：CF, cleavage fracture
 マイクロボイド連結型破壊：MVCF, microvoid coalescence fracture

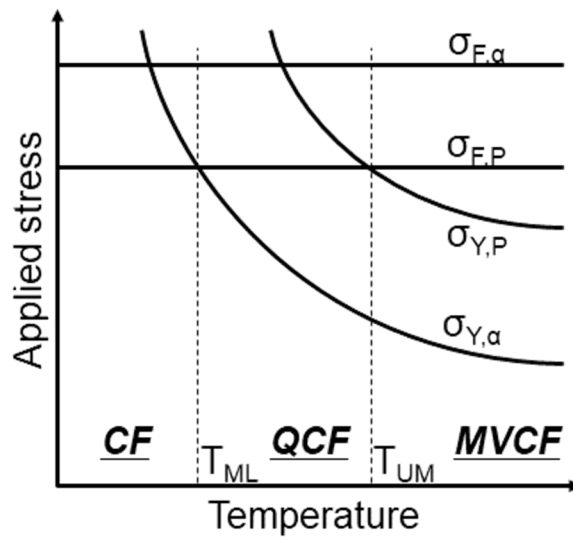


Fig. 2.21 二段階延性脆性遷移における破壊発生定性モデル

降伏応力： $\sigma_{Y,\alpha}$ (フェライト)、 $\sigma_{Y,P}$ (パーライト)
 へき開破壊応力： $\sigma_{F,\alpha}$ (フェライト)、 $\sigma_{F,P}$ (パーライト)
 へき開破壊：CF, cleavage fracture、擬へき開破壊：QCF, quasi-cleavage fracture
 マイクロボイド連結型破壊：MVCF, microvoid coalescence fracture

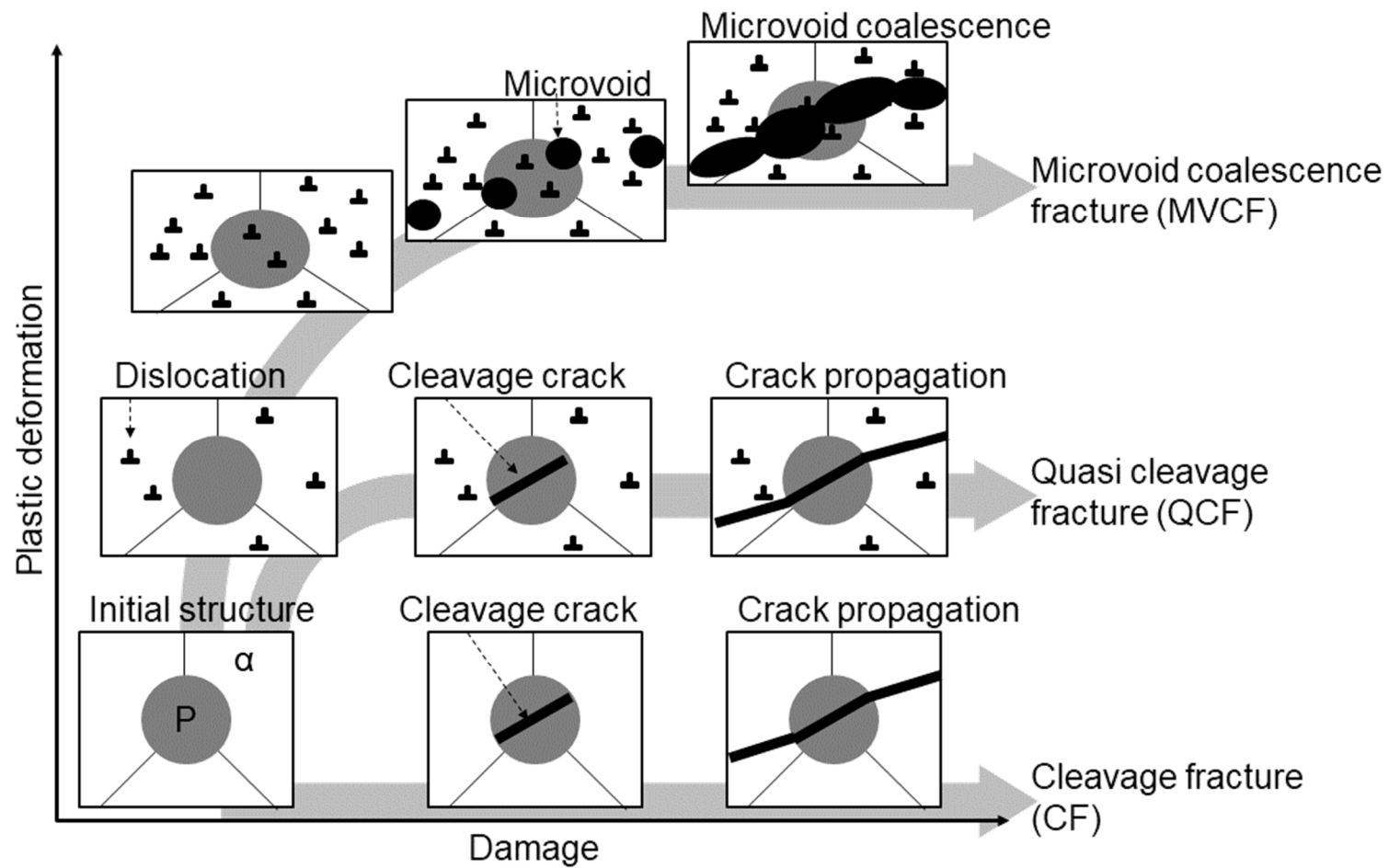


Fig. 2.22 二段階延性脆性遷移における破壊発生挙動の模式図

第3章 二段階延性脆性遷移における破壊の伝播経路

3.1. 本章で検討する課題、並びに、関連する知見

本章では、二段階延性脆性遷移において、middle shelfにおける破壊の伝播機構を明らかにするため、lower shelfにおいて破壊した試験片と比べながら、その伝播経路を破面と二次き裂とのトレースおよび結晶方位の解析によって明らかにする。

第2章では、フェライト+パーライト組織を有する高強度薄鋼板において、温度の低下に伴うシャルピー衝撃吸収エネルギーの低下が二段階で起こる、二段階延性脆性遷移が観察された。upper shelf と lower shelf の間には、両者の中間の吸収エネルギーで安定する領域が存在し、この領域を middle shelf と定義した。middle shelf と lower shelf では、破面の様相はいずれもディンプルをほとんど有さない平坦な破面であり、両者の差異は不明瞭であった。しかしながら、破面直下のマイクロ組織の観察および結晶方位測定により、middle shelf では破壊に先立って塑性変形を伴う擬へき開破壊 [1,2] が起きているのに対し、lower shelf では塑性変形をほとんど伴わないへき開破壊が起きていることが分かった。

第2章では、簡単な定性モデルを考案し、二段階延性脆性遷移における破壊の発生機構を考察した。その結果、異なる特性を有する部位からなる複合組織鋼では、軟質組織が塑性変形を始めた後に、硬質組織がへき開破壊を起こすことで、擬へき開破壊に対応する破壊が起これることを見出した。middle shelf における吸収エネルギーは lower shelf に比べて大きいですが、これには破壊の発生に先立つ塑性変形が大きく寄与していると考えられる。一方、破壊に伴う吸収エネルギーには破壊の発生とともに、破壊が生じた後の伝播に要するエネルギーも大きく寄与する[3,4]。1.4.1 項で述べたように、破壊の機構は大きくその発生と伝播に分けられ、その理解にはそれぞれの詳細を知ることが重要である。

一般的に、upper shelf における破壊は、マイクロボイドの生成、成長、そして連結という一連の現象が連続して起こることによって進展するとされる[1,5-7]。一方、lower shelf における破壊では、結晶構造が bcc である鉄において {001} 結晶面において起こるとされる、へき開破壊が連続して起こることで伝播すると考えられている[5-7]。例えば Matsuda ら[8]は、低温で脆性破壊した焼戻マルテンサイトにおいて、破壊が {001} 面に沿って起きていることを報告している。近年では、広範囲の結晶方位を平易に測定し、解析できる EBSD 法の発達[9]により、破壊の伝播経路の解析が進んでおり、鉄鋼材料の低温における破壊が {001} 面に沿って起きていることを示す多くの研究事例が報告されている[10-14,33]。一例として、Fig. 3.1 に Merson ら[13]による液体窒素中で破壊したアルミキルド

鋼の破面直下の観察結果を示す。図は、結晶方位と色とが対応する IPF マップ上に、各フェライト粒の結晶方位を表す単位胞を重ねたものである。破面はフェライト粒内を直線的に伝播しており、破面のトレースは、図中に白矢印で指した粒を除いて、各フェライト粒の{001}面と平行であることが分かる。

しかしながら、EBSD 法によるいくつかの研究では、鉄鋼材料における低温での破壊の伝播経路は、{001}面とは限らず、他の低指数面でも伝播すると報告されている[14~19]。Nohava ら[15]は、Fig. 3.2 に示すように、ベイナイト鋼のへき開破面直下に存在する二次き裂のトレースを評価し、き裂の伝播が、{001}面と同等に、{011}、{112}、そして{123}の各面においても起きていると報告している。また、Mohseni ら[16]は、高強度鋼の溶接 HAZ を模擬した組織の低温で破壊した破面に対し、EBSD 法と三次元 SEM 観察によって破面の面指数を直接測定した。その結果、{001}面とは明瞭に異なる面での破壊も多数観察されており、例えば Fig. 3.3 では破面は{011}面と一致し、{001}面とは大きく異なっていることが分かる。{001}面と対応する破面ファセットは、彼らの観察した破面の半数に留まり、他は{011}、{112}、そして{013}面と対応していた。これらの結果は、いずれも複合組織鋼において得られたものである。

擬へき開破面はへき開破面との峻別が困難であり[20,21,22]、しばしば両者は混同される[23]。そのため、擬へき開破面の伝播に着目した研究の事例は少ない。Randle and Davies[14]は、低合金 Mn-Mo-Ni 鋼から擬へき開破面を見出し、限られたデータからではあるが、そのファセットがへき開破面と同様に{001}に沿っていると報告している。しかしながら、そのデータは同様に{112}に沿っているとも結論づけられるものであり、擬へき開破面の結晶学的特徴は判然としない。Kumar ら[24]は、球状化セメンタイトを含む鋼材を用いた低温引張試験によって擬へき開破面を得ており、き裂が{001}と{011}の組み合わせによって進展していると報告している。

このような多くの研究事例から、低温で破壊した鉄鋼材料の破面は{001}を始めとする何らかの低指数面と対応しており、middle shelf における破壊でも、その破面は結晶学的な特徴を持つと期待される。本章では、middle shelf における破壊の伝播機構を知るため、middle shelf および lower shelf において破壊した試験片の破面および二次き裂のトレースを解析し、へき開面{001}と、代表的なすべり面である{011}および{112}との比較を行った。

3.2. 実験手法

3.2.1. 供試材

本章で用いる供試材として、第2章で評価したシャルピー衝撃試験後の試験片を用いる。供試材の化学組成および引張特性を、改めて Table 3.1 に示す。供試材はフェライト+パーライト組織を有しており、平均フェライト粒径は 14 μm 、パーライトの体積分率は 15%であった。供試材の製造方法、マイクロ組織観察結果、およびシャルピー衝撃試験の条件は 2.2.1 項に記載している通りである。

Fig. 3.4 に供試材のシャルピー衝撃試験における吸収エネルギーの遷移挙動を改めて示す。観察するサンプルは middle shelf および lower shelf に当たる試験片であり、それぞれの結果を図中に矢印で指し示す。253 K から 193 K が middle shelf であり、173 K 以下の温度が lower shelf に当たる。観察する試験片は 213 K および 153 K で試験したものとした。いずれも、2.3.2 において破面直下のマイクロ組織を観察した試験片である。以下、それぞれの試験片を MS 材、LS 材と呼ぶ。

3.2.2. トレース解析

破面直下のマイクロ組織を ND 面で観察し、結晶方位の解析を行った。観察は、ノッチ底からの距離が 0.5~1.5mm の範囲で、明瞭な破面または二次き裂のトレースが得られた箇所で行った。観察機器など、その他の条件は 2.2.3 に記載した通りである。

Fig. 3.5 に、LS 材における IPF マップの例を示す。マップ中の黒線は 10° 以上の方位差の大角境界である。マップ下方に広がる黒い領域に接する部分が破面であり、それ以外の黒い領域に接する部分が二次き裂である。マップから直線性のよい破面 (fracture surface) および二次き裂 (microcrack) のトレースを見出し、その様相から、粒界 (grain boundary) と粒内 (transgranular) のいずれを伝播したトレースかを判断した。また、いずれとも判断しがたい場合は、判別不能 (indistinguishable) とし、得られたすべてのトレースをこの 3 つのいずれかに分類した。

Fig. 3.6 に、LS 材における破面トレースとフェライトの低指数面のトレース群との比較例を示す。(a)の IPF マップから、破線で示す破面トレースが得られる。(b)は、この破面トレースと、矢印で指すフェライト粒の 3 つの等価な $\{001\}$ 面のトレースとを重ねたものである。破面トレースと 3 つの $\{001\}$ 面がそれぞれなす 3 つの角の大きさは、小さいほうから 3.3° 、 47.5° 、そして 85.5° であった。このうち、最も小さい 3.3° を、破面トレースと $\{001\}$ 面の一致度合いを表す指標、“ θ_{001} ”として記録した。同様に、(c)、(d)に示すように、破面トレースと 6 つの $\{011\}$ 面、12 の $\{112\}$ 面のトレース群とがなす角度も求め、それぞれの最小のものを、“ θ_{011} ”、“ θ_{112} ”として記録した。なお、EBSD 法で得られたマップ上でのトレースと、結晶方位の情報との比較が妥当であるかは、オーステナイ

ト鋼の焼鈍双晶[25]を用いて検証実験を行っており、双晶境界のトレースと{111}面のなす角は平均で 1.1° と良く一致している。この検証実験の詳細は Appendix 4 に記載する。

得られたすべてのトレースに対し、この3つの指標、 θ_{001} 、 θ_{011} 、 θ_{112} 、を求め、個々のトレースの結晶学的特徴を分類した。Fig. 3.7 に分類チャートを示す。最初に θ_{001} による判定を行い、 θ_{001} が 5.0° 以下である場合、このトレースを“001 群”に分類する。 θ_{001} が 5.0° を超える場合、 θ_{011} が 5.0° 以下であるかの判定を行う。 θ_{011} が 5.0° 以下である場合は更に θ_{112} と比較を行い、 θ_{011} のほうが小さい場合は“011 群”へ、 θ_{112} のほうが小さい場合は“112 群”へと分類する。 θ_{001} 、 θ_{011} のいずれも 5.0° を超えた場合、 θ_{112} が 5.0° 以下であれば“112 群”とし、 θ_{112} も 5.0° を超える場合は、いずれの低指数面とも一致しないトレースとして、“residue (その他) 群”に分類する。

以上のように、破面トレースとフェライトの低指数面トレースとの関係から破面トレースを4つの群に分類する。Fig. 3.6 に示した例では、破面トレースと低指数面トレースとの一致度合いは、それぞれ $\theta_{001}=3.3^\circ$ 、 $\theta_{011}=6.0^\circ$ 、 $\theta_{112}=18.4^\circ$ であった。よって、この破面トレースは001 群に分類される。

Fig. 3.8 に、破面がなんら結晶学的特徴を持たず、ランダムな面で割れうると仮定して、本項で述べる解析によって得られる結果を、計算によって求めたものを示す。(計算の詳細は Appendix 5 に記載する。) 観察面上のトレースによる解析では観察面の深さ方向の情報を失ってしまう。よって、低指数面トレースとたまたま合致するトレースをとる面は多種多様に存在しており、実際にはランダムな面で割れていたとしても、今回の解析では3/4のトレースはいずれかの低指数面と対応すると判断されてしまう。しかしながら、仮に破壊がランダムな面で起こるとすれば、いずれの低指数面とも合致しないresidue 群の割合が1/4と大きくなる。本章では、多数のトレースを解析した結果を蓄積し、Fig. 3.8 に示す結果(以下、ランダム分布と呼称する。)と比較する。破壊がいずれかの低指数面で優先して起こるのであれば、4つの群の分布はランダム分布から大きく乖離し、特にresidue 群が大きく減少すると考えられる。

3.3. 実験結果

3.3.1. Middle shelfにおける二次き裂の観察結果

Table 3.2 に、解析したトレースの総数と合計長さを示す。また、併せて、トレースの存在する位置を、フェライト粒内、粒界上、そして判別不能へと分類した結果を示す。破面におけるトレースは、破壊前には繋がっていた対になる部分を失っていることが多く、破面の位置をフェライト粒内

あるいは粒界上と判断できる場合は少ない。このため、破面トレースの多くは判別不能に分類される。一方、二次き裂の場合には、多くのトレースにおいて対岸部分が残っており、フェライト粒内またはフェライト粒界上とその位置を分類できるトレースが多い。解析した二次き裂トレースの数は、MS 材で 59 箇所、LS 材で 74 箇所と大きな差は無いが、MS 材の二次き裂の密度は LS 材よりも小さく、MS 材ではより広い範囲の観察を行った。LS 材における二次き裂の観察結果は、第 2 章の Fig. 2.15(c)に示した。フェライト粒内を貫通する二次き裂のトレースは、フェライト粒の{001}面とよく対応していた。

MS 材における二次き裂の IPF マップを、Fig. 3.9 に示す。Fig. 3.9(a)の中央で縦に伸長した黒い領域が二次き裂である。き裂は、 10° 以上の大角境界を表す黒線に囲まれた、紫色のフェライト粒を貫通しており、トレースは粒内に分類される。二次き裂周辺の 3 本組の黄色線は、その中心の黄色点における結晶方位に対応した{001}面のトレース群を表す。き裂周辺を拡大し、Fig. 3.9(b)に示す。赤破線はこの二次き裂から得られるトレースである。赤破線は周辺の黄色線とは平行になっておらず、 θ_{001} は 18° と大きい。よって、この二次き裂はへき開面である{001}面とは対応していないと言える。同様に評価した、 θ_{011} 、 θ_{112} は、それぞれ 1° 、 4° であった。よって、この二次き裂トレースを、011 群に分類した。

MS 材における二次き裂の別の観察例を Fig. 3.10 に示す。この二次き裂も同様にフェライト粒内を貫通している。この事例においては、二次き裂のトレースは二次き裂周辺の黄色線が表す{001}のトレース群の 1 つとよく対応している。白矢印で指した箇所における θ_{001} は僅かに 2° であった。このように、MS 材における二次き裂のトレースの結晶学的特徴は様々であったことから、多数のトレースを解析し、結果を蓄積することにした。

3.3.2. Lower shelf におけるトレース解析結果

Table 3.2 に示すトレース群のうち、LS 材における結果を示す。Fig. 3.11 に、二次き裂トレースの結晶学的特徴を示す。縦軸は、解析したトレースの合計長さに占める、4 つの結晶学的特徴を表す群ごとの割合を表す。左端の、解析した全 74 箇所（合計長さ 400 μm ）の結果から順に、そのうち粒内に存在する 31 箇所（同 184 μm ）の結果、粒界に存在する 11 箇所（同 50 μm ）の結果、判別できなかった 32 箇所（同 167 μm ）の結果を示す。また、右端には、Fig. 3.8 に示した、ランダム分布を示す。

二次き裂全体では、へき開面とよく対応する 001 群が 65%と大部分を占めている。また、{001}、{011}、{112}のいずれの面とも対応しない residue 群の割合は 5%でしかない。この傾向は、粒内を

貫通する二次き裂に絞って解析した、左から二列目の結果では更に強く認められる。001 群が 78% を占め、一方で、residue 群に分類されるのは 31 箇所のうちで僅かに 1 箇所ではない。逆に、粒界上にある二次き裂では、この傾向は弱まり、001 群は 34%、residue 群は 22%となる。中央に示す粒界上の二次き裂の結果は、右端に示すランダム分布と相似である。分類不能であった 32 箇所のトレースの結果は、粒内と粒界の結果の中間にある。これは、判別不能となったトレースには粒内と粒界で割れている二次き裂の双方が含まれることを示唆する。

以上の結果より、LS 材において、二次き裂は粒内と粒界のいずれも経路として伝播するが、特にフェライト粒内の{001}面を主な経路としていることが分かった。Fig. 3.12 に、破面における全 65 箇所のトレースに対する解析結果を、Fig. 3.11 で左端に示した全ての二次き裂に対する解析結果、および、右端に示したランダム分布と、比較して示す。破面のトレースと二次き裂のトレースとでは、各群の占める割合は一致しており、いずれもランダム分布とは大きく異なる。この結果から、破面における破壊の伝播経路と、二次き裂の破壊の伝播経路の特徴とが一致すると言える。よって、LS 材では、破壊はフェライト粒内の{001}面を主な経路として伝播したと言える。

3.3.3. Middle shelf におけるトレース解析結果

同様に、Fig. 3.13 に、MS 材の二次き裂におけるトレースの結晶学的特徴の分布を示す。左端に示す全 59 箇所の二次き裂トレースの解析結果より、MS 材では LS 材と異なり、001 群が優勢ではないことが分かる。MS 材における二次き裂のトレースは 112 群に分類されるものが多く、44%を占める。一方、001 群、112 群はそれぞれ 30%、17%であった。同様の傾向は、左から 2、3 列目の粒内、粒界のいずれのトレース群でも認められた。判別不能となったトレース群では、他と比べて residue 群が多く、112 群が少ない結果であったが、判別不能となったトレースの数が 4 箇所と少ないため、内訳を論じるにはサンプル数が少ないと判断し、無視した。

左から 2 つ目のフェライト粒内に存在する二次き裂トレースの結果に注目すると、そこでの分布は一見して右端のランダム分布と似ているように見える。しかしながら、黒色の residue 群が占める割合は僅かに 6%であり、解析した 34 箇所のうち 2 箇所ではない。この割合はランダム分布における residue 群の割合、24%に比べて明らかに小さく、ここで得られたフェライト粒内の二次き裂トレースが何らかの結晶学的特徴を持つことを強く示唆する。

Fig. 3.14 に、MS 材における破面の全トレースの解析結果を、二次き裂の全トレースの解析結果およびランダム分布と比較して示す。破面と二次き裂における各群の割合は、破面において 001 群が少なめとなっているが、概ね両者で一致しており、特に 112 群の割合が大きいという特徴はし

っかりと一致している。また、residue 群の割合も、ランダム分布でのその半分以下と小さい。

以上の結果から、破面を形成した破壊においても、二次き裂と同様に進行したと考えられる。Table 3.2 より、MS 材における破壊も、フェライト粒界よりもフェライト粒内での進展が優位である。しかし両者の差は LS 材よりも小さく、MS 材ではフェライト粒界がより破壊しやすくなっていると言える。また、MS 材のフェライト粒内での二次き裂においては 112 群の占める割合が大きい、その割合は LS 材における 001 群ほどには大きくはない。MS 材における破壊は、フェライト粒内の、特に{112}面を主体として伝播するが、支配的とするほどには強い傾向ではない。

但し、MS 材ではフェライト結晶粒内におけるき裂の伝播経路とへき開面とされる{001}のトレースとは大きく乖離する場合が多い。Fig. 3.15 に MS 材においてフェライト粒内を貫通する全 49 箇所
のトレースのうち、001 群以外分類された 35 箇所について、 θ_{001} 、 θ_{011} 、 θ_{112} を全て示す。001 群
に分類されないトレースにおける θ_{001} は 10° を下回るのは8箇所のみであり、他の27箇所では 10°
以上であった。これらの箇所では明らかに{001}以外の面において、平坦な破面を呈する破壊が伝播
していると言える。

3.4. 考察

3.4.1. Lower shelf と Middle shelf における破壊の伝播経路

Table 3.3 に、LS 材および MS 材におけるトレース解析の結果を全て示す。各トレースの結晶学的特徴は、Fig. 3.7 に示したフローに従い、4つの群に分類した。3.3 の実験結果では、各群のトレースが解析したトレースの長さに対して占める割合を示してきたが、Table 3.3 に示す通り、トレースの個数によって整理しても、同様の結果が得られる。LS 材、MS 材のいずれにおいても、二次き裂のトレースから得られる結晶学的特徴は、それぞれの試験片の破面トレースから得られる結晶学的特徴と同じであった (Fig. 3.12, 14)。この結果は、破面の持つ結晶学的特徴が二次き裂と同じであることを示す。

LS 材において、二次き裂のうちで存在する箇所が判別不能とされたトレースの結晶学的特徴は、粒内と粒界にそれぞれ分類されたトレース群の示す結晶学的特徴の間であった。よって、判別不能とされたトレースには粒内と粒界を通ったトレースが、それぞれ含まれていると考えられる。ここで、判別不能とされたトレースを除き、粒内および粒界に分類されたトレースの比率が、破壊の伝播における粒内と粒界を経路とする比率と一致すると仮定する。また、MS 材においては、判別不能であった二次き裂トレースの数が少ないことから、同様に判別不能とされたトレースを無視す

る。

Fig.3.16にLS材、MS材のそれぞれにおける破壊の伝播経路を、粒内および粒界上を通る二次き裂のトレースの結晶学的特徴から求めた結果を示す。LS材では、破壊の伝播経路として、へき開面である{001}面が優勢であり、全体の60%を占める。続いてフェライト粒界、{011}面の順に続いており、それぞれ、21%、12%を占める。このような破面の結晶学的特徴は、Mersonら[13]の、液体窒素下で破壊させたアルミキルド鋼（フェライト+パーライト組織）の破面解析結果と対応している。彼らの観察においても、破面の指数は{001}が主体であり、一部に{011}面およびフェライト粒界面での破壊の伝播が認められたと報告されている。

一方、MS材での破壊の伝播経路は大きく異なる。MS材ではフェライト粒界が最も選ばれやすく、36%を占め、次いで{112}面が29%と、ほぼ同等の割合を占めている。LS材で主体であった{001}面および{011}は、MS材でも伝播経路になるものの、その割合は22%と10%であり、破壊への寄与は小さい。

Fig. 3.17に、粒内での二次き裂トレースのみに限定し、LS材とMS材における伝播経路の結晶学的特徴を比較する。2つの試験片で、解析したトレースの数、および長さの合計は同等である。LS材では、破壊が粒内で伝播する場合には、ほとんどの場合に{001}面を経路とする。一方、MS材では{001}面は支配的ではなく、最も優勢であるのは{112}面であった。MS材における分布は右に示すランダム分布に近いが、residue群がほとんど見られないことから、この結果は実際の破面の結晶学的特徴を反映すると思われる。

同様に、粒界における二次き裂トレースの結晶学的特徴を、Fig. 3.18に示す。LS材、MS材ともに、その特徴の内訳はランダム分布に近く、特にresidue群がいずれも10%を超えていることが特徴である。フェライト+パーライト組織における結晶粒界の面方位には強い規則性は無いことから、粒界を伝播したトレースの結晶学的特徴がランダム分布に近いことは実態に即していると推定される。

以上の結果より、LS材では、フェライト粒内の{001}面におけるへき開破壊を主体として、破壊が伝播したと考えられる。MS材では、フェライト粒界による伝播の起こる割合がLSに比べて増大し、また、フェライト粒内での伝播経路として、{112}面が優勢となり、{001}、{011}面と共に、伝播を担っている。

3.4.2. フェライト粒内における低指数面破壊の難易比較

フェライト粒内の低指数面による破壊の伝播挙動を支配する因子として、各面の割れやすさが重

要となる。また、各低指数面における等価な面の数は、破壊が伝播する際に考慮する対象の数となるため、その数が多いほど破壊が伝播しやすい関係にある機会が増えることになり、重要である。

以上の考えに基づき、低指数面の割れやすさを比較する規格化 (normalization[14,16,18,24]) を行う。まず、破面や二次き裂のトレースの面指数を求め、観察された各低指数面の個数 (n) をそれぞれの低指数面の等価な面の数 (m) で除し、各低指数面の割れやすさの指標 ($v = n/m$) とする。最後に、各低指数面の指標に対し、{001}面におけるこの指標の値を基準 (1.00) とする規格化を行い、各低指数面が{001}面に対してどれほど割れやすいのか、比較する。

Table 3.4 に、Fig. 3.17 に示した粒内を通る二次き裂トレースの解析結果を基に、規格化によって各低指数面の割れやすさを比較した結果を示す。対象となる低指数面、{001}、{011}、{112}において、等価な面の数 m は、それぞれ、3、6、12 個である。LS 材では、観察した 31 箇所のうち、21 箇所が 001 群であった。よって、21 を 3 で除した 7.00 が、LS 材の{001}面での割れやすさ、 v_{001} となる。同様にして、{011}面では 1.00、{112}面では 0.25 が得られる。このように、LS 材の{001}面は、{011}、{112}面と比べて、はっきりと割れやすいことが分かる。

MS 材では、34 箇所の観察を行った。001 群に分類されたのは 11 箇所であり、観察された数としては、112 群の 15 箇所のほうが多い。しかしながら、{112}は等価な面が多いため、MS 材の{112}面の割れやすさ、 v_{112} は 1.25 であり、{001}面の 3.67 よりも小さい。従って、割れやすさの序列としては、MS 材であっても{001}面のほうが{011}、{112}面よりも割れやすいと言える。

Table 3.5 および Fig. 3.19 に、粒内での各低指数面の割れやすさについて、同様に破面や二次き裂のトレース解析を行っている従来知見の結果[15,16,18,24]との比較を行った。LS 材における結果は、Li ら[18]の示したラインパイプ用鋼の溶接熱影響部におけるシャルピー衝撃試験片において得られた結果と相似である。いずれも、{001}面が主な伝播経路である (Fig. 3.19(a))。また、いずれの結果においても、{011}面と{112}面とでは{011}面のほうが割れやすく、更に、{001}面と比較した割れやすさは前者が 0.2 程度、後者が 0.05 程度で、同様であった。

一方、MS 材における結果は、Nohava ら[15]、Mohseni ら[16]、そして、Kumar ら[24]の結果とよく似ている。MS 材も含め、材料も破壊試験条件も大きく異なる結果群ではあるが、いずれの破面においても、{001}面が観察したトレースに占める割合は 30%程度であり (Fig. 3.19(a))、LS 材と比べて小さい。また、{011}面と{112}面が、LS 材と比較して、割れやすい点も同様である。{011}面と{112}面のいずれが割れやすいかは報告によって異なるが、{001}面と比較した場合にはいずれも 0.3 程度の割れやすさとなっており (Fig. 3.19(b), (c))、これは本研究における MS 材での結果と対応している。

Table 3.5 に示したいずれの報告においても、規格化した結果からは{001}面が最も割れやすいと言える。しかしながら、最も割れやすいことは必ずしも主な破壊の伝播経路となることを意味しない。実際、Table 3.4 に示した通り、MS 材では 112 群のほうが 001 群よりも伝播経路として多く働いている。MS 材において、{112}面の{001}面に対する相対的な割れやすさ (v_{112}/v_{001}) は 0.34 である。この値は、いまだ{001}面のほうが割れやすいが、{112}面も決して割れづらくはないことを意味する。そして、{112}面は等価な面が 12 個あり、{001}面の 3 個よりも多いため、MS 材では{112}面が破壊の伝播経路として選択される機会が増えたと考えられる。

一方、LS 材における{112}面の{001}面に対する相対的な割れやすさは、僅かに 0.04 でしかない。LS 材においては、{112}面は{001}面に比べて、圧倒的に割れづらいため、等価な面が多いにも関わらず、破壊の伝播経路として採用されることが極めて少なくなったと考えられる。

3.4.3. Middle shelf における破壊の伝播モデル

ここまで述べたように、フェライト+パーライト組織における二段階延性脆性遷移において、middle shelf と lower shelf とではフェライト粒内での破壊の伝播経路が変化していた。lower shelf では、伝播経路はへき開面である{001}が主体である。一方、middle shelf では{001}は支配的ではなく、{011}、{112}面を経路とする場合も多い。この、伝播経路の遷移は、{001}面と比較した{011}面、{112}面の相対的な割れやすさが、middle shelf では lower shelf よりも大きくなったために起きたと推定される。

しかしながら、粒内で{001}面以外を経路として破壊が伝播することは確かとしても、その場合の破壊の伝播機構は不明である。過去の報告[15-17,19]では、このような{011}面や{112}面での破壊もへき開破壊として説明されている。{001}面でのへき開破壊は、他の面でのそれと比べて、圧倒的に起こりやすい[5,7,22,26]とされることから、この考えは、lower shelf および middle shelf のいずれにおいても{001}面が割れやすいという面ごとの序列を説明することはできる。しかしながら、この考えが成り立つには、各面ごとの相対的なへき開破壊のしやすさの差が温度に伴って大きく変化することを説明し、middle shelf においては{001}面と{011}、{112}面とのへき開破壊のしやすさの差が数倍程度まで低下することを説明する必要がある。

一方、{011}、{112}面は bcc 結晶における典型的なすべり面[34]であるが、同様にすべり面を伝播経路とし、平坦な破面を形成する低温脆化現象として、Tomota ら[27,28]は窒素を添加したオーステナイト系ステンレス鋼における延性脆性遷移について報告している。この材料は、高温ではディンプルからなる延性破面を呈するが、温度の低下に伴って延性脆性遷移が起こり、へき開破面のよう

な平坦な破面[29]を呈する。Tomota らは破壊の伝播経路を調べ、Fig. 3.20 に示すように、平坦な破面のトレースがオーステナイトのすべり面である $\{111\}$ と一致することを見出した。Tomota ら [28,30,31]は、この破面の形成機構として、特定のすべり面に転位が移動し、局所的な温度上昇が生じて局所的に転位の易動度が上がって転位密度の高いすべり帯が形成し、剥離するすべり面分離 (slipping-off 機構) [32]を提案している (Fig. 3.21[28])。

Fig. 3.22 に、lower shelf と middle shelf において想定する破壊の伝播挙動の模式図を示す。すべり面分離によって破壊が伝播するには転位の移動が必要であり、一方のへき開破壊は、Fig. 1.22 で示したように、転位が動かないほうが起こりやすい。lower shelf においては、破壊の前にはほとんど塑性変形は起きておらず、温度も低いため、き裂が伝播する際には転位の移動は起こりづらく、へき開破壊による伝播が主体となる。一方、middle shelf においては、温度が lower shelf よりも高く、転位が動きやすいうえ、破壊に先立って組織は塑性変形を受けている。この塑性変形によって、き裂の進行方向には多様な可動転位および活動すべり帯が存在する。すべり面分離には転位密度の高い活動すべり面が必要となるため、middle shelf における破壊直前のマイクロ組織の特徴は、この機構による破壊の伝播には適していると言える。

このように、 $\{011\}$ 、 $\{112\}$ 面での破壊機構としてすべり面分離を考慮することにより、middle shelf と lower shelf との破壊の伝播経路の変化と、温度や破壊前の塑性変形有無によってすべり面上での破壊伝播が起こりやすくなることを、定性的に説明することができる。

3.5. 小括

二段階延性脆性遷移における破壊の伝播挙動の変化、特に middle shelf における破壊の伝播形態について調べるため、第2章で評価したフェライト+パーライト組織を有する高強度薄鋼板の 213 K (MS 材)、153 K (LS 材) でそれぞれ破壊したサブサイズ CVN 試験片を観察し、破面および二次き裂のトレースを低指数面 $\{001\}$ 、 $\{011\}$ 、 $\{112\}$ 面のトレースと比較した。結果は以下の通りである。

1. MS 材において、フェライト粒内を通る二次き裂には、 $\{001\}$ 面と対応するものに加え、 $\{011\}$ 、 $\{112\}$ と対応するものもあった。
2. LS 材では、二次き裂はフェライト粒内の $\{001\}$ 面を主な経路として、伝播している。また、破面におけるトレースの結晶学的特徴は、二次き裂の結晶学的特徴と一致しており、破壊はフェライト粒内の $\{001\}$ をへき開破壊によって主に伝播すると考えられる。

3. MS材において、破壊は主にフェライト粒内を伝播するが、そのトレースは{001}のほか{011}、{112}面とよく対応する。また、MS材では、LS材に比べ、伝播経路に占めるフェライト粒界の割合も大きい。
4. 規格化により、{001}、{011}、{112}のそれぞれの面の破壊のしやすさを定量化し、比較した。LS材、MS材ともに、{001}面が最も破壊しやすかったが、MS材では{011}、{112}面との差は3倍程度であり、LS材よりも差が小さかった。
5. middle shelfでは{011}、{112}面上でも頻繁に破壊が伝播するが、そこでの破壊の伝播機構は不明である。{011}、{112}面はbcc鉄における典型的なすべり面であり、そこでの破壊の伝播機構として、すべり面分離による機構を考えることができる。

参考文献（3章）

1. G.R. Odette : J. Nucl. Mater., 212-215, 1994, 45
2. K. Edsinger, G.R. Odette, G.E. Lucas, and J.W. Sheckherd : J. Nucl. Mater., 233-237, 1996, 342
3. D. Frómeta, A. Lara, S. Molas, D. Casellas, J. Rehr, C. Suppan, P. Larour, and J. Calvo : Engng. Frac. Mech., 205, 2019, 319
4. 梶野俊彦, 小林俊郎 : 鉄と鋼, 65, 1979, 1936
5. T.L. Anderson : 破壊力学 基礎と応用 第3版, 栗飯原周二監訳, 金田重裕, 吉成仁志訳, 森北出版, 2008, 237
6. A. Pineau : Int. J. Fract., 150, 2008, 129
7. A. Pineau, A.A. Benzerga, and T. Pardoen : Acta Mater, 107, 2016, 424
8. S. Matsuda, T. Inoue, H. Mimura, and Y. Okamura : Trans. ISIJ, 12, 1972, 325
9. A.F. Gourgues-Lorenzon : Int. Mater. rev., 52, 2007, 65
10. E. Bouyne, H.M. Flower, T.C. Lindley, and A. Pineau : Scr. Mater., 39, 1998, 295
11. R. Ayer, R.R. Mueller, and T. Neeraj : Mater. Sci. Engng. A, 417, 2006, 243
12. J.W. Morris Jr, C. Kinney, K. Pytlewski, and Y. Adachi : Sci. Technol. Adv. Mater., 14, 2013, 014208
13. E. Merson, A.V. Kudrya, V.A. Trachenko, D. Merson, V. Danilov, and A. Vinogradov : Mater. Sci. Engng. A, 665, 2016, 35
14. V. Randle and P. Davies : Mater. Sci. Technol., 21, 2005, 1275

15. J. Nohava, P. Haušild, M. Karlík, and P. Bompard : *Mater. Charact.*, 49, 2003, 211
16. P. Mohseni, J.K. Solberg, M. Karlsen, O.M. Akselsen, and E. Østby : *J. Microsc.*, 251, 2013, 45
17. J.P. Naylor and P.R. Krahe : *Metall. Trans. A*, 6A, 1975, 594
18. X. Li, X. Ma, S.V. Subramanlan, and C. Shang : *Int. J. Fract.*, 193, 2015, 131
19. C. Wang, H. Qiu, Y. Kimura, and T. Inoue : *Mater. Sci. Engng. A*, 669, 2016, 48
20. 梅澤修 : 熱処理, 50, 2010, 458
21. 野口徹 : 最新 フラクトグラフィ 各種材料の破面解析とその事例, 塩谷義, 松尾陽太郎, 服部敏雄, 川田宏之編, テクノシステム, 2010, 115
22. C.R. Brooks and A. Choudhury : *Metallurgical failure Analysis*, 金属の疲労と破壊 ー破面観察と破損解析ー 第2版, 加納誠, 菊池正紀, 町田賢司訳, 内田老鶴圃, 2001, 111
23. G. Krauss : *Steels : Processing, Structure, and Performance*, ASM International, Materials Park, OH, 2005, 201
24. A. Kumar, A.J. Wilkinson, and S.G. Roberts : *J. Microsc.*, 227, 2007, 248
25. K. Tanaka and R. Oshima : *Mater. Trans. JIM*, 32, 1991, 325
26. J.W. Morris Jr., Z. Guo, C.R. Krenn, and Y.-H. Kim : *ISIJ Int.*, 41, 2001, 599
27. Y. Tomota and S. Endo : *ISIJ Int.*, 30, 1990, 656
28. 小島真由美, 足立吉隆, 友田陽, 池田圭太, 片田康行 : 日本金属学会誌, 73, 2009, 283
29. R.L. Tobler and D. Meyn : *Metall. Trans. A*, 19A, 1988, 1626
30. Y. Tomota, Y. Xia, and K. Inoue : *Acta Mater.*, 46, 1998, 1577
31. Y. Tomota, J. Nakano, Y. Xia, and K. Inoue : *Acta Mater.*, 46, 1998, 3099
32. 小林英男 : 破壊力学, 共立出版, 1993, 22
33. S. Mahalingam and P.E.J. Flewitt : *J. Phys.*, 371, 2012, 012087
34. 古林英一 : 再結晶と材料組織 金属の機能性を引きだす, 内田老鶴圃, 2000, 100



Fig. 3.1 液体窒素中で破断したアルミキルド鋼の破面直下の組織の IPF マップ[13]

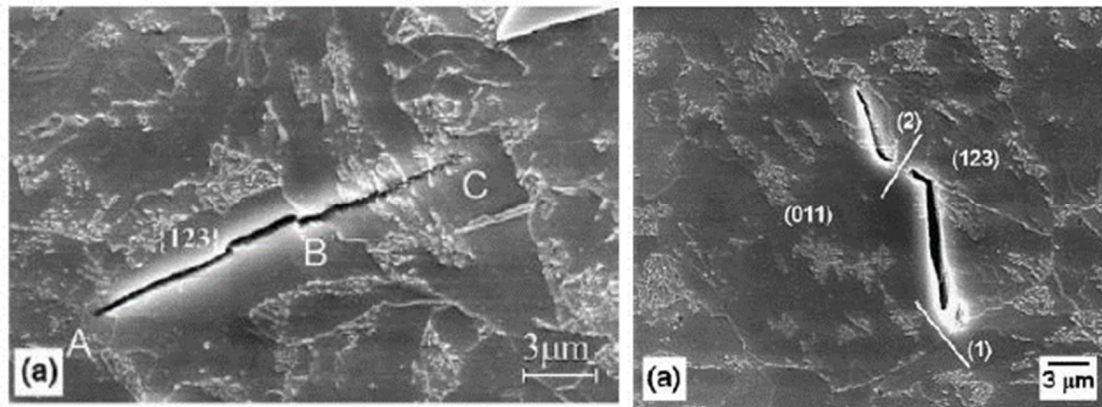


Fig. 3.2 ベイナイト鋼のへき開破面直下に存在する二次き裂の SEM 写真[15]
 (付記された面指数は各き裂のトレースを EBSD によって解析し、得ている。)

Table 3.1 供試材 (FP 材) の化学組成および引張特性

Chemical compositions (wt%)					
C	Si	Mn	P	S	N
0.15	1.77	1.48	0.005	0.001	0.001
Tensile properties					
0.2% proof stress		Tensile strength		Elongation	
385 MPa		595 MPa		31%	

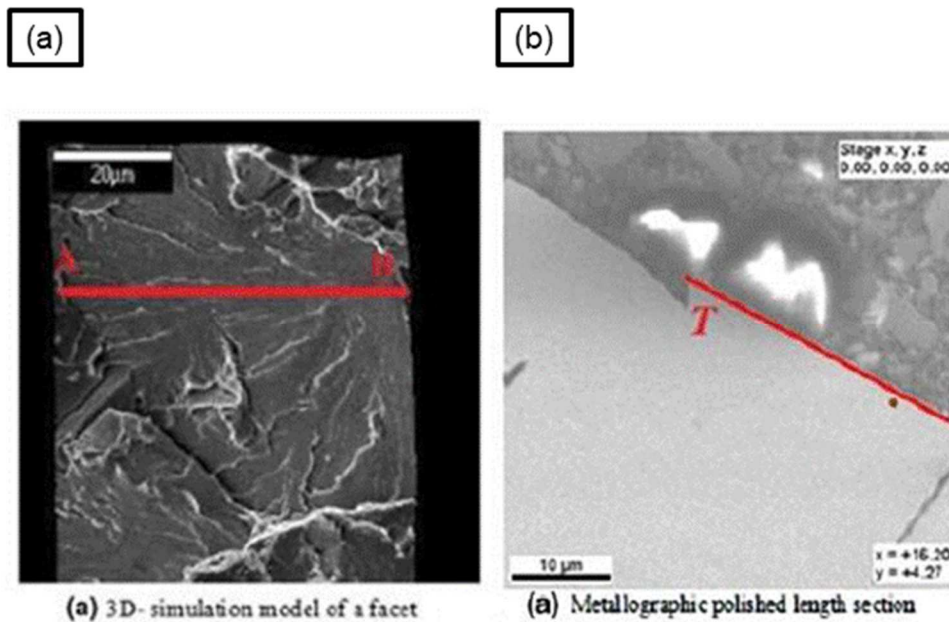


Fig. 3.3 高強度鋼の再現 HAZ 組織における脆性破面の観察結果[16]

- (a) 破面写真 (b) FIB によって切り出した(a)に示す破面の横断面
(c) (a)の破面の3次元トレースと結晶方位との比較

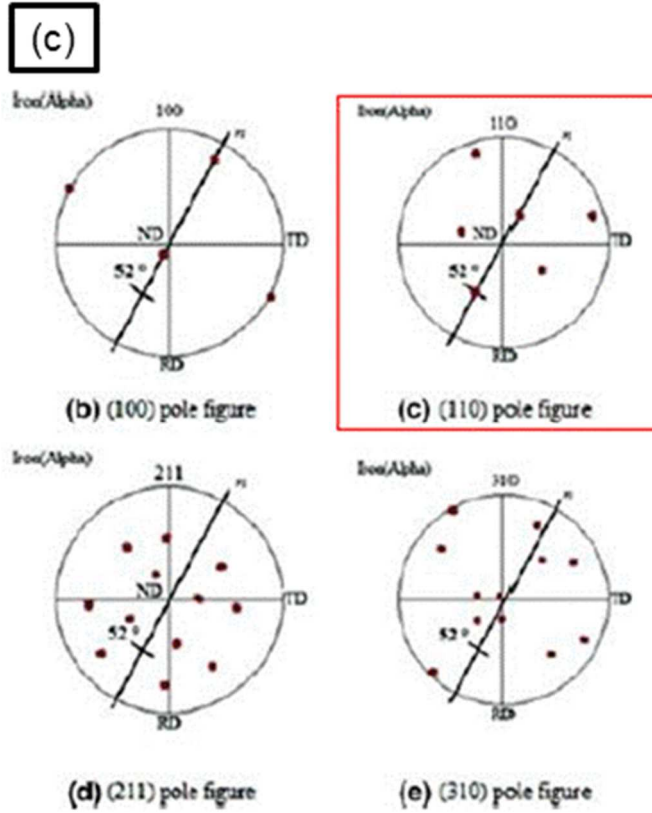


Fig. 3.3 (続き) 高強度鋼の再現 HAZ 組織における脆性破面の観察結果[16]

- (a) 破面写真 (b) FIB によって切り出した(a)に示す破面の横断面
 (c) (a)の破面の3次元トレースと結晶方位との比較

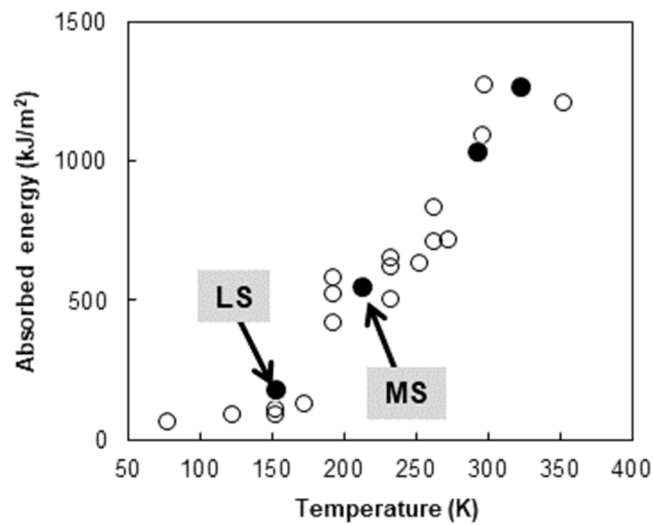


Fig. 3.4 FP 材のシャルピー衝撃試験における CVN 吸収エネルギーの遷移挙動

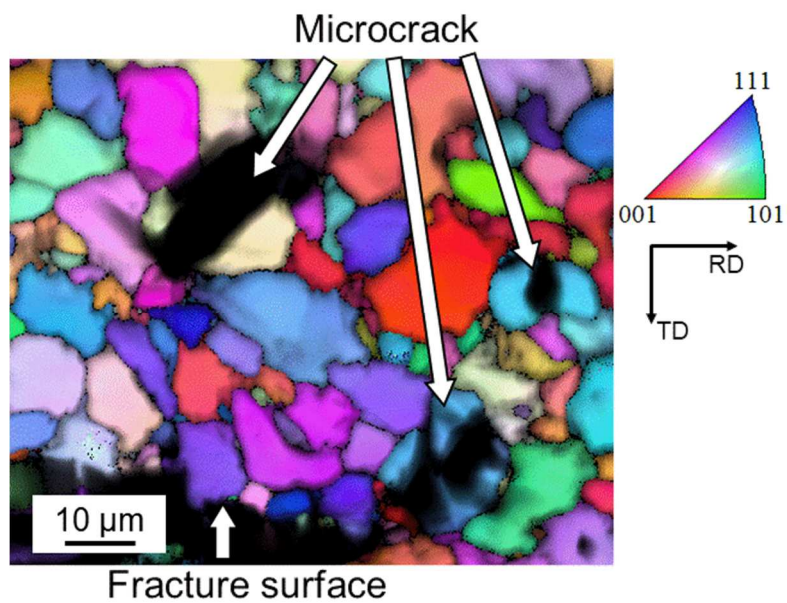


Fig. 3.5 LS 材における破面直下の組織の IPF マップ

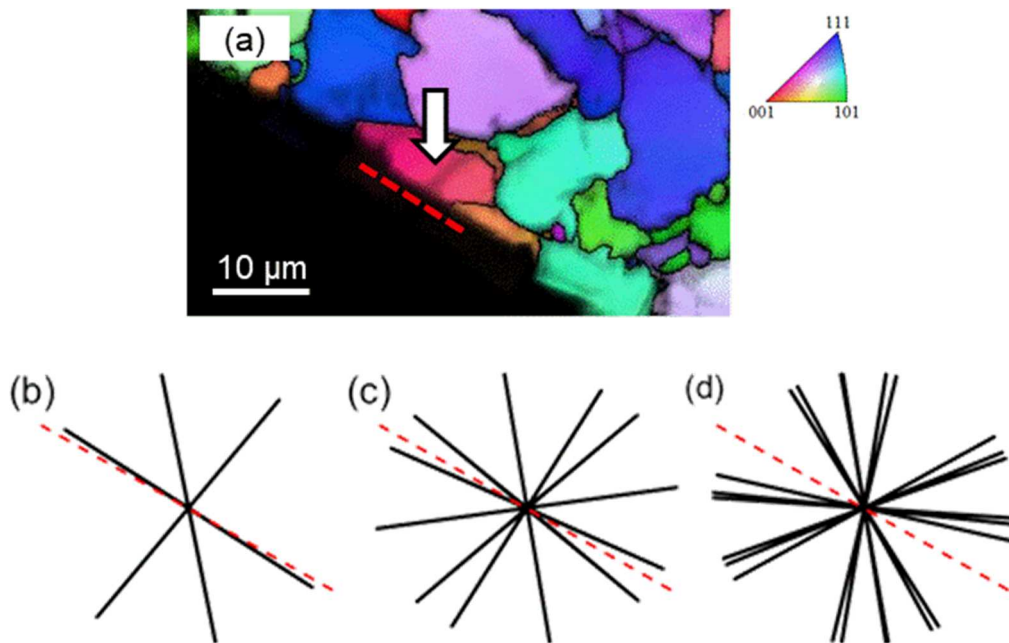


Fig. 3.6 LS 材における破面トレースの解析例

(a) IPF マップ (b)(c)(d) 破面トレースと {001}, {011}, {112} トレース群との比較

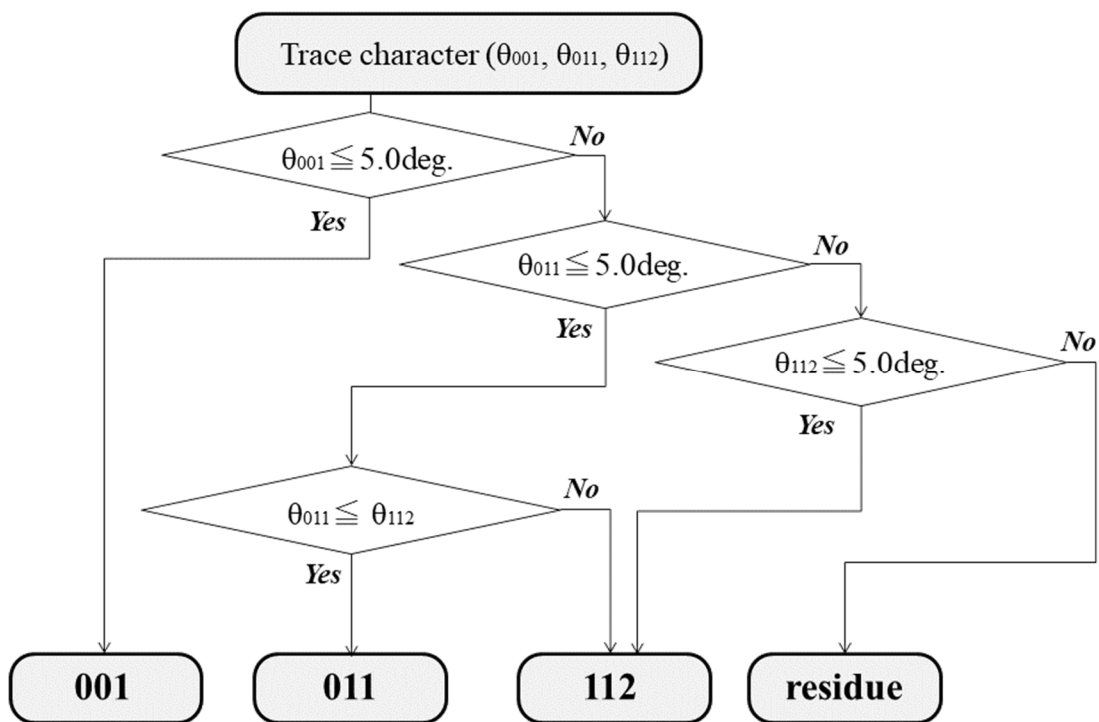


Fig. 3.7 破面トレースとフェライトの低指数面トレースのなす角による
破面トレースの結晶学的特徴の判定フロー

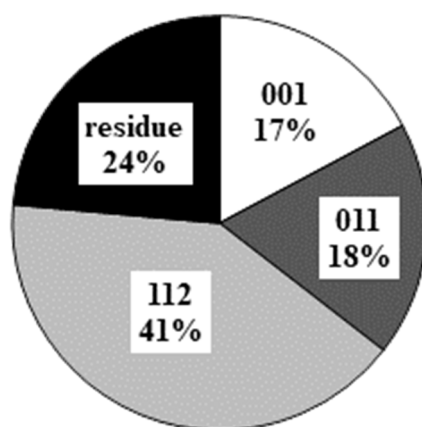


Fig. 3.8 破壊がランダムな面で起きた場合の破面トレースの結晶学的特徴の分類結果

Table 3.2 解析を行ったトレースの総数および総長さ

Sample	Site		Whole	TG	GB	ID
MS (213 K)	FS	number	69	15 (22%)	5 (7%)	49 (71%)
		length (μm)	366	68 (19%)	24 (6%)	274 (75%)
	MC	number	59	34 (58%)	21 (36%)	4 (7%)
		length (μm)	308	187 (61%)	105 (34%)	16 (5%)
LS (153 K)	FS	number	65	7 (11%)	4 (6%)	54 (83%)
		length (μm)	337	30 (9%)	18 (5%)	289 (86%)
	MC	number	74	31 (42%)	11 (15%)	32 (43%)
		length (μm)	400	184 (46%)	50 (12%)	166 (42%)

FS : 破面トレース、MC : 二次き裂トレース

Whole : 全トレース、TG : 粒内を伝播したトレース、GB : 粒界を伝播したトレース、

ID : 粒内、粒界の判別が不可能であったトレース

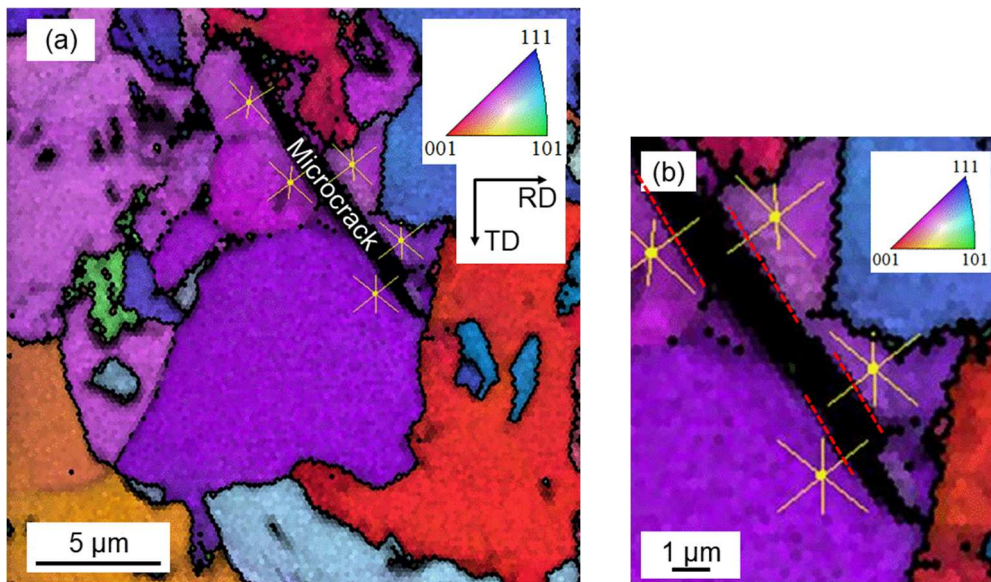


Fig. 3.9 MS 材における破面直下の組織の EBSD 解析結果

(a) IPF マップ (b) 二次き裂トレースと {001} トレースとの比較

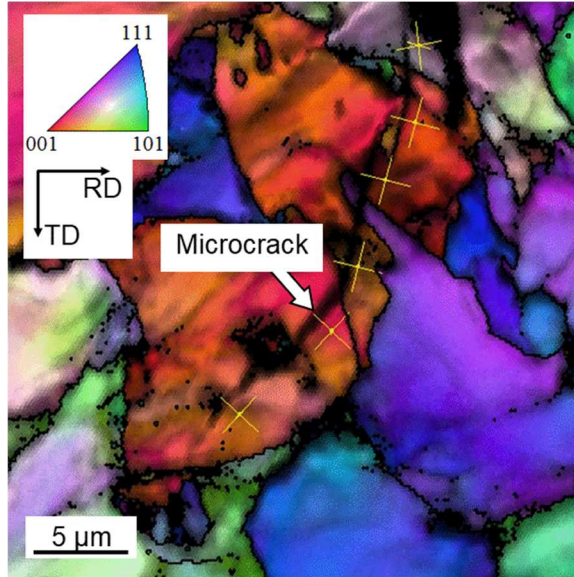


Fig. 3.10 MS材における{001}トレースと対応する二次き裂の観察例 (IPF マップ)

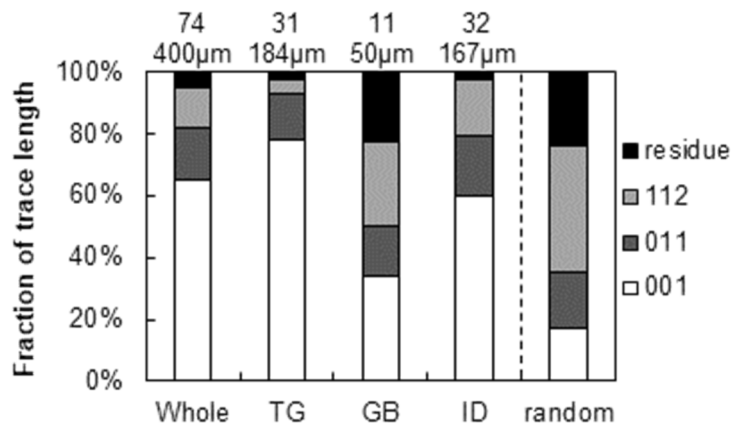


Fig. 3.11 LS材における二次き裂トレースの解析結果

(グラフ上部の数字は解析したトレースの個数および合計長さを示す。)

Whole : 全トレース、TG : 粒内を伝播したトレース、GB : 粒界を伝播したトレース、

ID : 粒内、粒界の判別が不可能であったトレース、random : ランダム分布

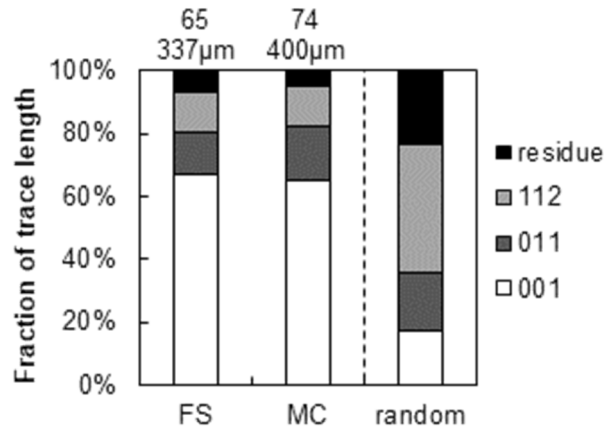


Fig. 3.12 LS 材の全トレース解析結果

(グラフ上部の数字は解析したトレースの個数および合計長さを示す。)

FS : 破面トレース、MC : 二次き裂トレース、random : ランダム分布

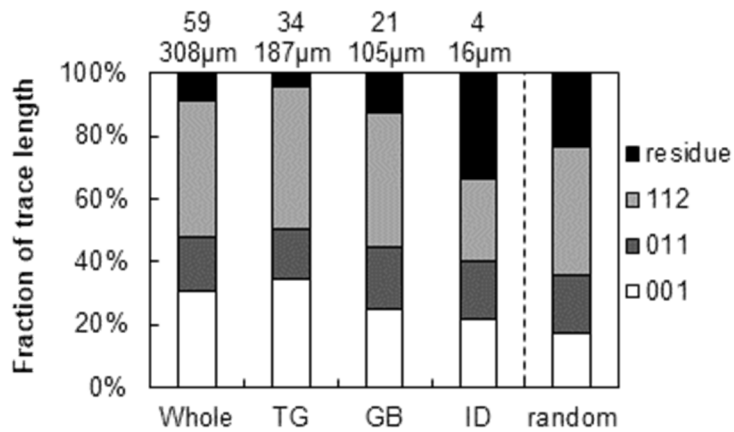


Fig. 3.13 MS 材における二次き裂トレースの解析結果

(グラフ上部の数字は解析したトレースの個数および合計長さを示す。)

Whole : 全トレース、TG : 粒内を伝播したトレース、GB : 粒界を伝播したトレース、

ID : 粒内、粒界の判別が不可能であったトレース、random : ランダム分布

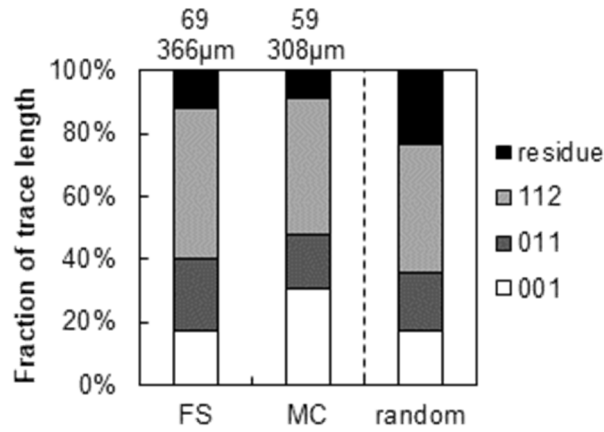


Fig. 3.14 MS材の全トレース解析結果

(グラフ上部の数字は解析したトレースの個数および合計長さを示す。)

FS : 破面トレース、MC : 二次き裂トレース、random : ランダム分布

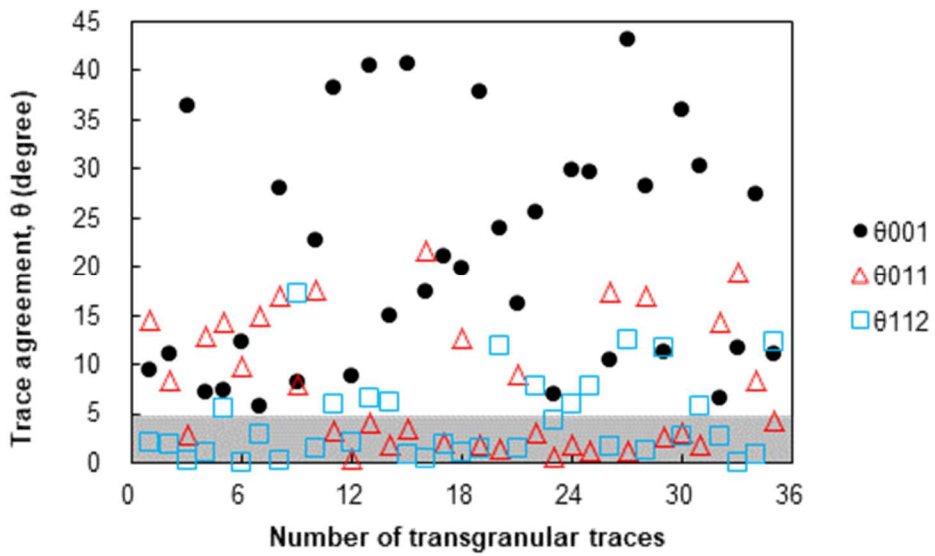


Fig. 3.15 MS材において001群以外に分類された粒内を貫通するトレースにおける

各低指数面との一致度 θ_{001} , θ_{011} , θ_{112}

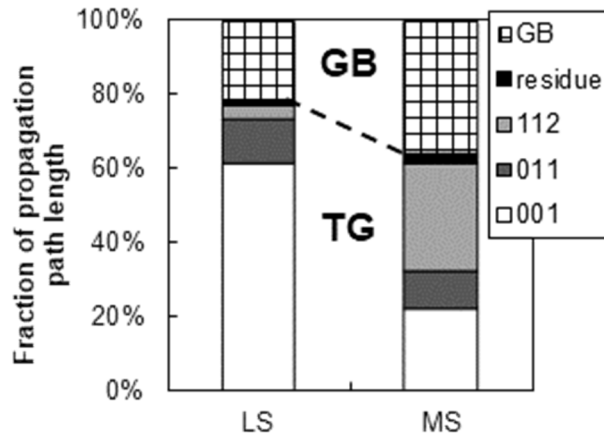


Fig. 3.16 粒内および粒界を通る二次き裂トレースから求めた
LS材、MS材における破壊の伝播経路の内訳
GB：粒界トレース, TG：粒内トレース

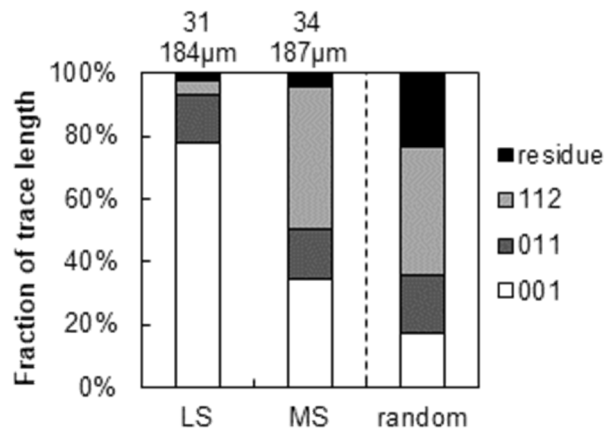


Fig. 3.17 フェライト粒内における二次き裂トレースの伝播経路

Table 3.3 トレース解析結果の内訳

Sample	Site		Number of treces				Sum of trace length (μm)			
			Whole	TG	GB	ID	Whole	TG	GB	ID
MS	FS	Total	69	15 (22)	5 (7)	49 (71)	366	68 (19)	24 (6)	274 (75)
		001 group	11 (16)	3 (4)	1 (1)	7 (10)	64 (17)	18 (5)	4 (1)	42 (11)
		011 group	15 (22)	5 (7)	0 (0)	10 (15)	84 (23)	20 (5)	0 (0)	64 (17)
		112 group	35 (51)	7 (10)	3 (4)	25 (36)	175 (48)	30 (8)	11 (3)	134 (37)
		residue	8 (12)	0 (0)	1 (1)	7 (10)	44 (12)	0 (0)	8 (2)	36 (10)
	MC	Total	59	34 (58)	21 (36)	4 (7)	308	187 (61)	105 (34)	16 (5)
		001 group	16 (27)	11 (19)	4 (7)	1 (2)	94 (30)	64 (21)	26 (9)	3 (1)
		011 group	11 (19)	6 (10)	4 (7)	1 (2)	54 (17)	30 (10)	21 (7)	3 (1)
		112 group	35 (42)	15 (25)	9 (15)	1 (2)	134 (44)	85 (28)	45 (15)	4 (1)
		residue	7 (12)	2 (3)	4 (7)	1 (2)	26 (9)	8 (3)	13 (4)	5 (2)
LS	FS	Total	65	7 (11)	4 (6)	54 (83)	337	30 (9)	18 (5)	289 (86)
		001 group	40 (62)	2 (3)	3 (5)	35 (54)	225 (67)	6 (2)	15 (4)	204 (60)
		011 group	11 (17)	2 (3)	0 (0)	9 (14)	46 (14)	9 (3)	0 (0)	37 (11)
		112 group	8 (12)	1 (2)	1 (2)	1 (2)	43 (13)	5 (2)	3 (1)	35 (10)
		residue	6 (9)	2 (3)	0 (0)	0 (0)	24 (7)	10 (3)	0 (0)	14 (4)
	MC	Total	74	31 (42)	11 (15)	32 (43)	400	184 (46)	50 (12)	166 (42)
		001 group	43 (58)	21 (28)	4 (5)	18 (24)	260 (65)	143 (36)	17 (4)	100 (25)
		011 group	14 (19)	6 (8)	2 (3)	6 (8)	69 (17)	28 (7)	8 (2)	33 (8)
		112 group	13 (18)	3 (4)	3 (4)	7 (10)	52 (13)	8 (2)	14 (3)	31 (8)
		residue	4 (5)	1 (1)	2 (3)	1 (1)	19 (5)	4 (1)	11 (3)	4 (1)

() 内の数字はその左横の数字の全体に対する割合(%)を示す。

FS : 破面トレース、MC : 二次き裂トレース

Whole : 全トレース、TG : 粒内を伝播したトレース、GB : 粒界を伝播したトレース、ID : 粒内、粒界の判別が不可能であったトレース

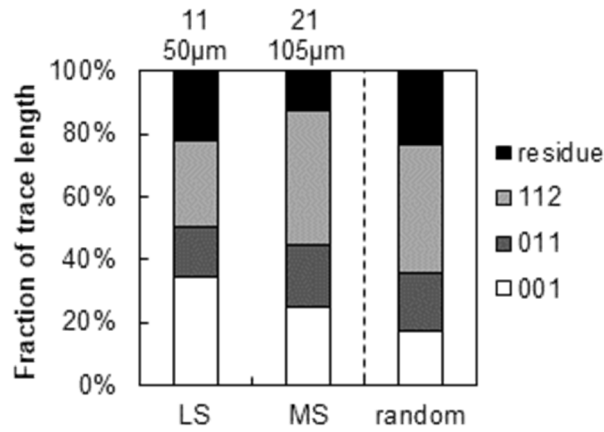


Fig. 3.18 フェライト粒界における二次き裂トレースの伝播経路

Table 3.4 フェライト中の低指数面の割れやすさ

Sample	Low index plane	{001}	{011}	{112}	residue
	Number of equivalent planes (m)	3	6	12	-
MS	Number of traces analyzed (n)	11	6	15	2
	Normalized value ($v = n/m$)	3.67	1.00	1.25	-
	Ratio of normalized value (v/v_{001})	1.00	0.27	0.34	-
LS	Number of traces analyzed (n)	21	6	3	1
	Normalized value ($v = n/m$)	7.00	1.00	0.25	-
	Ratio of normalized value (v/v_{001})	1.00	0.14	0.04	-

Table 3.5 フェライト中の低指数面の割れやすさの文献事例との比較

Reference	Material	Test	FS/MC	Temperature	n_{total}	n_{001}	v_{011}/v_{001}	v_{112}/v_{001}
Nohava [15]	tempered bainite	Charpy	MC	253 K	28	7	0.57	0.04
Mohseni [16]	coarse grained HAZ	CTOD	FS	273 K	40	18	0.08	0.13
				243 K	40	11	0.45	0.23
				213 K	40	16	0.22	0.08
				183 K	40	13	0.31	0.17
	intercritically reheated coarse grained HAZ	CTOD	FS	273 K	40	9	0.28	0.33
				243 K	40	15	0.23	0.17
				213 K	40	15	0.10	0.22
				183 K	40	12	0.17	0.27
Li [18]	coarse grained HAZ	Charpy	MC	253 K	32	19	0.24	0.05
Kumar [23]	spheroidized steel	tensile test	MC	117 K	56	10	0.65	0.13
Present study	DP (α + P)	Charpy	MC	213 K (MS)	34	11	0.27	0.34
				(sub-size) 153 K (LS)	31	21	0.14	0.04

FS : 破面解析結果、MC : 二次き裂解析結果

α : フェライト、P : パーライト

n_{total} : 解析したトレースの総数、 n_{001} : {001}面と判定されたトレースの数

$v_{001}, v_{011}, v_{112}$: {001}, {011}, [112]の割れやすさの指標

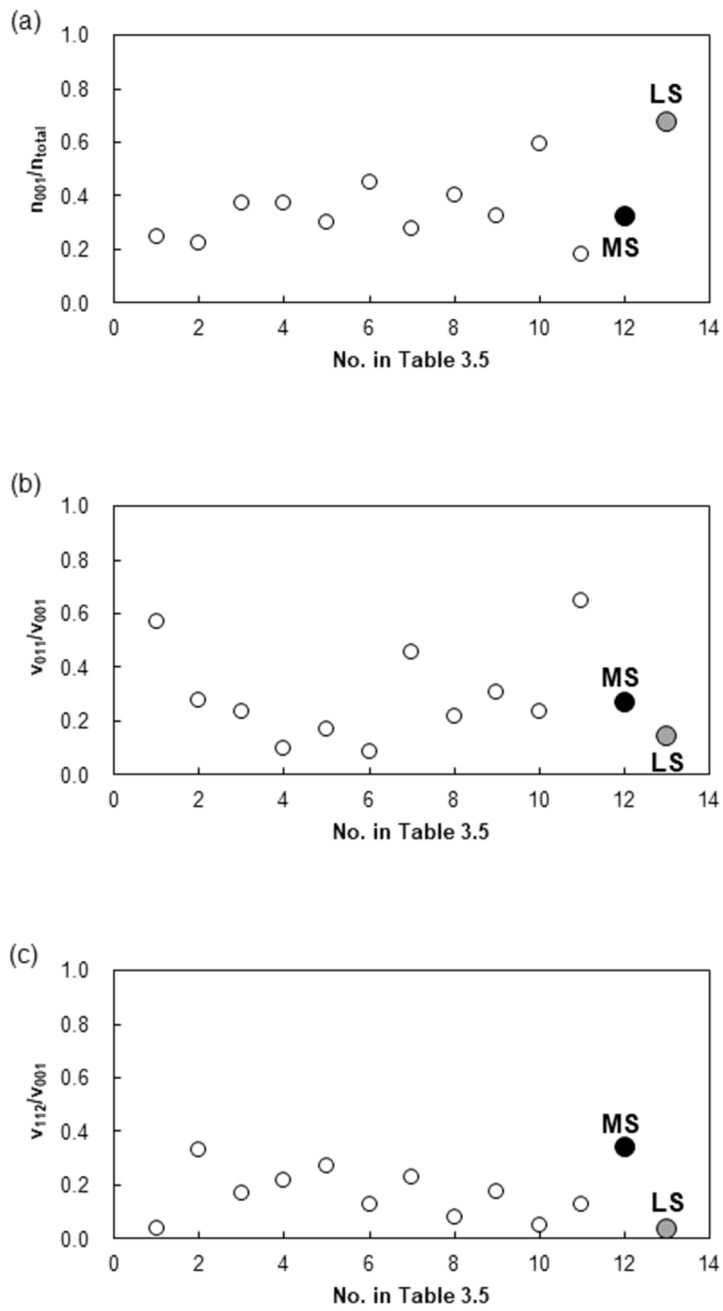


Fig. 3.19 フェライト中の低指数面の割れやすさの文献事例との比較

(横軸は Table 3.5 の一覧に記載する番号。12, 13 番は本研究の結果)

n_{total} : 解析したトレースの総数、 n_{001} : {001}面と判定されたトレースの数

$V_{001}, V_{011}, V_{112}$: {001}, {011}, [112]の割れやすさの指標

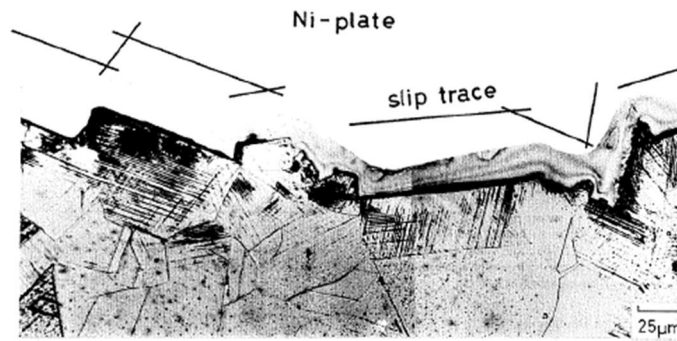


Fig. 3.20 低温脆化したオーステナイト系ステンレス鋼の破面トレース観察結果[27]

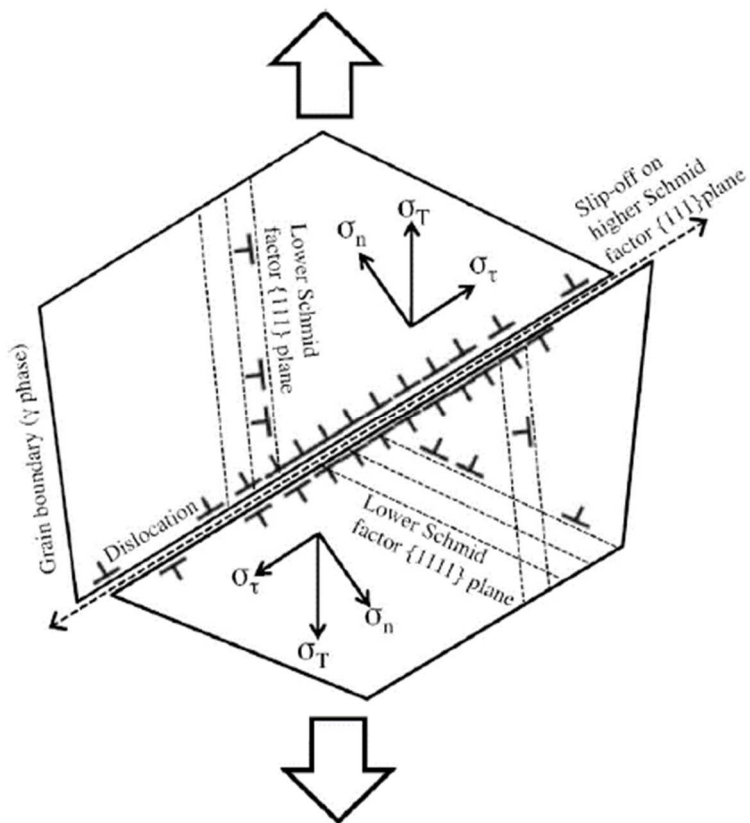


Fig. 3.21 Tomota らの提案するすべり面分離 (slipping-off) による破壊機構の模式図[28]

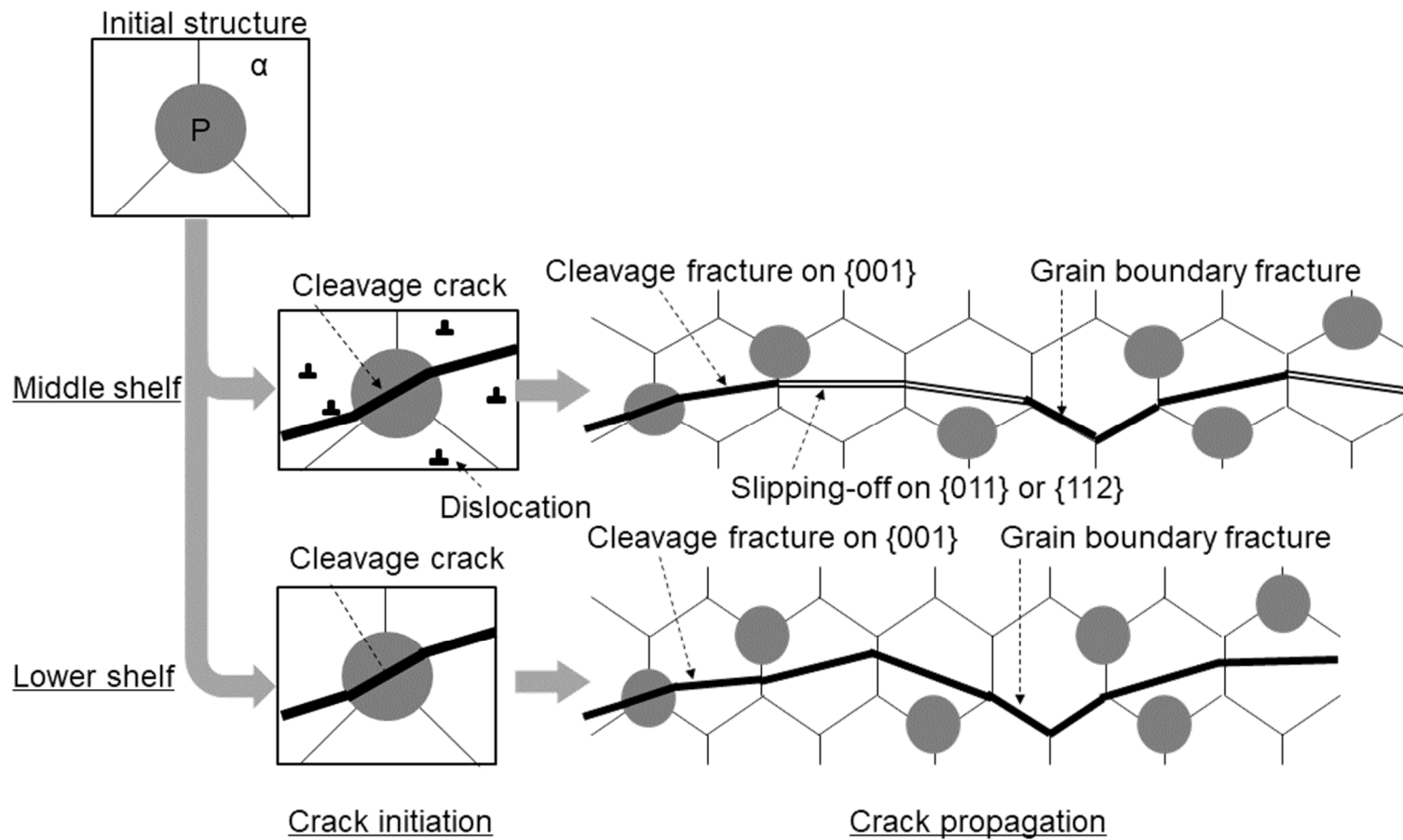


Fig. 3.22 Lower shelf および Middle shelf におけるき裂伝播経路の模式図

第4章 フェライト単相～フェライト+パーライト複合組織における延性脆性遷移とパーライト分率の関係

4.1. 本章で検討する課題、並びに、関連する知見

本章では、複合組織鋼における延性脆性遷移挙動の、硬質組織分率に伴う変化について述べる。

複合組織鋼において、それぞれの構成組織の分率（系全体の体積に対して占める割合）は、特性を支配する主な因子の一つである[1,2]。最も一般的なフェライト+マルテンサイト組織の DP 鋼の場合、マルテンサイト分率の増大に伴って強度が上昇し、延性が低下する。例えば、Bortsov and Fonstein[3,4]は、Fig. 4.1 に示すように、マルテンサイト分率の増大によって直線的に 0.2%耐力と TS が上昇し、一方で均一伸び（UEI, uniform elongation）が低下することを報告している。フェライトに比べて硬質で延性に乏しいマルテンサイトの分率が増大することによる引張特性へのこのような影響は、様々な複合組織の加工硬化挙動に対する混合則[2,5-7,23]からも想定される通りである。

このようなフェライト+マルテンサイト組織からなる DP 鋼において、Hayat and Uzun[8]は衝撃破壊特性に与えるマルテンサイト分率の影響を、造船用高強度低合金鋼（DH36 : 0.143C-0.2Si-1.5Mn-0.15Cu-0.1Cr-0.016P-0.007S (mass%)）において調べた。彼らは、鋼板を A_{c1} 点（710°C）より高い温度から A_{c3} 点（850°C）より高い温度まで系統的に振り、加熱後に急冷することでマルテンサイト分率の異なる DP 鋼を得て、引張試験およびシャルピー衝撃試験を行った。Fig. 4.2 に引張試験の結果を示す。実験は6つの試験片で行っているが、左の DH36 および GA は比較材であり、ここでは無視する。右の A730W から A900W が加熱温度を振った試験片での結果であり、各試験片の数字は加熱温度（°C）を意味する。加熱温度の上昇に伴い、強度が上昇し、延性が低下する。これは、加熱温度の上昇に伴い、マルテンサイト分率が 18%、35%、55%、100%と増大したためである。引張強度の傾向から考えると、耐衝撃特性は加熱温度の上昇に伴い劣化しそうに思われる。しかしながら、Fig. 4.3 に室温でのシャルピー衝撃試験における吸収エネルギーおよび試験片破面を示す通り、加熱温度が高いほど吸収エネルギーは上昇した。また、破面は、塑性変形の小さい脆性破面から、大きく塑性変形した延性破面へと遷移している。

このように、TS が 652MPa から 1115MPa まで上昇しながら、靱性が却って改善した理由は、複合組織における硬質組織の特性が分率に伴って大きく変化したことにある。フェライト+マルテンサイト組織では、鋼材が含有する炭素のほとんどがマルテンサイト側に濃化する[9,10]。この際、マルテンサイトにおける炭素濃度は、その分率が小さいほど濃縮し、大きいほど希釈される。Hayat and Uzun の検討の場合、マルテンサイト分率の増大に伴い、マルテンサイト中の平均炭素濃度は、概算

で 0.78 mass% から、0.40、0.25、0.14 mass% と低下したと推定される。ここで、マルテンサイトの特性は固溶炭素量に大きく依存しており、例えば、Fig. 4.4 に示す通り、硬さは炭素量の増加に伴って大幅に向上する[11-13]。一方で固溶炭素量の増加に伴って靱性は大きく劣化する[11,12,14]。よって、加熱温度の低い試験片は、引張試験で得られる強度は低い、その内部には少量の極めて硬く、割れやすいマルテンサイトが含まれていたことが分かる。加熱温度の上昇によりマルテンサイトの分率が増えると、系全体の強度は上昇するが、マルテンサイトの固溶炭素量は希釈され、割れづらくなる。この、マルテンサイトの割れやすさの変化によって、Fig. 4.3 に示したように、加熱温度の上昇に伴って靱性が改善したと推定される。

ここまでは Hayat and Uzun の実験を例として、フェライト+マルテンサイト組織において分率が特性に与える影響の評価について述べた。フェライト+マルテンサイト組織では、マルテンサイト分率を加熱温度などの熱処理条件によって変化させることで、一見して分率の影響を評価できるように見える。しかしながら、分率とともにマルテンサイトの特性が大きく変化してしまい、その影響がより強く表れることもある[15]。フェライト+マルテンサイト組織では、分率とマルテンサイトの特性とが連携しており、かつ、分率が熱処理条件に依存していて不安定であるため、分率の影響のみを切り分けて捉えることが難しい。

本研究では、以上の見地から、まずは本章において、フェライト+パーライト組織を用いて、硬質組織分率による延性脆性遷移挙動への影響を調べる。フェライト+パーライト組織では、適正なパーライト変態温度さえ選べば、パーライトの分率は添加炭素量のみに従い、かつ、パーライトの機械特性が依存するラメラ間隔、すなわちフェライトとセメンタイトからなる層の厚さも変化しない。よって、添加炭素量のみを系統的に振ったサンプルを準備することで、容易に分率のみを変化させることができる。硬質組織の特性による延性脆性遷移挙動への影響は、本章で分率の影響を明らかとしたうえで、次章で検討する。

フェライト+パーライト組織におけるパーライト分率に伴う延性脆性遷移挙動の変化の従来知見を、Fig. 4.5 に示す[16]。パーライトをまったく含まないと推定される 0.01wt% 鋼では、upper shelf と lower shelf の間に遷移領域は無く、upper shelf から急激に lower shelf へと遷移している。炭素が増え、僅かにパーライトが含まれるようになると upper shelf と lower shelf の間に徐々に吸収エネルギーが低下する遷移領域が現れる。全体の 8 割超がパーライトであると推定される 0.67wt% 鋼までの間、炭素量の増加に伴って upper shelf の吸収エネルギーは徐々に低下し、また、upper shelf からの遷移開始温度は高温側へと移動する。一方で、lower shelf の吸収エネルギーおよび lower shelf への遷移完了温度は大きく変化しないように見える。

このように、パーライト分率に伴う延性脆性遷移挙動の変化には系統的な評価結果が報告されている。しかしながら、この報告では、第2章でフェライト+パーライト組織の高強度薄鋼板において認められた、二段階延性脆性遷移に相当する事象は言及されていない。よって、二段階延性脆性遷移を示す高強度薄鋼板において、パーライト分率による延性脆性遷移挙動への影響を、改めて評価することにした。

4.2. 実験手法

4.2.1. 供試材

パーライト分率の影響を評価するため、6種類の鋼板を試験室にて作成した。Table 4.1に各鋼板の化学組成を示す。供試材の名称にある数値は、後述するパーライト分率 (%) を表す。炭素量は0.005 wt%から0.150 wt%とした。Si、Mnは高強度鋼板に広く用いられる元素であり、特に、Siはフェライトを脆化させ、延性脆性遷移を起こしやすくして本研究の目的を達成しやすくなるよう、それぞれ1.0 wt%、2.0 wt%ずつ添加した。また、粗大な介在物による破壊の発生と、結晶粒界による破壊の伝播を抑制するため、P、S、Al、Nは、それぞれ0.005 wt%、0.001 wt%、0.006 wt%、そして、0.001 wt%に制限した。これらの鋼塊は真空溶解によって作成した。

鋼塊を、1173 K以上の温度で板厚3.5 mmまで熱間圧延し、そのまま923 Kに加熱したアルゴン雰囲気炉内で1時間保持し、その後、室温まで冷却した。Fig. 4.6に、Fe-1Si-2Mn-C四元系(数値はwt%)における計算状態図を示す。計算にはThermoCalcを用い、熱力学データベースはTCFE8を参照した。この系において、極低炭素領域におけるA₃点は1142 Kである。熱間圧延はオーステナイト単相域においてなされており、熱間圧延後に急冷せずに変態させることで、塊状のフェライトが得られる。また、フェライトにおける固溶炭素が最大となる温度は932 Kであり、そこでのフェライト中の固溶炭素量は0.005 wt%である。また、0.005 wt%を超える炭素量では、932 Kはフェライト+セメンタイト領域である。このことから、932 Kを僅かに下回る923 Kで長時間保持することによって、含有炭素量が0.005 wt%と最も少ないP0材ではすべての炭素がフェライト中に固溶してフェライト単相組織が得られると期待される。一方、それ以上の炭素を含むP2~P21材では、923 Kでの保持によって、フェライト変態が進行したのちに共析変態が開始してフェライト+パーライト組織が得られると期待される。

Fig. 4.7に、供試材のFE-SEM観察結果を示す。観察はTD.方向から行い、板厚1/2の箇所で行った。その他の観察条件も、2.2.1に示した条件に倣った。各写真の黒い領域がフェライトであり、白

い島状の領域がパーライトである。Table 4.2 に、FE-SEM での観察結果を用いて求めた、各供試材におけるフェライトの平均結晶粒径 (d_a)、および、パーライトの分率 (V_p) を示す。2.2.1 と同様に、前者は切断法、後者はポイントカウンティング法によって求めた。

最も含有炭素量の少ない P0 材 (Fig. 4.7(a)) は、塊状のフェライトのみからなり、パーライトは観察されなかった。これは、上述した化学組成および熱処理条件を設定した狙いの通りである。Fig. 4.7(b)~(f) に示す P2~P21 材では、フェライトの形態は同様に塊状であり、主にフェライト粒界に存在するパーライトが存在する。また、パーライトは画面の横方向に連なって存在する傾向が認められるが、これは RD 方向に伸びた Mn 偏析に沿って生成したものと推定される。パーライト分率は、P2 材から P21 材へと、含有炭素量の増加に伴って増大する。

Fig. 4.8 に各供試材のパーライト分率を添加炭素量に対して整理して示す。Fig. 4.6 の計算状態図におけるフェライト中の最大固溶炭素量は 0.005 wt% であり、共析点の炭素量は 0.674 wt% である。前者におけるパーライト分率を 0%、後者でのそれを 100% として直線で結び、各供試材におけるパーライト分率と比較した。その結果、いずれの試料におけるパーライト分率も、この直線とよく対応しており、計算状態図で想定される平衡状態の通りの組織分率が得られたことが分かった。このことは、P2 材から P21 材において、パーライト分率は変化するが、パーライト中の炭素濃度、すなわちセメンタイト量は変わらないことを示す。パーライトの機械特性を支配するセメンタイト量と層状組織のラメラ間隔は[17,18]、その他の元素量が同じであれば、いずれも炭素量と変態温度に依存する[19,20]。供試材におけるパーライト変態は同じ 923 K での保持中に進んでいると見なせ、かつ、Fig. 4.8 からパーライトに含まれる炭素量も同じと見なせることから、供試材 P2~P21 材に含まれるパーライトの機械特性は同等と判断することができる。すなわち、複合組織材料の機械特性に及ぼす分率の影響を評価しうる供試材が得られたと言える。なお、Appendix 7 では、更に引張特性から、各供試材に含まれるパーライトの特性が同等であることを検証する。

4.2.2. 引張試験およびシャルピー衝撃試験

特性の評価では、数%の分率の変化による影響を正確に捉えるため、分率が変動している脱炭層を除去する。FE-SEM による観察により、板厚 3.5 mm の鋼板の両面に、最大で 150 μ m の脱炭層が認められたことから、両面をそれぞれ機械研削し、板厚 2.0 mm の鋼板とした。

機械研削後の鋼板から、引張軸が RD 方向と平行になるように、1/2 サイズの ASTM 引張試験片を切り出した。引張試験には ZwickRoell 製万能試験機 (Zwick Z250) を用いた。試験片平行部の中央に、長さ 10 mm のひずみゲージを貼り付け、ひずみ量を測定した。初期ひずみ速度は 2.5×10^{-3}

とした。

また、機械研削後の鋼板から、板厚 2.0 mm のサブサイズ CVN 試験片 (Fig. 2.3) を切り出した。試験片を切り出す方向は第 2 章と揃え、TD 方向に 55 mm、RD 方向に 10 mm とした。その他のシャルピー衝撃試験に関する条件も、実施する試験機も含め、全て第 2 章と揃えた。

4.3. 実験結果

4.3.1. 引張試験

Table 4.3 に、引張試験の結果として、 $\sigma_{0.2\%}$ 、TS、EI を示す。また、Fig. 4.9 に、各引張特性値をパーライト分率に対して整理して示す。パーライト分率の増大に伴い、 $\sigma_{0.2\%}$ および TS は増大し、EI は低下する。この挙動は、Appendix 7 に示すように、各供試材におけるフェライトおよびパーライトの特性が一定と仮定した場合の、分率による特性変化の予測値と対応している。なお、Fig. 4.7 および Table 4.2 に示す通り、炭素量の変化に伴ってパーライト分率 V_p に加えて平均フェライト粒径 d_a も変化するが、複合組織鋼における引張特性へのフェライト粒径の影響は、今回の実験における変化 (11~18 μm) であれば、分率の影響に比べて小さい[7,21,22]。例えば、筆者の検討結果[22] に従えば、今回の平均フェライト粒径の変化による TS への影響は最大でも 17 MPa であり、実際の TS の変化、125 MPa と比べて小さい。よって、この引張特性の変化はパーライトの分率が変化したことによって得られたと言える。

4.3.2. シャルピー衝撃試験：フェライト単相鋼

フェライト単相鋼である P0 材における延性脆性遷移挙動として、Fig. 4.10 に吸収エネルギーの温度に伴う変化を示す。吸収エネルギーは明瞭に 2 つのレベルに分かれており、upper shelf および lower shelf に当たる。upper shelf に相当する試験結果は 297 から 143 K において見られ、そこでの吸収エネルギーは、およそ 1800 kJ/m^2 であった。一方、lower shelf における吸収エネルギーは、およそ 100 kJ/m^2 であり、163 K から 77 K の範囲において lower shelf に相当する試験結果が得られた。163 K から 143 K では upper shelf、lower shelf 両方の結果が得られたが、そこで評価した 23 本のうち、upper shelf と lower shelf との間の吸収エネルギーを示したのは 1 本のみであり、その吸収エネルギーは 1450 kJ/m^2 であった。

破面のマクロ観察の結果、吸収エネルギーが upper shelf に相当する試験片では、いずれも LEFS は見られず、破面はディンプルに覆われた MVCFS であった。一方、lower shelf に相当する試験片

では、破面は平坦な LEFS に完全に覆われていた。Fig. 4.11 に、lower shelf に相当する試験片のノッチ底から 500 μm 離れた板厚 1/2 の箇所での破面の拡大写真を示す。(a) 133 K と (b) 153 K とで破壊したいずれの破面においても、ディンプルは全く含まれていなかった。

Fig. 4.12 に、Fig. 2.11, 12 と同様に、P0 材における吸収エネルギーと破面に占める LEFS の割合との関係を示す。グラフ中の灰色線は、LEFS が存在せず upper shelf の平均吸収エネルギー (1774 kJ/m^2) を取る点と、LEFS のみが存在して lower shelf の平均吸収エネルギー (113 kJ/m^2) を取る点とを結ぶ直線である。先述した、吸収エネルギーが upper shelf よりも若干低い 1 本の試験片では、破面の 11% が LEFS に覆われていた。この点は、グラフ中の灰色線上にあり、破面率に応じて吸収エネルギーが低下していることが分かる。

以上の結果から、P0 材における延性脆性遷移は二段階では起こらず、一般的な理解[24-27]の通り、マイクロボイド連結型の破壊からへき開破壊へと直接遷移していることが示唆される。なお、Appendix 2 に示すように、本研究では P0 材を含む 4 つのフェライト単相鋼においてサブサイズ CVN 試験片を用いたシャルピー衝撃試験を行ったが、ほぼすべての試験片は upper shelf または lower shelf のいずれかに相当する結果となり、中間の吸収エネルギーを示した試験片は、先述する P0 材での 1 本のみであった (Fig. A2.3)。このため、いずれの鋼板の延性脆性遷移挙動においても明瞭な遷移曲線は認められなかった、

4.3.3. シャルピー衝撃試験：パーライト分率 5%未満

Fig. 4.13 に、パーライト分率が 2% と 3% である P2 材と P3 材における吸収エネルギーの遷移挙動を示す。P2 材 (Fig. 4.13(a)) では、得られた吸収エネルギーからは明瞭な upper shelf および lower shelf が見て取れる。upper shelf は、297 K から 143 K にかけて、およそ 1700 kJ/m^2 の吸収エネルギーを示す。一方、lower shelf は、163 K から 77 K にかけて、およそ 80 kJ/m^2 の吸収エネルギーを示す。このように、P2 材で見られる upper shelf および lower shelf の吸収エネルギーの程度、および遷移温度は、Fig. 4.10 に示す P0 材と相似である。両者の大きな違いとして、P2 材では 183 K から 143 K で試験された多くの試験片の吸収エネルギーが、upper shelf と lower shelf の間の吸収エネルギーを示していることが挙げられる。この温度域において、P2 材の 25 本の試験片を評価し、そのうち 13 本が明らかに upper shelf および lower shelf のいずれとも異なる吸収エネルギーを示した。この 183 K から 143 K の温度域が、P2 材における遷移域であり、P2 材の試験片は、それらの示した吸収エネルギーによって、upper shelf、lower shelf、そして両者の間の、3 つの試験片群に分けられる。

3% のパーライトを含む P3 材 (Fig. 4.13(b)) も同様に、296 K から 163 K にかけて約 1700 kJ/m^2 の吸

収エネルギーを示す upper shelf があり、そして、143 K から 77 K にかけて約 100 kJ/m² の吸収エネルギーを示す lower shelf がある。そして、173 K から 143 K の温度域で試験した 19 本の試験片のうち、10 本が upper shelf と lower shelf の間の吸収エネルギーを示した。

一方、P3 材では、P0 および P2 材と異なり、upper shelf と lower shelf とで温度域が重ならなかった。そのため、P3 材における吸収エネルギーの分布は、Fig. 4.13(b)に示したように、温度に対して整理すると“曲線”を描く。P3 材において、遷移の開始する温度は 183 K から 173 K の間であり、遷移の完了する温度は 143 K から 128 K の間であった。また、破面に占める LEFS の割合を Fig. 4.14 に示す通り、P2、P3 材で upper shelf と lower shelf の間の吸収エネルギーを示す試験片は、P0 材および他のフェライト単相鋼 (Appendix 2) ではほとんど見られなかった、MVCFS と LEFS が共存する破面を示した。

以上のように、P0 材と P3 材の間には吸収エネルギーの遷移挙動に大きな違いがあり、P2 材は両者の中間の特徴を示した。そこで、P3 材に注目し、Fig. 4.15 にその破面のマクロ観察の結果を示す。3 枚の写真は、(a) 128 K、(b) 143 K、そして(c) 153 K で破壊した試験片であり、それぞれの吸収エネルギーは 106、938、1294 kJ/m²、LEFS の割合は 100、64、24%であった。この結果から、LEFS の占める割合の増大に伴い、吸収エネルギーが低下することが分かる。ただし、吸収エネルギーの減少は(a)と(b)の試験片の間で特に顕著であるが、(a)と(b)、(b)と(c)のそれぞれの試験片の間での破面率の変化幅は同程度であり、破面率の変化のみから吸収エネルギーの変化を説明しうるかは判断できない。

更に、これらの試験片における LEFS の拡大写真を Fig. 4.16 に示す。観察した場所は、Fig. 4.15 の写真上に枠で囲んだ、いずれもシェブロンパターン[35]が認められる領域である。lower shelf に相当する 128 K で破壊した試験片の LEFS の拡大写真 (Fig. 4.16(a)) では、Fig. 4.11 に示した P0 材の LEFS と同様に、全くディンプルが見られず、大きく塑性変形をした痕跡は認められない。一方、153 K および 143 K で破壊した試験片の LEFS を拡大すると (Fig. 4.16(b)(c))、ほとんどが平坦な破面であるが、矢印で指し示すように、僅かにディンプルや tear-ridge[28]といった塑性変形を伴う破壊の痕跡が認められた。

Fig. 4.17 に、P2、P3 材における吸収エネルギーと LEFS が破面に占める割合との関係を示す。グラフ中の直線は、Fig. 4.12 と同様に、左端はそれぞれの材料の upper shelf での、右端は lower shelf での平均吸収エネルギーを取り、直線で結んだものである。P2 材において、中位の吸収エネルギーを示すサンプルにおける結果は、概ね直線と対応しており、P2 材での吸収エネルギーはマクロに見た破面の特徴と一致する。一方、P3 材では、中位の吸収エネルギーを示す結果の多くが直線よりも

上に位置している。これは、明瞭な二段階延性脆性遷移を示すフェライト+組織 (FP 材) における吸収エネルギーと破面との関係 (Fig. 2.12) で見られた特徴と同じであった。

4.3.4. シャルピー衝撃試験：パーライト分率 5%以上

Fig. 4.18 に、パーライト分率がそれぞれ 7、16、21%である P7, P16, P21 材における吸収エネルギーの遷移挙動を示す。いずれも、明瞭な upper shelf と lower shelf を有する、典型的な延性脆性遷移曲線である。P7 材 (Fig. 4.18(a)) では、延性脆性遷移は 203 K から 143 K の温度域で起こる。188 K から 153 K の間で評価した 24 本の全ての試験片は、upper shelf と lower shelf とは異なる、中位の吸収エネルギーを示した。更に、吸収エネルギーの分布を詳細に見ると、173, 163, 143 K では吸収エネルギーは大きく分散しているが、一方で、153 K における吸収エネルギーの変動は小さかった。

P16 材 (Fig. 4.18(b)) および P21 材 (同(c)) における吸収エネルギーの遷移挙動も、明瞭な upper shelf および lower shelf を有する遷移曲線であり、その形状は P7 材と似ている。延性脆性遷移は、263 K から 233 K の間で始まり、143 K の直下で完了した。P16、P21 材のいずれも、P7 材と同様に、143 K における吸収エネルギーの分散は大きかった。一方で、それらの 173 K における吸収エネルギーは概ね 500 kJ/m² で安定しているように見える。

以上のように、P7、P16、P21 材では、P3 材で見られたように、吸収エネルギーは明瞭な upper shelf と lower shelf を示し、かつ、延性脆性遷移の開始温度および終了温度をはっきりと特定することができた。また、P7、P16、P21 材では、延性脆性遷移の完了温度はいずれも 143 K 直下で等しい。更に、143 K では試験片同士で大きく吸収エネルギーが分散するのに対し、153 K では吸収エネルギーが安定する傾向が、共通して見られた。

Fig. 4.19 に、破面に占める LEFS の割合の遷移挙動を示す。また、Fig. 4.20 に、P21 材における破面のマクロ観察結果を示す。破面における LEFS の割合は、温度の低下に伴って増加し、173 K で破壊した試験片 (Fig. 4.20 (d)) における破面の 94%は LEFS が占めた。173 K から 233 K までの破面 (Fig. 4.20 (d)~(g)) は典型的な延性脆性遷移挙動[24-27]を示し、LEFS の割合の増大に伴い、吸収エネルギーが低下した。しかしながら、113 K から 173 K における破面 (Fig. 4.20 (a)~(d)) では、破面における LEFS の割合はほとんど変わらないにも関わらず、吸収エネルギーが大きく低下しており、この温度域において典型的な延性脆性遷移とは異なる遷移が起きていることを示している。

Fig. 4.21 に、P21 材における 143 K での低エネルギー破壊 (Fig. 4.20 (b))、および、173 K での破壊で得られた破面 (Fig. 4.20 (d)) の拡大写真を示す。いずれも、破面には、僅かにディンプルや tear-ridge といった塑性変形を伴う破壊であることを示唆する痕跡が認められるが、ほぼ全面が平坦な破面で

あり、両者に明瞭な差異は認められない。

このように、破面が LEFS に覆われた状態から、明瞭な破面の変化を伴わずに吸収エネルギーが大きく低下する現象は、第2章で詳述した、二段階延性脆性遷移での middle shelf から lower shelf への第二遷移と対応する。Fig. 4.22 に、Fig. 4.12, 17 と同様に、P7, P16, P21 材における吸収エネルギーと破面に占める LEFS の関係とを示す。upper shelf における平均吸収エネルギーは、それぞれ 1567、1278、1164 kJ/m²であった。グラフ中の直線は、破面が MVCFS に覆われていることを表す左端では upper shelf の、LEFS に覆われていることを表す右端では lower shelf の、それぞれの吸収エネルギーを取り、結んだものである。それぞれの材料の吸収エネルギーは、LEFS の割合が上昇することで直線的に低下するが、直線で示される一般的な upper shelf から lower shelf への遷移途上に対して想定される吸収エネルギー[26,27]よりも大きい。P21 材では Fig. 4.20 (d)~(g)に示した試験片が該当する、破面率の上昇に伴って吸収エネルギーが低下する区間は、Fig. 2.12 において述べたように、本研究では二段階延性脆性遷移での第一遷移として定義する。

Fig. 4.22 では、P7, P16, P21 材のいずれにおいても、LEFS がほぼ全面を覆ってからも、吸収エネルギーは温度の低下に伴って減少する。この変化は、P21 材では Fig. 4.20(a)~(d)に示した試験片が該当し、P7, P16 材でも 143 K で破壊した試験片で顕著に認められる。このように、P7, P16, P21 材では、吸収エネルギーと破面の特徴との関係が異なる2種類の延性脆性遷移が起きており、第2章で詳述した二段階延性脆性遷移と同じ現象が起きていると言える。

4.3.5. パーライト分率に伴う延性脆性遷移挙動の変化

Fig. 4.23 に、Fig. 4.10, 13, 18 に示した各供試材における温度に対する吸収エネルギーの遷移曲線を重ねて示す。Fig. 4.5 に示した炭素量の影響の従来結果[16]と同様に、いずれの結果においても、炭素量の増加に伴い upper shelf の吸収エネルギーが低下し、upper shelf からの遷移開始温度が高くなる。また、炭素量が少ないと、upper shelf から lower shelf への遷移温度域が狭く、吸収エネルギーが急激に低下するが、炭素量が増加すると、遷移温度域が広がって、吸収エネルギーが徐々に広がる点も共通する。

更に、Fig. 4.23 からは新たな特徴も見取れる。1つは、延性脆性遷移の完了温度が、炭素量を変えても、全く変わらないことである。従来知見 (Fig. 4.5) でも、延性脆性遷移の完了温度への炭素量の影響は小さいことが示唆されているが、Fig. 4.23 では、いずれの炭素量であっても、143 K までは lower shelf よりも明らかに大きい吸収エネルギーを示す試験片が認められるが、143 K よりも低い温度では一切認められず、全ての炭素量の全ての試験片において、吸収エネルギーは 100

kJ/m^2 程度となる。

また、もう1つの特徴として、183 K から 153 K の温度域において、炭素量の少ない P0、P2 材のほうが、他の炭素量の多い供試材よりも低い吸収エネルギーを示す場合があることも挙げられる。Fig. 4.10 に示した通り、P0 材における吸収エネルギーは遷移温度域 (173 K から 143 K) では upper shelf と lower shelf とに分かれ、中間の吸収エネルギーを示す試験片はほとんどない。一方、パーライト分率の大きい P3 材から P21 材では、143 K を超えると、吸収エネルギーは中位となり、lower shelf よりも明らかに大きい値となる。よって、P0 材および P2 材の遷移温度域において lower shelf に相当する結果が出た場合、その吸収エネルギーは P3 材から P21 材における最も低い結果よりも、更に小さくなる。

Fig. 4.24 に、Fig. 4.12、17、22 に示した、各供試材における破面に占める LEFS の割合と吸収エネルギーとの関係を重ねて示す。P0、P2 材は、一般的な延性脆性遷移挙動の理解の通り、破面の特徴に従って直線的に吸収エネルギーが低下するが、P3~P21 材では、破面率の増大に対する吸収エネルギーの減少幅は小さく、特に P7~P21 材では、破面がほぼ LEFS に覆われても中位の吸収エネルギーを示す、二段階延性脆性遷移が起こる。また、P7~P21 材では、LEFS の割合が徐々に上昇して到達する、middle shelf に相当する吸収エネルギーは、炭素量に寄らず同程度である。

パーライト分率に伴う延性脆性遷移挙動の変化として、Fig. 4.25 に、延性脆性遷移の開始温度 T_s および完了温度 T_f を示す。延性脆性遷移の開始温度は、パーライト分率の増大に伴って上昇し、飽和する。一方、延性脆性遷移の完了温度には、パーライト分率による変化は見られなかった。よって、両者の差である遷移領域の温度幅は、パーライト分率の増大に伴って広がった。また、吸収エネルギーが upper shelf と lower shelf の平均となる温度である延性脆性遷移温度 DBTT は、パーライト分率の増大に伴って僅かに上昇した。

Fig. 4.26 に、パーライト分率に伴う upper shelf、middle shelf、lower shelf における吸収エネルギーの変化を示す。パーライト分率の増大に伴い、upper shelf の吸収エネルギーは一様に低下するが、lower shelf における吸収エネルギーの変化は認められない。また、middle shelf における吸収エネルギーを、upper shelf から middle shelf への遷移途中にあるデータから推定される吸収エネルギー (Fig. 4.24 の middle shelf と記載した矢印の箇所) とした場合、P7、P16、P21 材の middle shelf における吸収エネルギーの変動は小さかった。

4.4. 考察

4.4.1. 延性脆性遷移挙動の特徴づけ

Fig. 4.27~29 に、サブサイズ CVN 試験片を用いたシャルピー衝撃試験における延性脆性遷移挙動を3つのパターンに分け、模式的に示す。延性脆性遷移挙動は、(a) 温度に伴う吸収エネルギーの変化、(b) 同じく破面に占める LEFS の割合の変化、そして、(c) 吸収エネルギーと LEFS の割合との関係、以上の3つの挙動によって特徴づけられる。

Fig. 4.27 は、炭素量が最も少なく、フェライト単相鋼である P0 材および Appendix 2 に示した供試材における延性脆性遷移挙動を示す。吸収エネルギー (Fig. 4.27 (a)) は、温度の低下に伴って upper shelf から lower shelf へと直接遷移している。すなわち、遷移温度域であっても、各試験片の示す吸収エネルギーは upper shelf 相当か lower shelf 相当かに明瞭に分かれ、中位の吸収エネルギーを示す試験片は無い。破面の挙動 (Fig. 4.26 (b)) も、吸収エネルギーに対応しており、破面は全面がディンプルに覆われた MVCFS か、平坦な LEFS に覆われているかのいずれかであり、中途半端に MVCFS と LEFS とが共存することはほとんどない。吸収エネルギーと破面の関係は、Fig. 4.26 (c) に示すように、破面がディンプルに覆われていれば吸収エネルギーは高く、LEFS が覆えば低くなり、すべての結果が2つの群に分かれて存在する。フェライト単相鋼における、このような極端な遷移挙動は、例えば、田中ら[29,30]のフェライト単相鋼における合金元素の影響の検討でも認められる。

Fig. 4.28 は、P2、P3 材における結果を基に、フェライトを主体として、微量のパーライトを含む場合の延性脆性遷移挙動を示す。吸収エネルギーは温度低下に伴い低下するが、Fig. 4.28(a)の通り、upper shelf と lower shelf との間の中位の吸収エネルギーを示す試験片が現れる。遷移温度域における吸収エネルギーは、パーライト分率が增大すると、中位の吸収エネルギーを示す試験片が増え、upper shelf や lower shelf に相当するエネルギーを示す試験片が減少する。また、吸収エネルギーと同様に、破面 (Fig. 4.28 (b)) も、遷移温度域では MVCFS と LEFS の共存する破面を呈するようになる。これに伴い、吸収エネルギー、および、破面における LEFS の割合は温度に対して連続して変化するようになり、Fig. 1.23, 25 に示した延性脆性遷移曲線を描くようになる。吸収エネルギーと破面の関係は、Fig. 4.28 (c)に示す通り、破面の LEFS の割合が増えると、吸収エネルギーが upper shelf から lower shelf に向かって直線的に減少する。この、Fig. 4.28 に示した延性脆性遷移挙動は、典型的な延性脆性遷移挙動[24-27]と同じである。

Fig. 4.29 に、パーライト分率が更に増大した場合の延性脆性遷移挙動を、P7, P16, P21 材、および第2章での供試材における結果に基づいて示す。Fig. 4.29(a)に示す通り、温度の低下に伴い吸収エ

エネルギーは低下するが、その挙動は2つの段階に分かれ、upper shelf と lower shelf とは別に、両者の中位の吸収エネルギーで安定する middle shelf が存在する。破面は、Fig. 4.29(b)に示すように、二段階延性脆性遷移の高温側にある upper shelf から middle shelf への遷移(第一遷移)において、MVCFS から LEFS へとほとんど遷移し、そこから温度が低下しても大きな変化は見られない。すなわち、middle shelf から lower shelf への遷移(第二遷移)においては、破面の特徴の変化を伴わずに、吸収エネルギーが低下する。この遷移挙動は、Fig. 4.29(c)に示すように、吸収エネルギーと破面の特徴とを対比させることで明瞭に理解することができる。第一遷移では、破面における LEFS の割合の増大に伴って、吸収エネルギーは upper shelf から middle shelf へと直線的に遷移する。このとき、Fig. 4.29(c)において破線で示される、upper shelf から lower shelf への典型的な延性脆性遷移において想定される吸収エネルギーの動きに対し、実際に得られる吸収エネルギーは高くなる。更に温度が低下すると第二遷移が起こり、破面が LEFS に覆われ、中位の吸収エネルギーを示す middle shelf から、吸収エネルギーは更に下の lower shelf に向かって移動する。

Fig. 4.30 に、Fig. 4.5 に対応する図として、Fig. 4.27～29 に示した吸収エネルギーの遷移挙動を重ね合わせて示す。鋼板に含まれる炭素量によってパーライト分率が変化することにより、大きく異なる3つの形態の延性脆性遷移挙動が得られた。フェライト単相鋼では upper shelf から lower shelf へと直接遷移する、2本の直線からなる吸収エネルギーの分布が得られた。パーライト分率が小さい場合には、upper shelf から lower shelf へ、温度の低下に伴って連続的に吸収エネルギーが低下して曲線を描く、典型的な延性脆性遷移挙動が見られた。更にパーライト分率が増大すると、middle shelf を伴う二段階延性脆性遷移挙動が得られた。また、パーライト分率の増大に伴って upper shelf の吸収エネルギーは低下し、延性脆性遷移の開始温度は上昇した。一方、lower shelf の吸収エネルギーと延性脆性遷移の完了温度には、パーライト分率の影響は認められなかった。

4.4.2. 硬質組織分率の延性脆性遷移に及ぼす影響と破壊発生モデルとの対応

パーライト分率によって延性脆性遷移挙動が変化する機構について、2.4.2 項において提案した二段階延性脆性遷移における破壊の発生モデル (Fig. 2.21) を用い、考察を行う。

まず、Fig. 4.27 に示した、フェライト単相鋼における延性脆性遷移挙動は、Orowan[31]の提案したモデル (Fig. 2.20) によって説明することができる。フェライトの降伏応力 ($\sigma_{Y,\alpha}$) が、フェライトのへき開破壊応力 ($\sigma_{F,\alpha}$) を下回る場合は、フェライトが塑性変形して破壊に至るが、逆に、 $\sigma_{Y,\alpha}$ が $\sigma_{F,\alpha}$ を上回ると、塑性変形よりも先にへき開破壊が発生し、マクロな破壊に至る。よって、 $\sigma_{Y,\alpha}$ と $\sigma_{F,\alpha}$ の交点となる温度 (T_w) を境として、高温ではマイクロボイド連結型の破壊が生じ、吸収

エネルギーは upper shelf 相当となる。一方、 T_r よりも低温ではへき開破壊によって吸収エネルギーは lower shelf 相当となり、 T_r を境にして破壊機構と吸収エネルギーが極端に変化する。

破壊の起点となる応力集中部における $\sigma_{Y,\alpha}$ および $\sigma_{F,\alpha}$ は、その箇所の局所的なマイクロ組織の様相、例えば粒径や結晶方位など、によって同じ供試材であっても試験片ごとに変動する。そのため、Fig. 4.31 に示すように、 $\sigma_{Y,\alpha}$ および $\sigma_{F,\alpha}$ がそれぞればらつき、 $\Delta\sigma_{Y,\alpha}$ および $\Delta\sigma_{F,\alpha}$ を持って存在すると考えることができる[32]。この場合、十分に多くの試験片を評価すれば、へき開破壊が起こり始める最も高い温度は、 $\sigma_{Y,\alpha}$ の最大値が、 $\sigma_{F,\alpha}$ の最小値と交差する温度となる。一方、マイクロボイド連結型の破壊が起こりうる最も低い温度は、 $\sigma_{Y,\alpha}$ の最小値が、 $\sigma_{F,\alpha}$ の最大値と交差する温度となる。そのため、前者よりも高い温度ではマイクロボイド連結型破壊のみが、後者よりも低い温度ではへき開破壊のみが起こる。そして、その間の温度域では、試験片ごとにマイクロボイド連結型破壊またはへき開破壊のいずれかが起こり、吸収エネルギーは、その破壊機構に応じて、US 相当と LS 相当に二極化する。

フェライト単相鋼が微量のパーライトを含むことで、破壊の発生モデルは Fig. 4.31 から Fig. 2.21 に移行する。2.4.2 項にて考察したように、2つの特性が大きく異なる領域からなる複合組織鋼では、Orowan のモデルに倣って、軟質組織と硬質組織のそれぞれにおける降伏応力および破壊応力を考えることにより、その延性脆性遷移挙動を破壊の発生の観点から説明することができる。高温では軟質組織であるフェライトの降伏応力 $\sigma_{Y,\alpha}$ 、および、硬質組織であるパーライトの降伏応力 σ_{Yp} のいずれも、よりへき開破壊しやすいパーライトのへき開破壊応力 σ_{FP} のよりも小さいため、印加応力 (applied stress) の上昇に対して塑性変形が進行し、マイクロボイド連結型の破壊が起こる。一方、十分に温度が低ければ、2つの降伏応力いずれもが σ_{FP} よりも大きくなり、塑性変形に先立ってへき開破壊が起こり、マクロな破壊に至る。中間の温度域においては、 σ_{FP} は $\sigma_{Y,\alpha}$ よりも大きく、 σ_{Yp} よりも小さい。この場合、応力の上昇に対して、まずはフェライトが塑性変形するが、応力が更に上昇すると、パーライトがへき開破壊を起こす、擬へき開破壊 (QCF) が発生する。

Fig. 2.21 中の2つの遷移温度も、Fig. 4.31(b)に示した、マイクロ組織の不均質さに伴う各応力の変動により、それぞればらつきを反映すると考えられる。ここで、2つの遷移が近い温度で起こるならば、それぞれのばらつく温度域が重なり合い、明瞭な遷移を観察できずに、マイクロボイド連結型の破壊からへき開破壊へと連続して遷移する。パーライト分率の小さいP2材やP3材で見られた延性脆性遷移挙動は、このようにして発現したと推定される。

本検討では、パーライト分率が大きい場合に、比較的明瞭な二段階延性脆性遷移が観察された。供試材に含まれるフェライトおよびパーライトの特性は、パーライト分率に依らず同等であるため、

Fig. 2.21 に示したモデルのみからではパーライト分率に伴う遷移挙動の差を説明することは難しい。そこで、塑性変形に伴うフェライトとパーライトへの応力分配の効果を考慮する。二相組織では、塑性変形中の各相への応力とひずみの分配挙動は、それぞれの体積分率によって異なる[6,7] (Appendix 7)。Wang ら[33]は、等仕事量の仮定[6]に基づいてフェライト+パーライト鋼における応力とひずみの分配挙動を求め、系全体が受けるひずみが同じであれば、パーライト分率が高いほど、パーライトが担保する応力が高まり、フェライトとの差が大きくなると報告している。この推定から、塑性変形中のパーライトのへき開破壊応力 σ_{FP} は、弾性変形でフェライトとパーライトが同様に応力を担保する場合の σ_{FP} に比べ小さくなると考えることができる (Appendix 8)。Fig. 4.32 に、Fig. 2.21 の二段階延性脆性遷移の破壊発生モデルにおいて、塑性変形に伴う σ_{FP} の低下を考慮した破壊発生モデルを示す。塑性変形に伴って σ_{FP} が元の破線から低下することで、 σ_{FP} と σ_{YP} との交点である第一遷移温度は上昇する。パーライト分率が増大するほど、塑性変形時にパーライトが担保する応力が上昇し、巨視的な σ_{FP} が低下するならば、それに伴って第一遷移温度が上昇する。一方、 σ_{FP} と $\sigma_{Y\alpha}$ との交点である第二遷移温度は、パーライト分率によっては変化しない。これは第二遷移温度が弾性変形時の特性に支配されるためである。

このように、二段階延性脆性遷移の破壊発生モデル上で塑性変形による応力上昇の度合いが変化することで、パーライト分率の上昇に伴って第一遷移温度と第二遷移温度との間隔が広がることになる。それぞれの温度のばらつきに比べて、2 つの温度の間隔が十分に離れれば、フェライトが塑性変形してからパーライトがへき開破壊を起こす、擬へき開破壊が安定して起こる温度域が得られる。その温度域では破面は LEFS に覆われるが、吸収エネルギーは lower shelf に比べて高い、middle shelf を示す。へき開破壊に先立って塑性変形が起こるため、Fig. 4.19 に示す通り、middle shelf に相当する試験片では巨視的な変形が明らかに認められる。middle shelf における吸収エネルギーには、この、破壊に先立つ塑性変形が大きく寄与する。また、3 章で見たように、lower shelf と middle shelf とでは破壊の伝播経路も異なるため、伝播に要するエネルギーも大きく変化し、middle shelf での吸収エネルギーに寄与している可能性がある。

4.5. 小括

本章では、複合組織鋼における延性脆性遷移挙動の、硬質組織分率に伴う変化について、炭素量を変えることでフェライト単相組織から体積分率で21%のパーライトを含むフェライト+パーライト組織まで変えた6種類の供試材において調べ、下記の知見を得た。

1. フェライト単相鋼では、吸収エネルギーは温度低下に伴い upper shelf から lower shelf へと直接遷移し、両者の中位の吸収エネルギーを示す試験片、そして、MVCFS と LEFS とが共存する破面を有する試験片は、ほとんど認められなかった。
2. 2%のパーライトを含む鋼板では、吸収エネルギーおよび破面の特徴が upper shelf と lower shelf との中位にある試験片が多数得られた。更に、パーライト分率が 3%の鋼板では、延性脆性遷移の開始温度と完了温度との間で破壊した試験片の吸収エネルギーおよび破面の特徴は必ず upper shelf と lower shelf との間に位置するようになった。この鋼板の、吸収エネルギー、および、破面に占める LEFS の割合をそれぞれ温度に対して整理すると、典型的な延性脆性遷移曲線が得られた。
3. 7, 16, 21%のパーライトを含む鋼板では、遷移の完了温度である 143 K の直上で吸収エネルギーが中位で安定する傾向が見られた。中位の吸収エネルギーを示す試験片の破面は LEFS に覆われており、破面の特徴から lower shelf 相当の吸収エネルギーを示す試験片と見分けることは困難であった。これらの鋼板における吸収エネルギーと破面に占める LEFS の割合との関係からは、LEFS の増加に伴い upper shelf から中位の値に向けて直線的に吸収エネルギーが低下する第一遷移と、LEFS にほとんど覆われた状態から、吸収エネルギーのみが低下する第二遷移とが見て取れた。すなわち、パーライト分率の増大に伴い、中位の吸収エネルギーを示す middle shelf を有する、二段階延性脆性遷移が発現した。
4. パーライト分率の増大に伴い、延性脆性遷移の開始温度は上昇し、upper shelf における吸収エネルギーは低下した。一方、延性脆性遷移の完了温度、そして、middle shelf および lower shelf における吸収エネルギーにはパーライト分率に伴う変化は見られなかった。
5. フェライト単相鋼における延性脆性遷移挙動は、Orowan の提唱する延性脆性遷移を説明する破壊発生モデルに、試験片ごとの降伏応力およびへき開破壊応力のばらつきによる遷移温度の変動を考慮することで、説明することができる。また、パーライト分率の増大に伴って遷移挙動が典型的な延性脆性遷移から二段階延性脆性遷移へと変化する理由は、第 2 章で考案した Orowan のモデルを参考にした二段階延性脆性遷移の破壊発生モデルに対し、さらにパーライト分率に伴って塑性変形中にパーライトが担う応力が変化することを考慮することで、説明することができる。

参考文献（４章）

1. 落合庄治郎：材料組織学，朝倉書店，1991，161
2. 上路林太郎，国重和俊，渡邊育夢：鉄鋼材料の加工硬化特性への新たな要求と基礎研究：加工硬化研究の最前線，日本鉄鋼協会材料の組織と特性部会加工硬化特性と組織研究会編，日本鉄鋼協会，2011，205
3. N. Fonstein : Advanced High Strength Sheet Steels: Physical Metallurgy, Design, Processing, and Properties, Springer International Publishing, Switzerland, 2015, 67
4. A.N. Bortsov and N.M. Fonstein : Phys. Metall. Metallog., 57, 1984, 142
5. 友田陽，田村今男：鉄と鋼，67，1981，439
6. O. Bouaziz and P. Buessler : Adv. Eng. Mater., 6, 2004, 79
7. 川田裕之：鉄鋼材料の加工硬化特性への新たな要求と基礎研究：加工硬化研究の最前線，日本鉄鋼協会材料の組織と特性部会加工硬化特性と組織研究会編，日本鉄鋼協会，2011，227
8. F. Hayat and H. Uzun : J. Iron Steel Res. Int., 18, 2011, 65
9. K. Zhu, H. Chen, J-P. Masse, O. Bouaziz, and G. Gachet : Acta Mater., 61, 2013, 6025
10. 川田裕之：しなやかで強い鉄鋼材料 ～革新的構造用金属材料の開発最前線～，監修：鳥塚史郎，高木節雄，瀬沼武秀，エヌ・ティー・エス，2016，211
11. E.C. Bain and H.W. Paxton : Alloying elements in steel, 2nd Ed., ASM, 1961, 37
12. G. Krauss : Mater. Sci. Engng., A273-275, 1999, 40
13. 川田裕之：CAMP-ISIJ, 28, 2015, 854
14. 牧正志：鉄鋼の組織制御 その原理と応用，内田老鶴圃，2015，94
15. S.S.M. Tavares, P.D. Pedroza, J.R. Teodósio and T. Gurova : Scripta Mater., 40, 1999, 887
16. J.A. Rinebolt, W.J. Harris Jr. : Trans. ASM, 43, 1951, 1175
17. J.M. Hyzak and I.M. Bernstein : Metall. Trans. A, 7A, 1976, 1217
18. D.J. Alexander and J.M. Bernstein : Metall. Trans. A, 20A, 1989, 2321
19. R.C. Sharma, G.R. Purdy, and J.S. Kirkaldy : Metall. Trans. A, 10A, 1979, 1129
20. 高木節雄，津崎兼彰：マテリアル工学シリーズ2 材料組織学，朝倉書店，2000，54
21. 小松原望，国重和俊，牛田剛，梅本実：変形特性の予測と制御，日本鉄鋼協会特基研究会変形特性の予測と制御部会，日本鉄鋼協会，1994，294

22. 川田裕之：計算工学による組織と特性予測技術の最前線：計算工学による組織と特性予測技術研究会最終報告書，日本鉄鋼協会組織と特性部会計算工学による組織と特性予測技術研究会編，日本鉄鋼協会，2010，229
23. F.B. Pickering：鉄鋼材料の設計と理論，藤田利夫訳，丸善，1981
24. W.D. Biggs：The brittle fracture of steel, Macdonald and Evans LTD, London, UK, 1960, 274
25. E.R. Parker：Brittle behaviour of engineering structures, John Wiley & Sons, New York, NY, 1957
26. J. Hodgson and G.M. Boyd：The Institution of Naval Architects, Quarterly Transactions, 100-3, 1958, 141
27. British Steel plc Literature review of the fracture properties of grade A ship plate, Health and Safety Executive, Norwich, England, 1997, 12
28. 梅澤修：熱処理, 50, 2010, 458
29. 前野圭輝, 田中將己, 吉村信幸, 白幡浩幸, 潮田浩作, 東田賢二：鉄と鋼, 98, 2012, 667
30. 田中將己, 前野圭輝, 吉村信幸, 星野学, 植森龍治, 潮田浩作, 東田賢二：鉄と鋼, 100, 2014, 1267
31. E. Orowan：Rep. Prog. Phys., 12, 1949, 185
32. 泉山雄太, 茅野林造, 長井寿：鉄と鋼, 100, 2014, 704
33. L. Wang, D. Tang, and Y. Song：J. Iron Steel Res. Int., 24, 2017, 321
34. M. Szczepański：The brittleness of steel, John Wiley & Sons Inc, New York, NY, 1963, 1
35. C.R. Brooks and A. Choudhury：Metallurgical failure Analysis, 金属の疲労と破壊 一破面観察と破損解析一 第2版, 加納誠, 菊池正紀, 町田賢司訳, 内田老鶴圃, 2001, 96

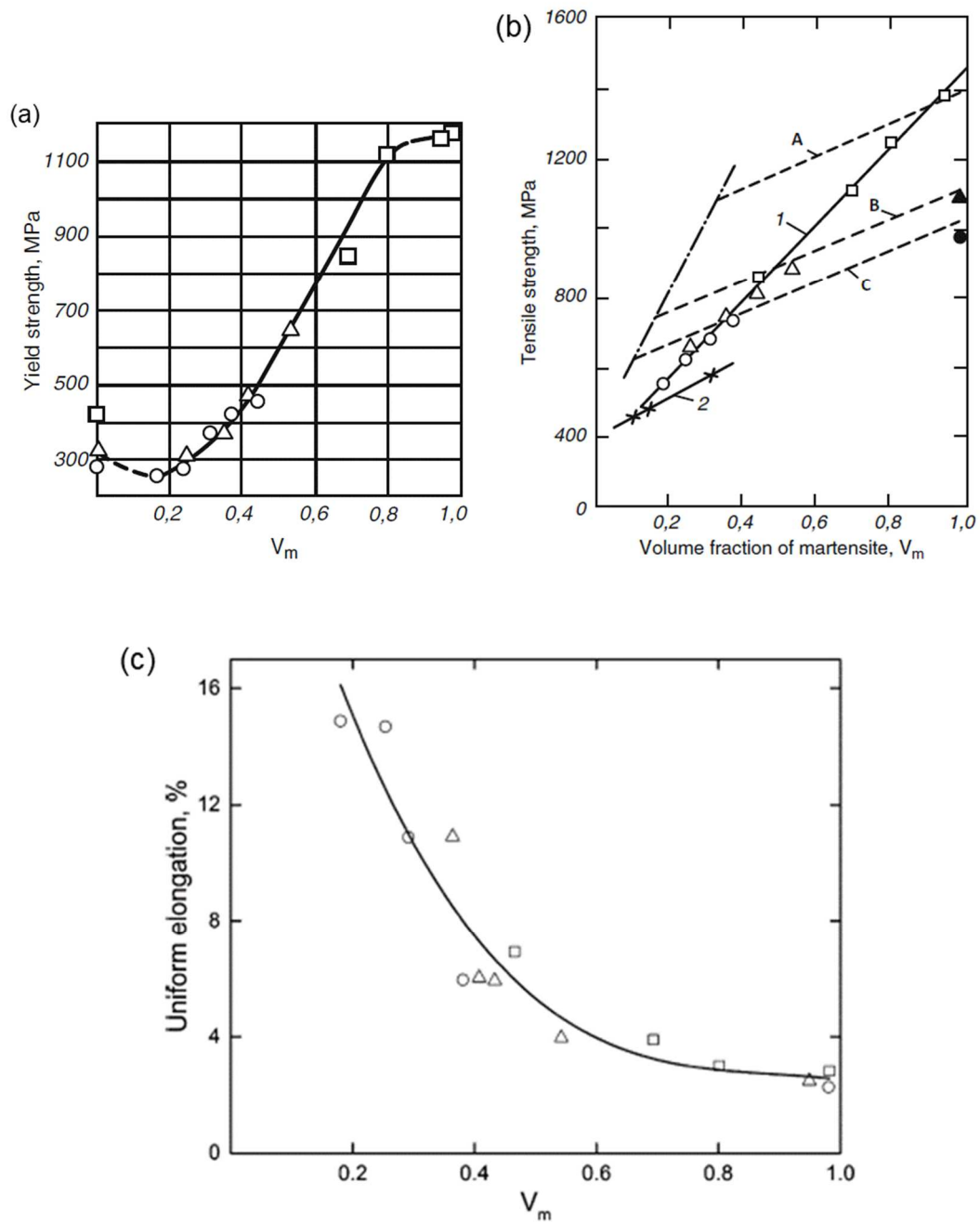


Fig. 4.1 DP 鋼におけるマルテンサイト分率と引張特性の関係[3,4]

(a) 降伏強度 (0.2%耐力), (b) 最大引張強度, (c) 均一伸び

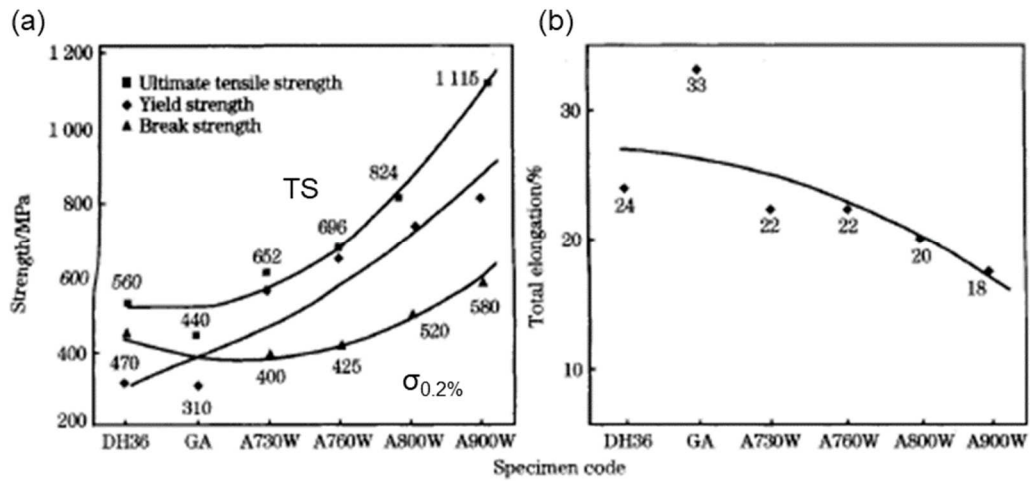


Fig. 4.2 DP 鋼における急冷前加熱温度と引張特性の関係[8]

(A730W, A760W, A800W, A900W の各試験片の加熱温度は 730, 760, 800, 900°C)

(a) 0.2%耐力, 最大引張強度, 破断強度 (b) 全伸び

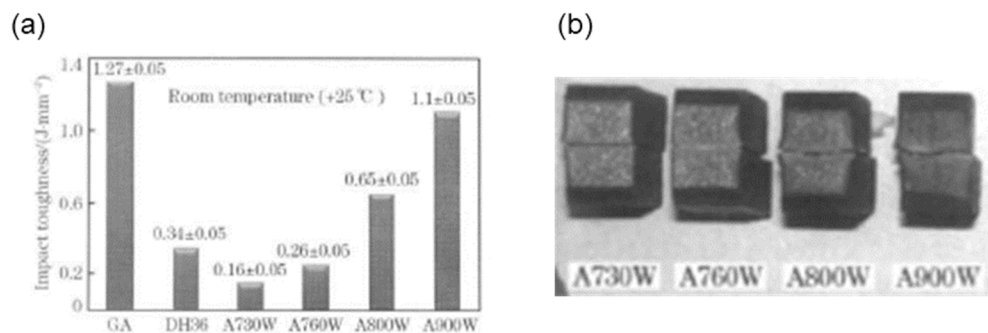


Fig. 4.3 DP 鋼における急冷前加熱温度による室温でのシャルピー衝撃試験結果への影響[8]

(A730W, A760W, A800W, A900W の各試験片の加熱温度は 730, 760, 800, 900°C)

(a) 吸収エネルギー (単位は J/mm²) (b) 試験片の概観写真

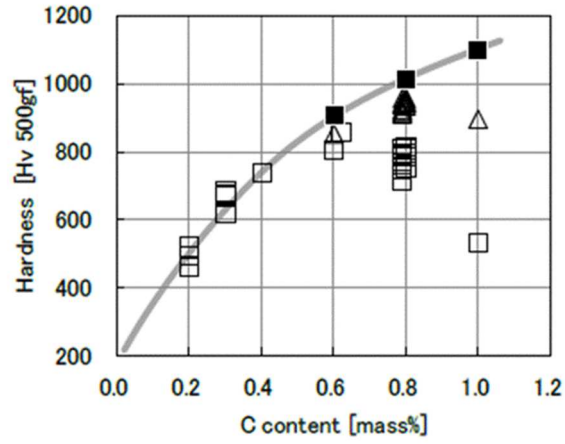


Fig. 4.4 マルテンサイトの硬さと炭素量の関係[13]

□ : 焼入まま、△ : サブゼロ処理後、■ : 残留オーステナイトの影響を除いた推定値

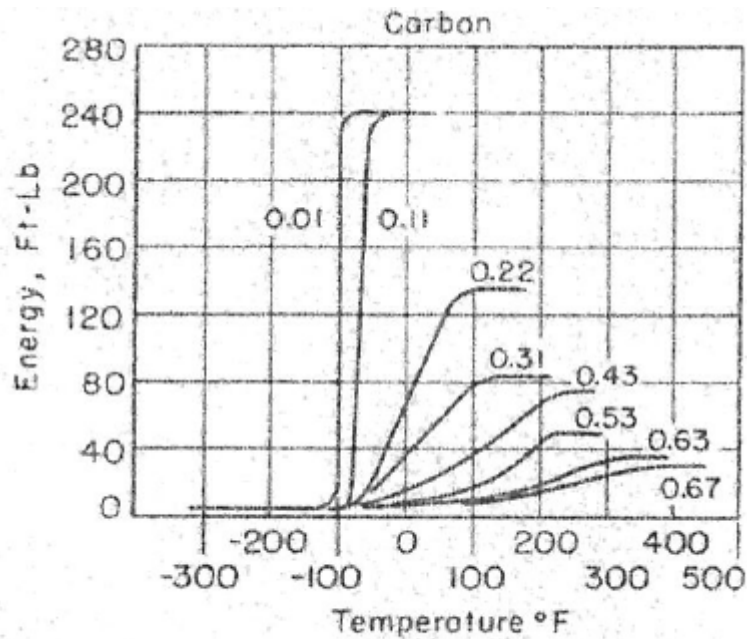


Fig. 10—Effect of Carbon on the Shape of the Transition Curve.

Fig. 4.5 フェライト+パーライト組織において炭素量が遷移曲線の形状に与える影響[16]

(曲線に付記された数値は炭素量(wt%))

Table 4.1 供試材の化学組成一覧

Steel	Chemical composition (wt%)						
	C	Si	Mn	P	S	Al	N
P0	0.005	1.02	1.96	0.005	0.001	0.006	0.0008
P2	0.016	1.02	1.99	0.005	0.001	0.006	0.0008
P3	0.034	1.02	1.96	0.005	0.001	0.006	0.0008
P7	0.065	1.00	1.95	0.005	0.001	0.006	0.0009
P16	0.097	0.99	1.95	0.005	0.001	0.006	0.0009
P21	0.150	0.98	1.95	0.005	0.001	0.006	0.0009

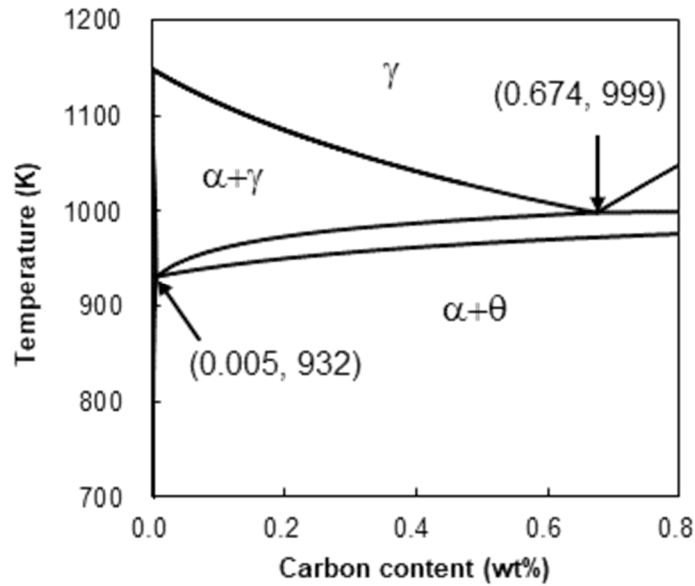


Fig. 4.6 Fe-1Si-2Mn-C 計算状態図 (数値は wt%)

(矢印は共析点とフェライトの最大炭素固溶限を指し、数値はそれらの炭素量と温度を示す。)

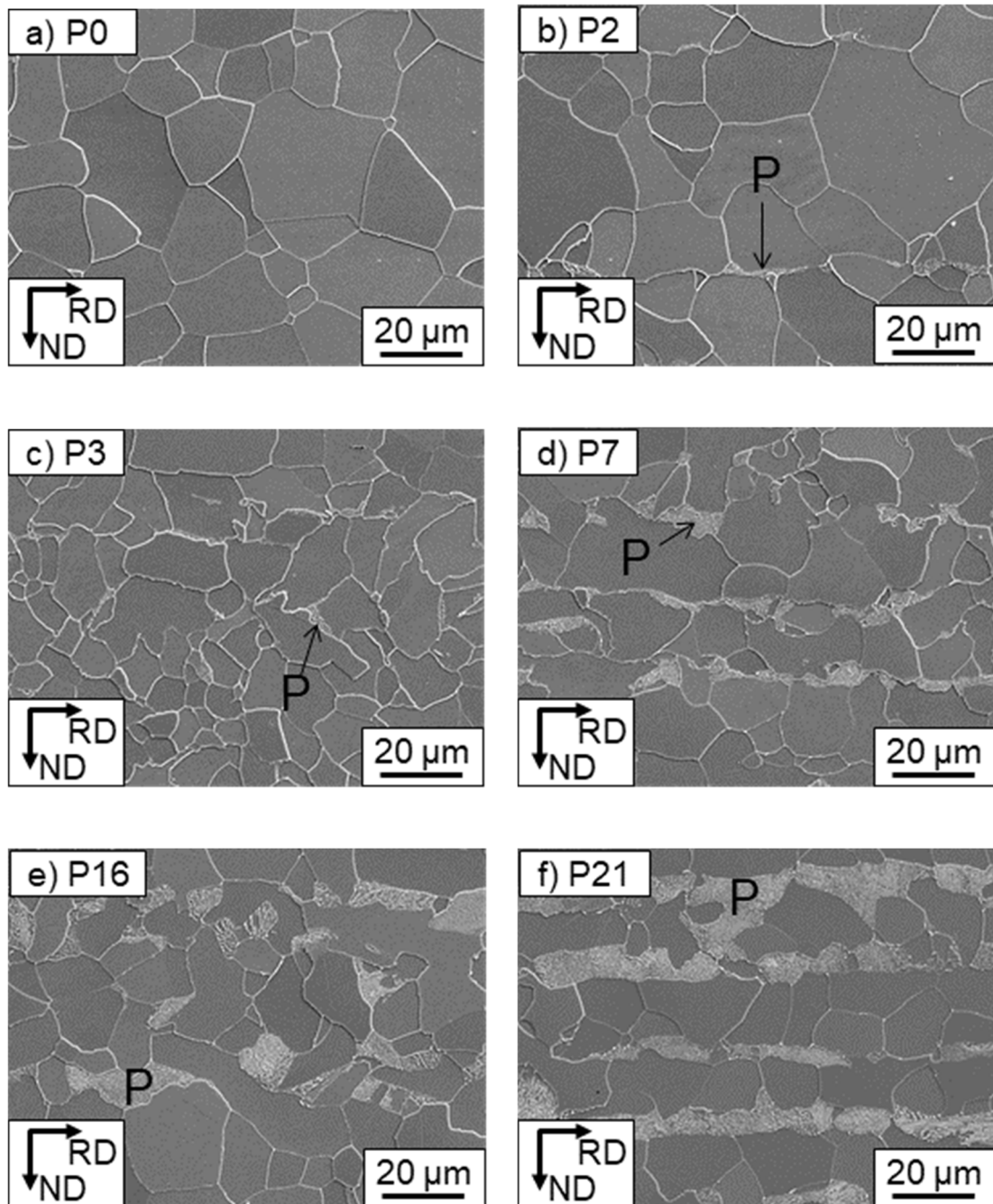


Fig. 4.7 供試材のSEM観察結果 (P : パーライト)

Table 4.2 供試材の平均フェライト粒径 (d_{α}) およびパーライト分率 (V_P)

Steel	d_{α} (μm)	V_P (%)
P0	18	0
P2	15	2
P3	11	3
P7	13	7
P16	11	16
P21	11	21

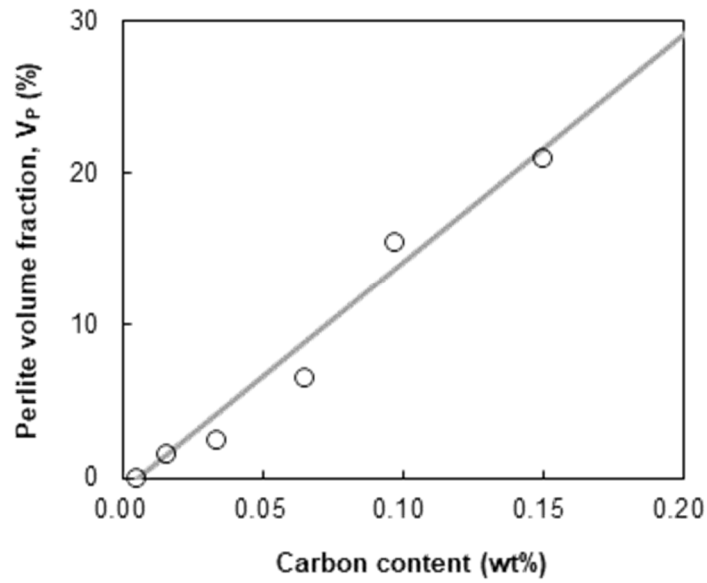


Fig. 4.8 炭素量とパーライト分率の関係

点：実験値 線：計算状態図から想定される分率

Table 4.2 供試材の引張特性

Steel	$\sigma_{0.2\%}$ (MPa)	TS (MPa)	El (%)
P0	330	428	42
P2	345	442	40
P3	350	462	40
P7	359	490	38
P16	365	521	36
P21	374	553	32

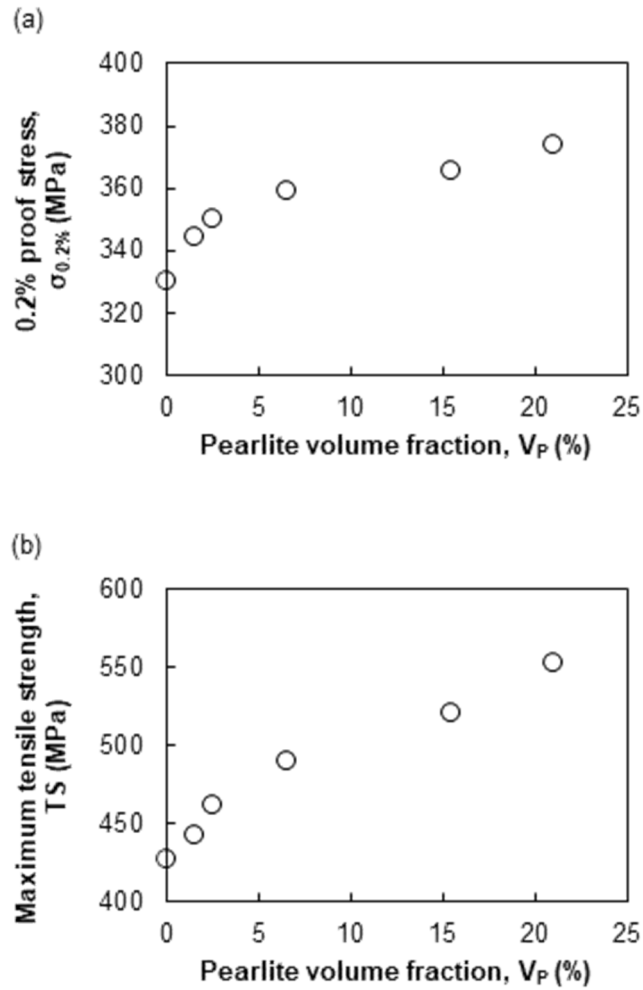


Fig. 4.9 パーライト分率と引張特性の関係

(a) 0.2%耐力, (b) 最大引張強度, (c) 全伸び

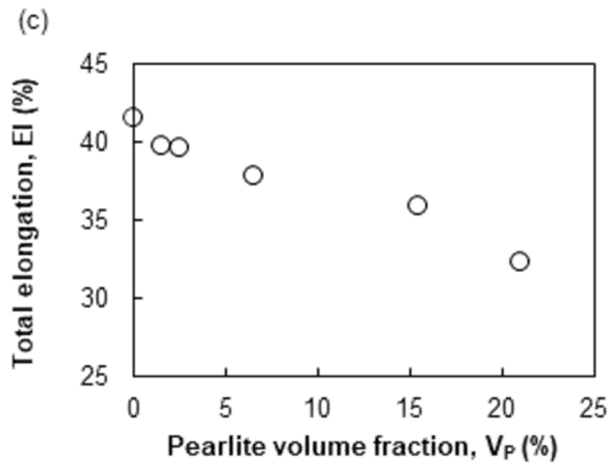


Fig. 4.9 (続き) パーライト分率と引張特性の関係

(a) 0.2%耐力, (b) 最大引張強度, (c) 全伸び

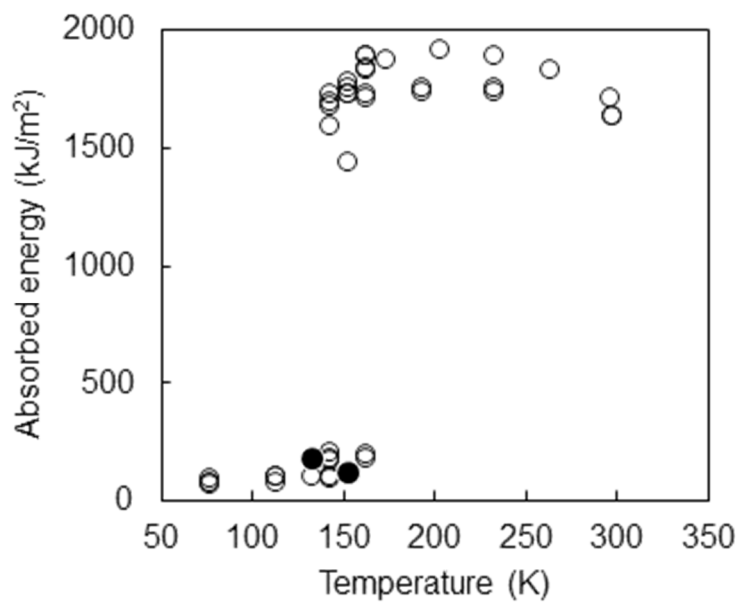


Fig. 4.10 P0材におけるCVN吸収エネルギーの遷移挙動

黒点：Fig. 4.11に示す破面観察を行った試験片

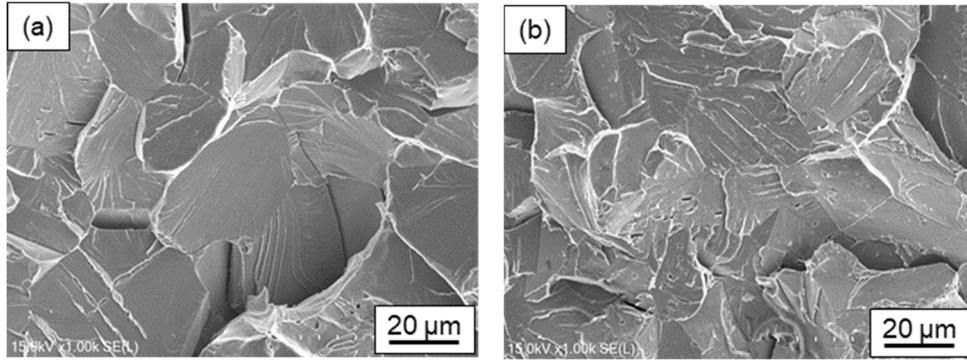


Fig. 4.11 P0 材の破面観察結果

(a)133 K、(b)153 K (いずれも lower shelf)

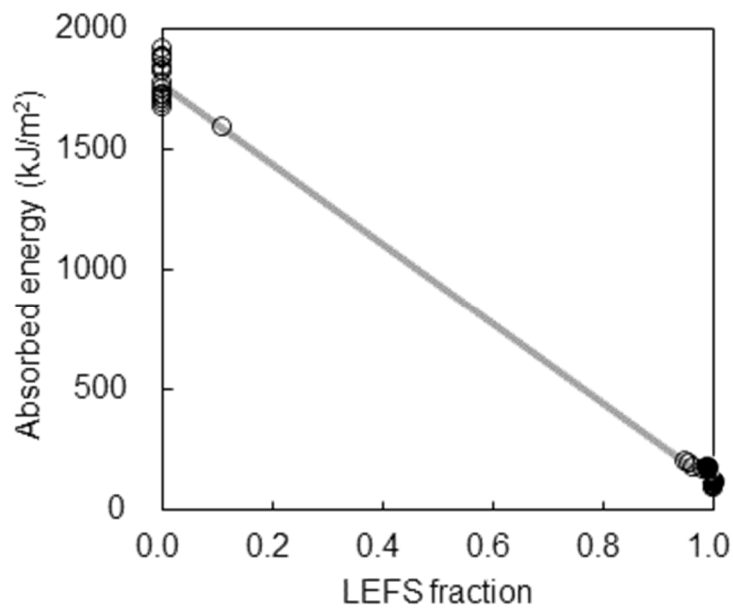


Fig. 4.12 P0 材における吸収エネルギーと LEFS 破面率の関係

(黒点は Fig. 4.11 に示す破面観察を行った試験片)

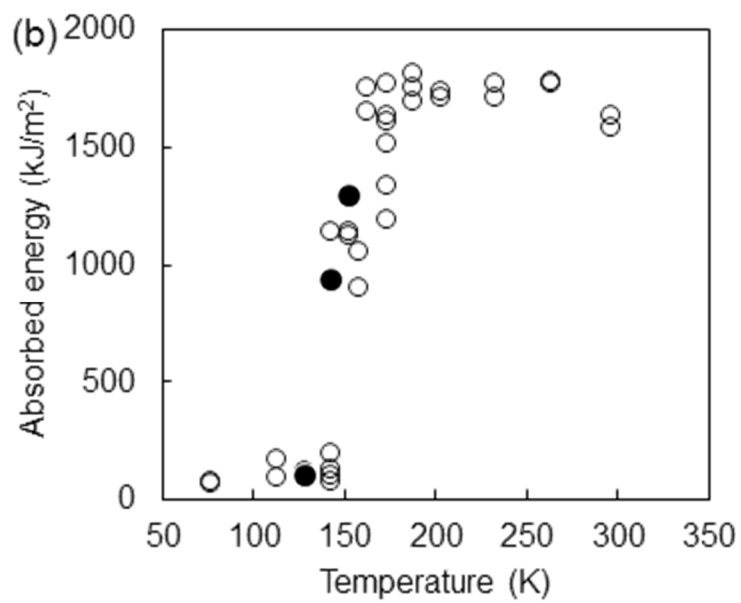
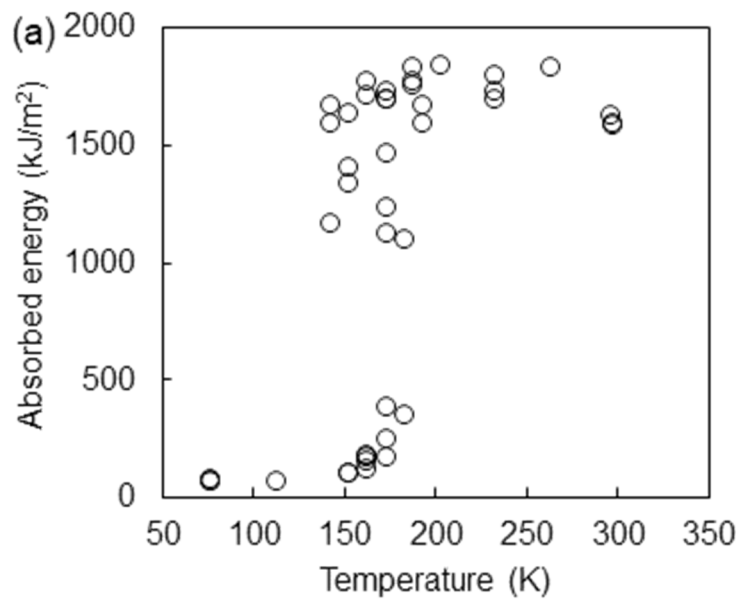


Fig. 4.13 微量パーライトを含む組織での CVN 吸収エネルギーの遷移挙動 (a) P2 材, (b) P3 材

黒点 : Fig. 4.15, 16 に示す破面観察を行った試験片

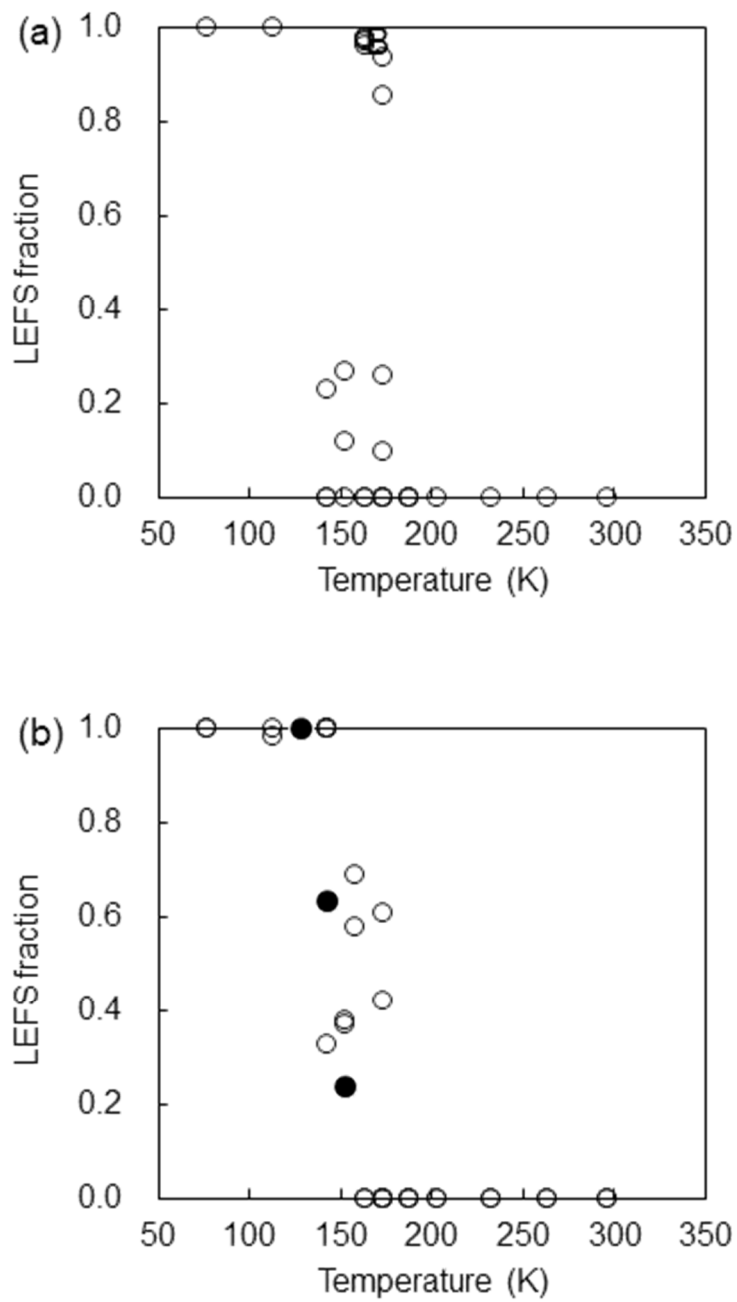


Fig. 4.14 微量のパーライトを含む組織における破面遷移挙動 (a) P2 材, (b) P3 材

黒点 : Fig. 4.15, 16 に示す破面観察を行った試験片

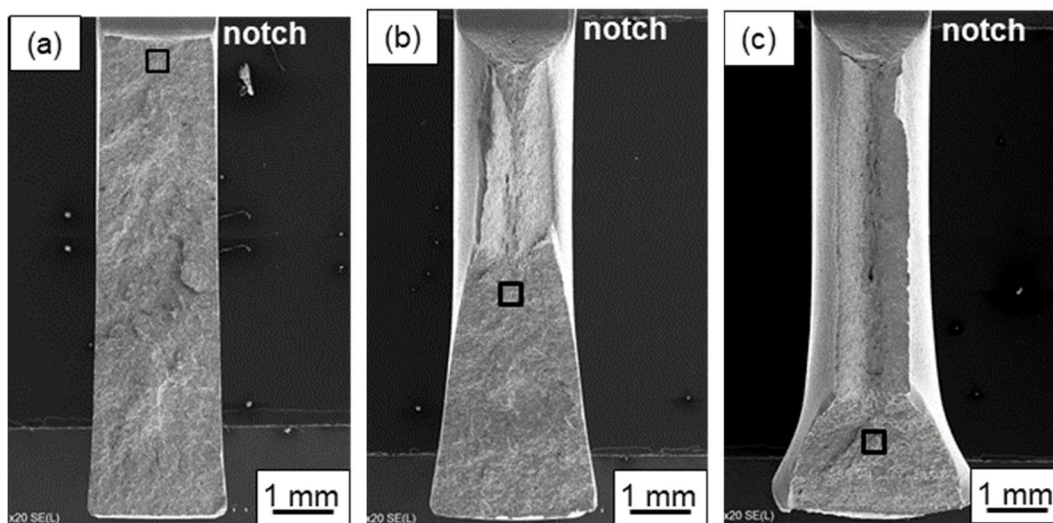


Fig. 4.15 P3 材における破面観察結果

(a) 128 K (lower shelf) , (b) 143 K, (c) 153 K (いずれも遷移温度域)

(Fig. 4.16 に示す詳細観察を行った領域を黒線で囲む。)

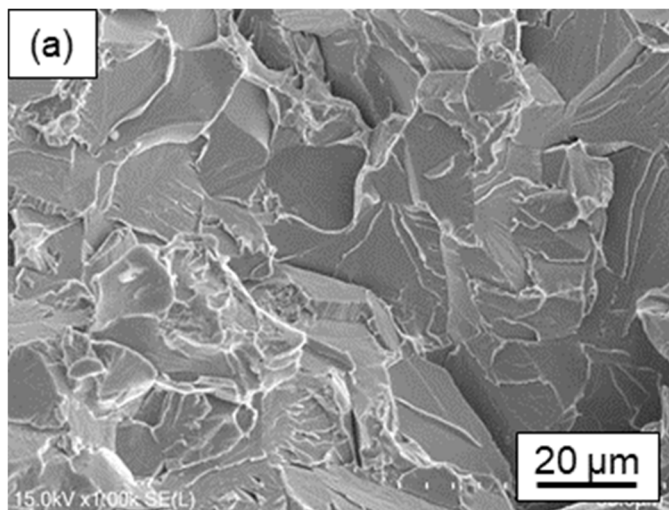


Fig. 4.16 P3 材の破面の詳細観察結果

(a) 128 K (lower shelf) , (b) 143 K, (c) 153 K (いずれも遷移温度域)

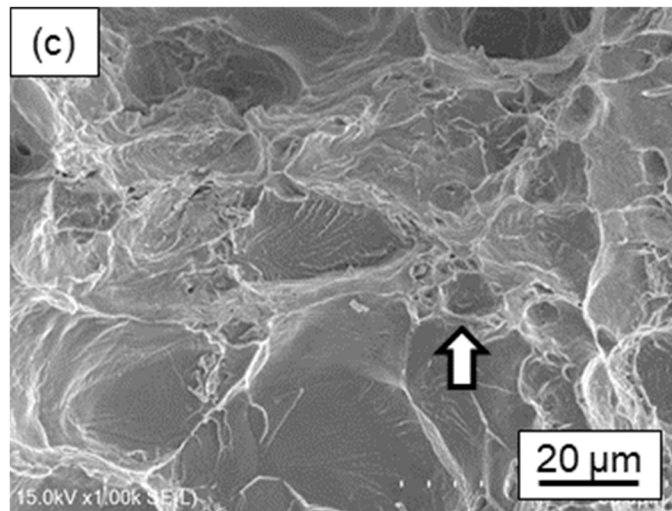
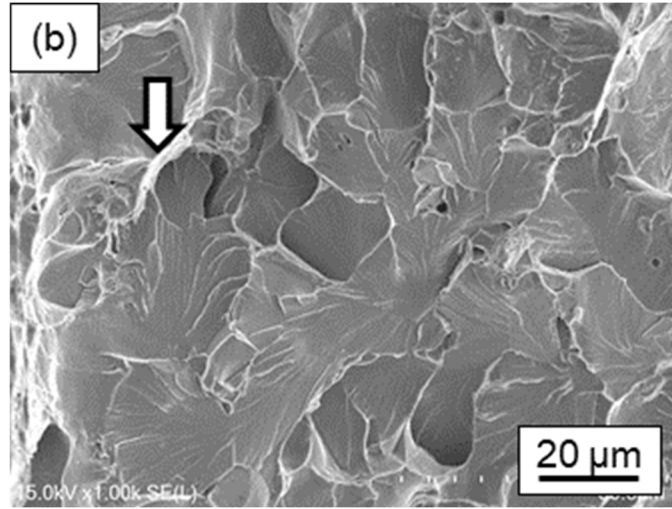


Fig. 4.16 (続き) P3 材の破面の詳細観察結果

(a) 128 K (lower shelf) , (b) 143 K, (c) 153 K (いずれも遷移温度域)

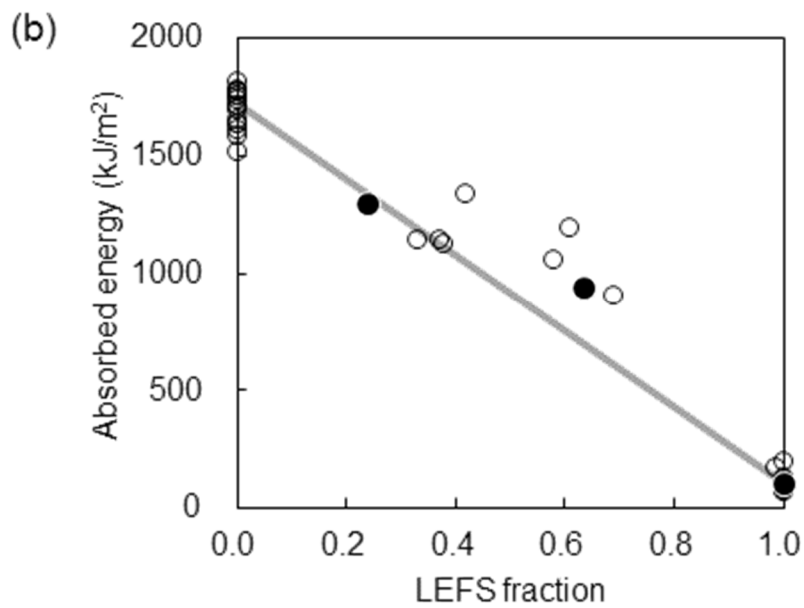
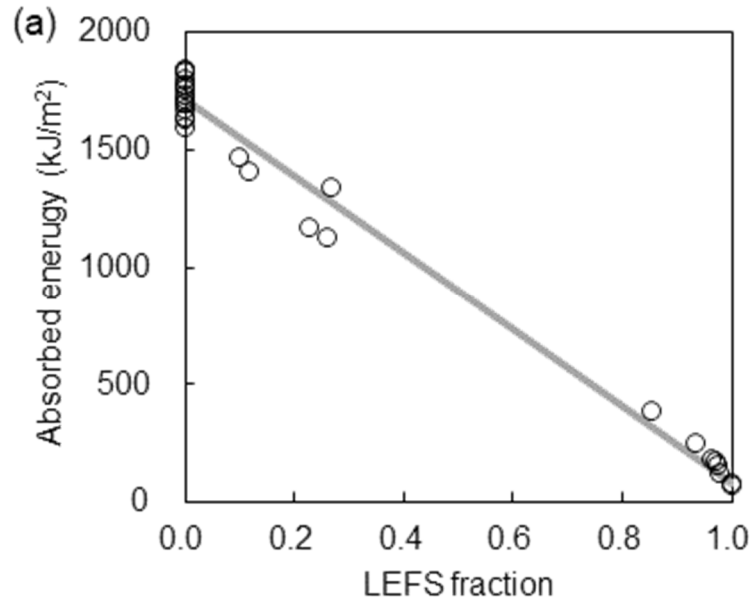


Fig. 4.17 微量のパーライトを含む組織における吸収エネルギーと LEFS 破面率の関係

(a) P2 材、(b) P3 材 (黒点は Fig. 4.11 に示す破面観察を行った試験片)

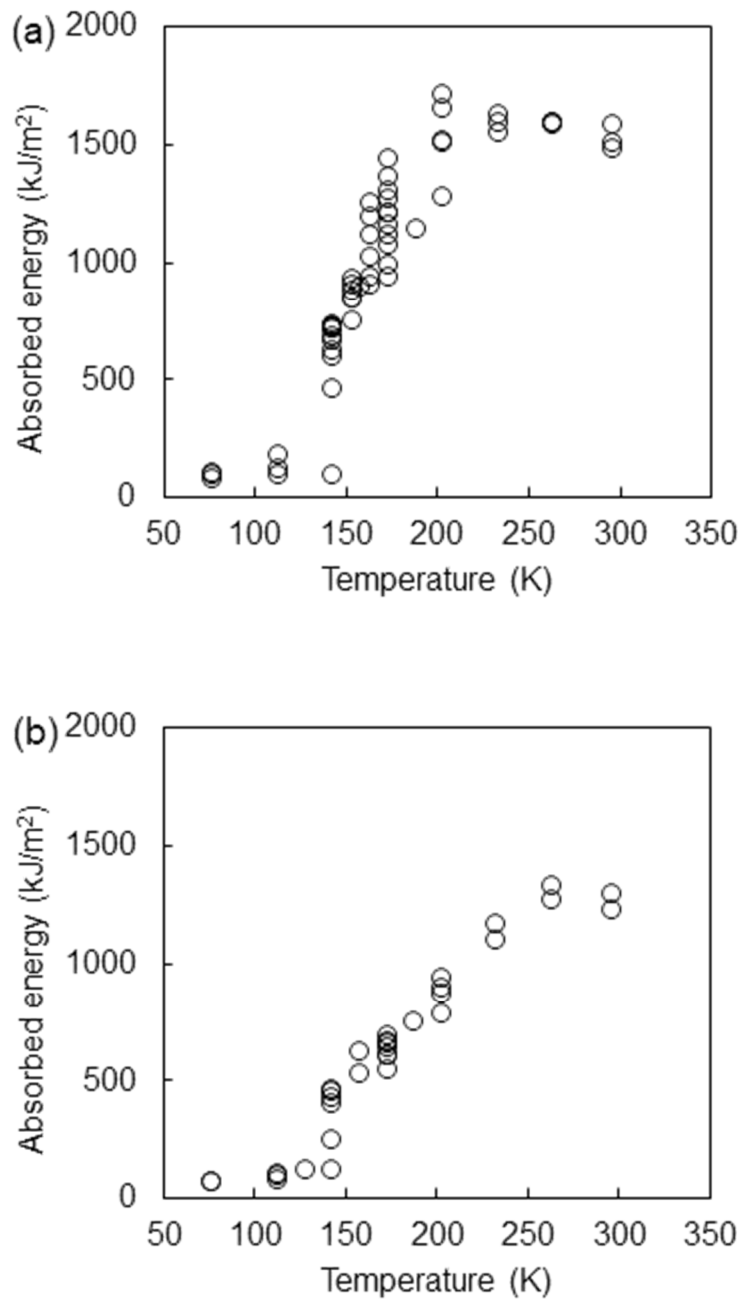


Fig. 4.18 5%超のパーライトを含む組織における CVN 吸収エネルギーの遷移挙動
 (a) P7 材, (b) P16 材, (c) P21 材 (黒点は Fig. 4.20 にて破面観察を行った試験片)

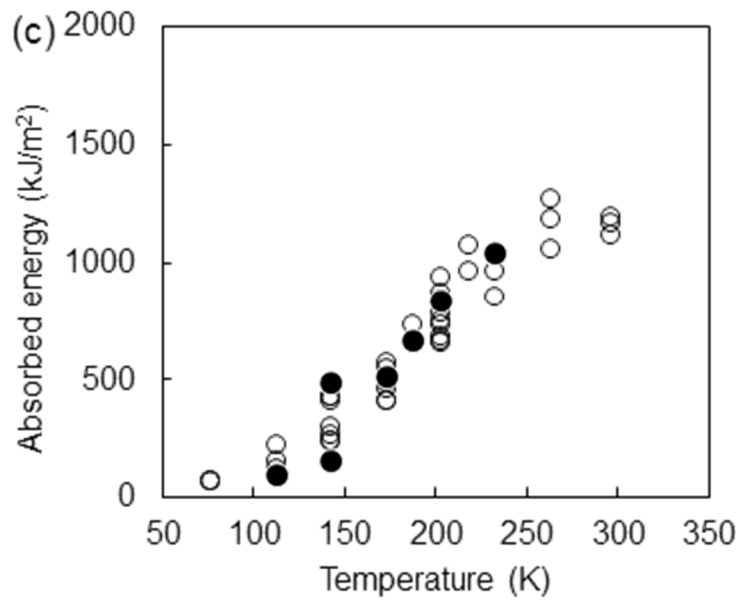


Fig. 4.18 (続き) 5%超のパーライトを含む組織における CVN 吸収エネルギーの遷移挙動
 (a) P7 材, (b) P16 材, (c) P21 材 (黒点は Fig. 4.20 にて破面観察を行った試験片)

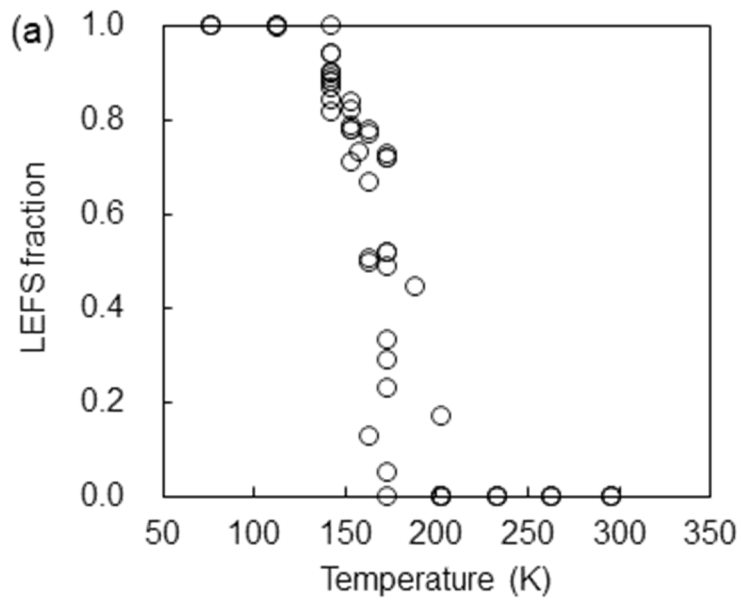


Fig. 4.19 5%超のパーライトを含む組織における破面の遷移挙動
 (a) P7 材, (b) P16 材, (c) P21 材 (黒点は Fig. 4.20 にて破面観察を行った試験片)

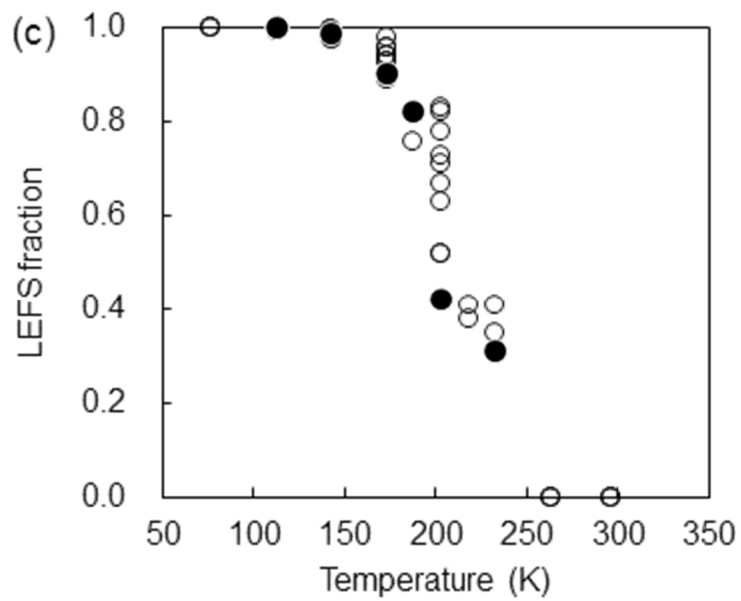
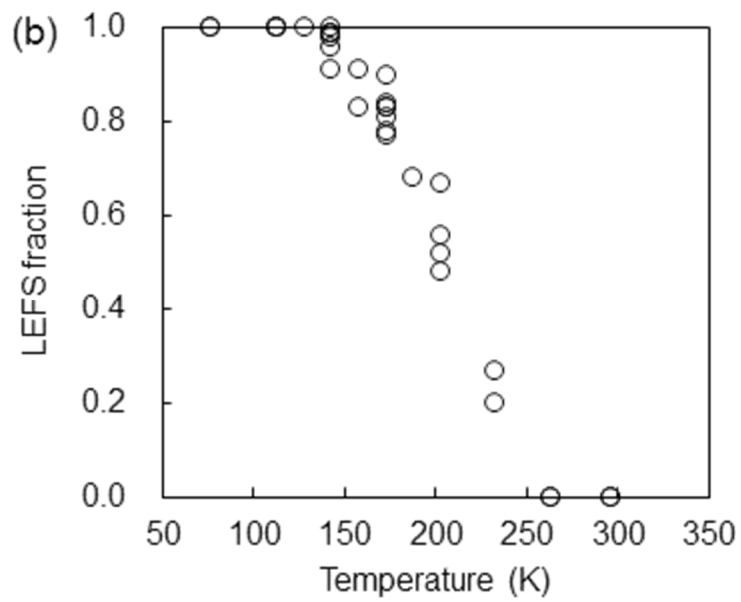


Fig. 4.19 (続き) 5%超のパーライトを含む組織における破面の遷移挙動
 (a) P7 材, (b) P16 材, (c) P21 材 (黒点は Fig. 4.20 にて破面観察を行った試験片)

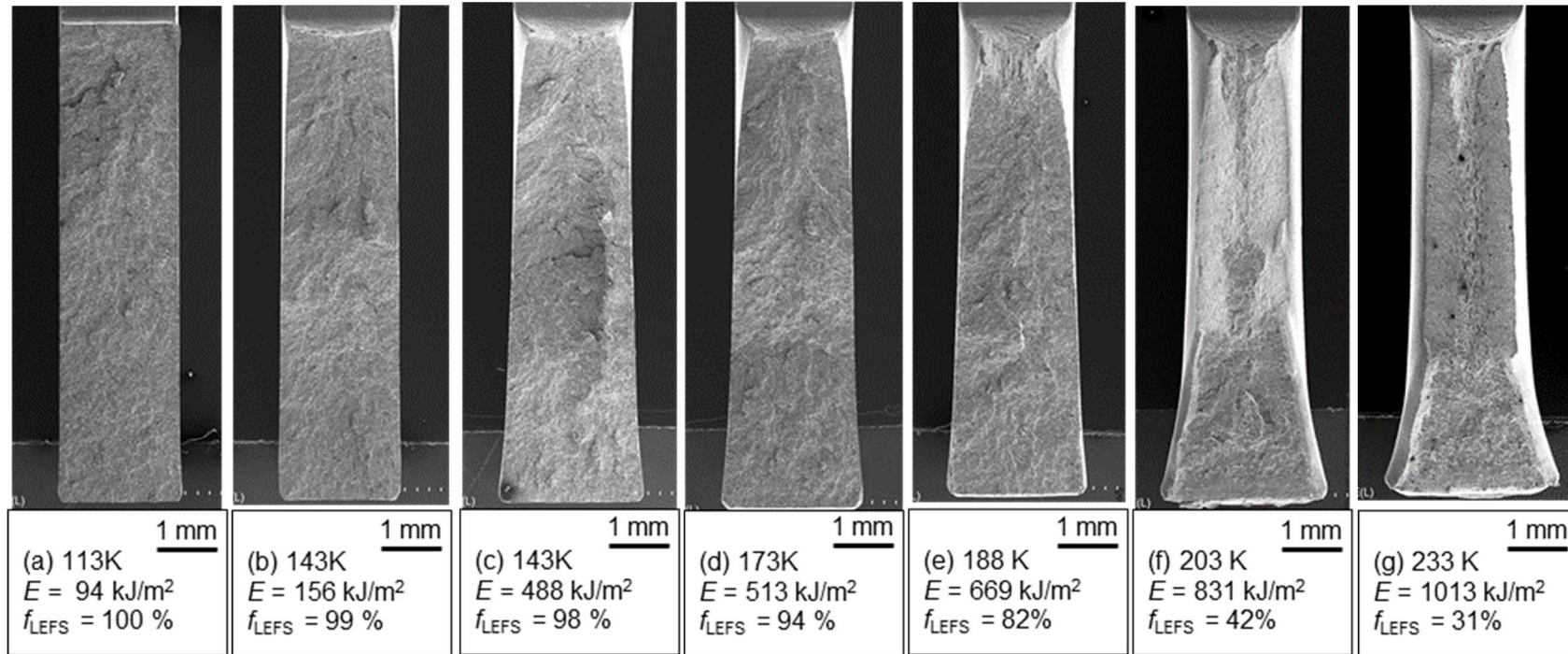


Fig. 4.20 P21 材の破面観察結果

E : 吸収エネルギー, f_{LEFS} : LEFS 破面率

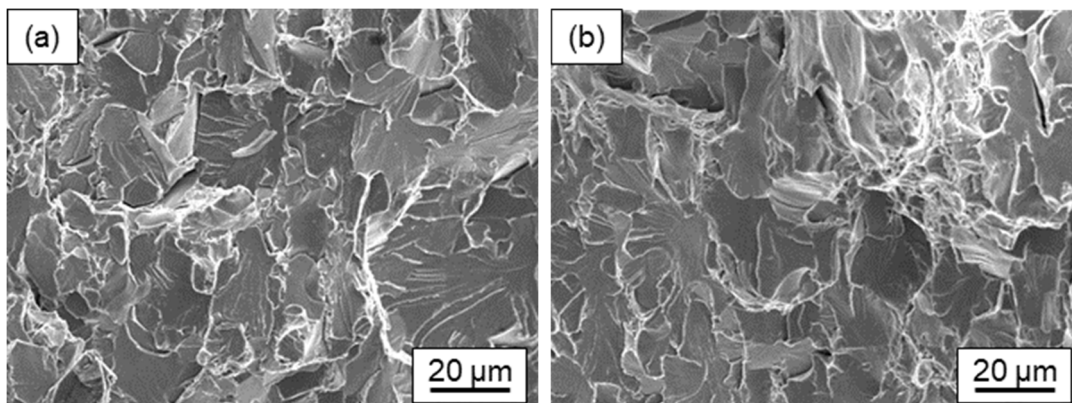


Fig. 4.21 P21 材の破面詳細観察結果

(a) 143 K 評価材(lower shelf, Fig. 4.20 (b)), (b) 173 K 評価材(middle shelf, Fig. 4.20 (d))

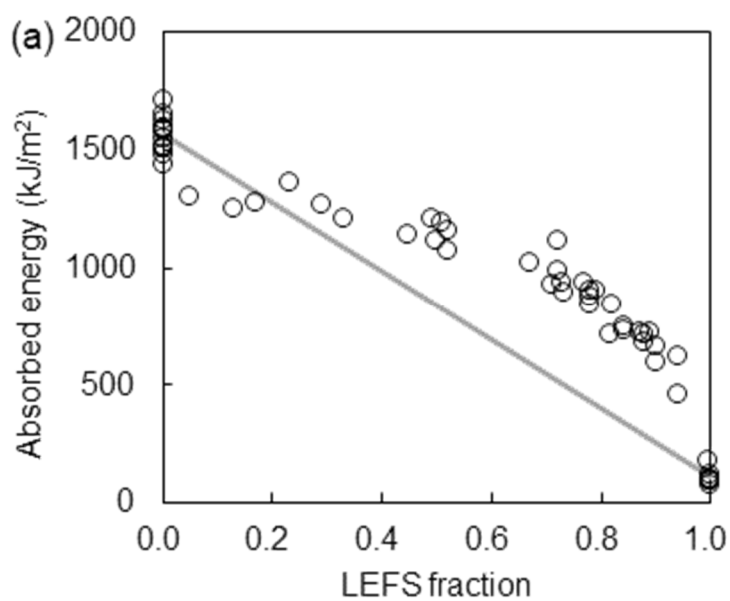


Fig. 4.22 5%超のパーライトを含む組織における吸収エネルギーと LEFS 破面率の関係

(a) P7 材, (b) P16 材, (c) P21 材 (黒点は Fig. 4.11 に示す破面観察を行った試験片)

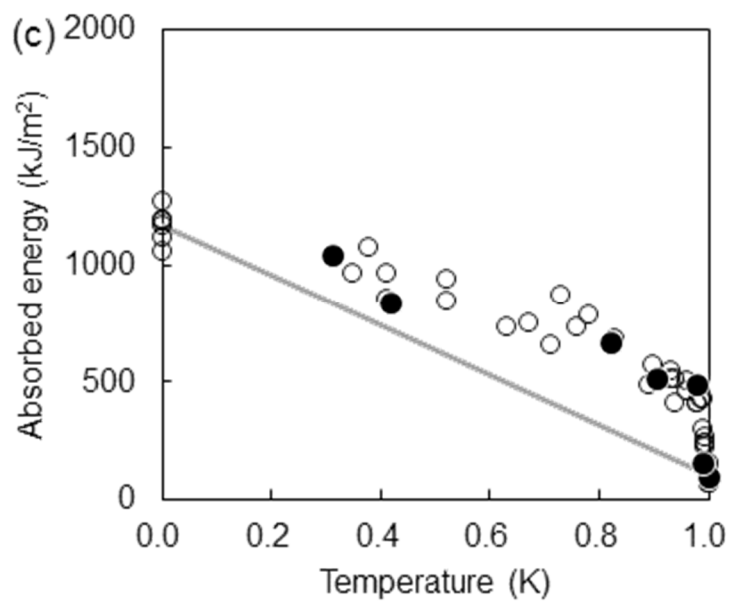
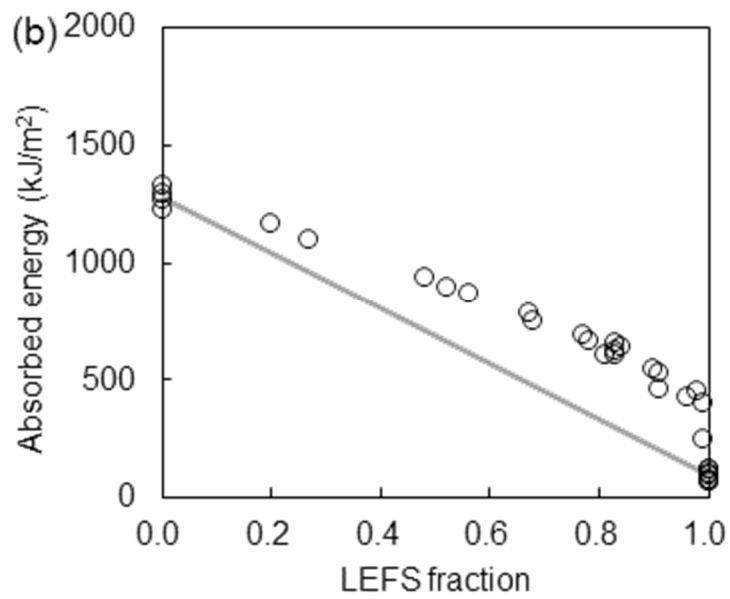


Fig. 4.22(続き) 5%超のパーライトを含む組織における吸収エネルギーと LEFS 破面率の関係

(a) P7 材, (b) P16 材, (c) P21 材 (黒点は Fig. 4.11 に示す破面観察を行った試験片)

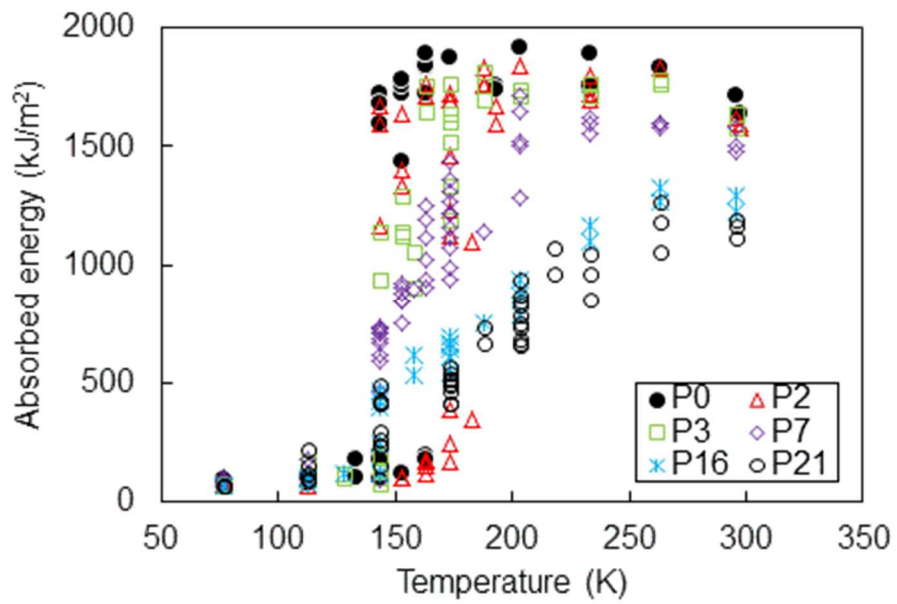


Fig. 4.23 パーライト分率の異なる鋼板における CVN 吸収エネルギーの遷移挙動の変化

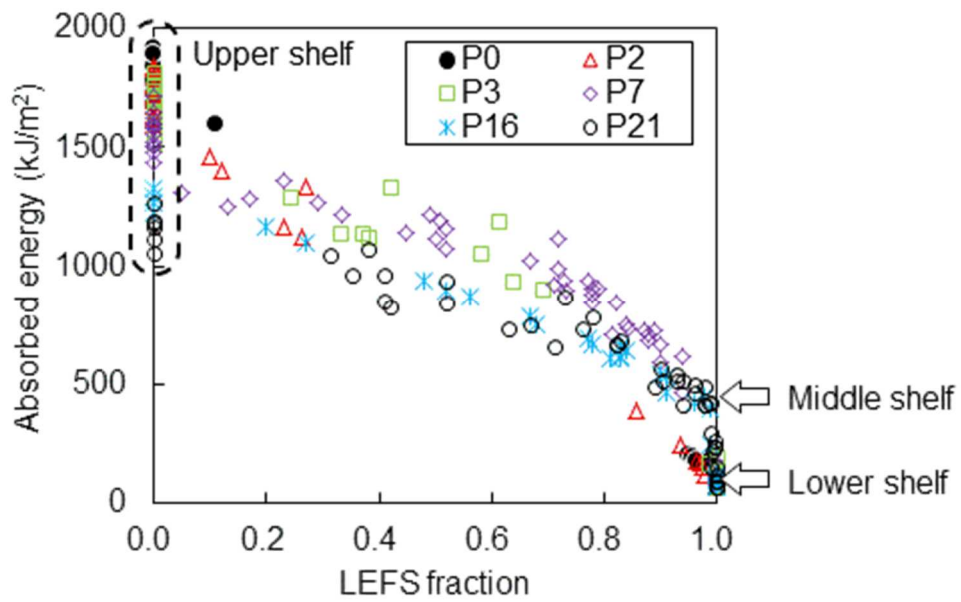


Fig. 4.24 パーライト分率の異なる鋼板における吸収エネルギーと破面率の関係の変化

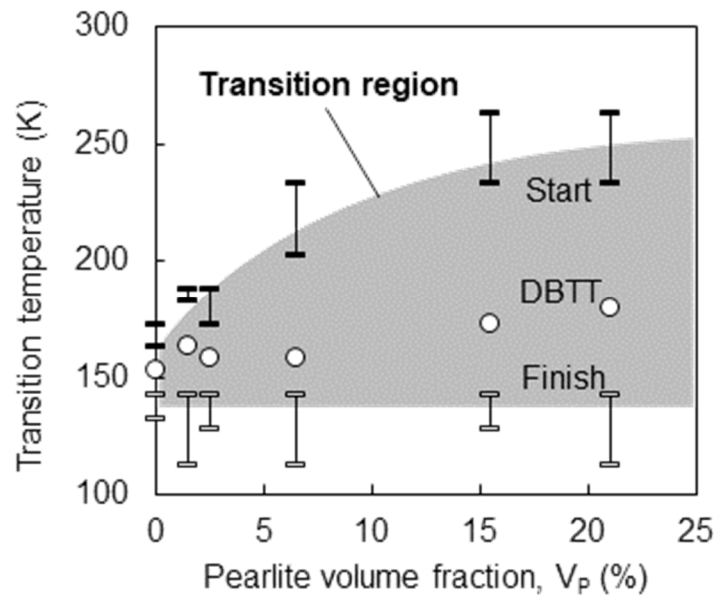


Fig. 4.25 パーライト分率に伴う延性脆性遷移の開始温度と完了温度の変化

DBTT: 吸収エネルギーが upper shelf と lower shelf の中間となる温度

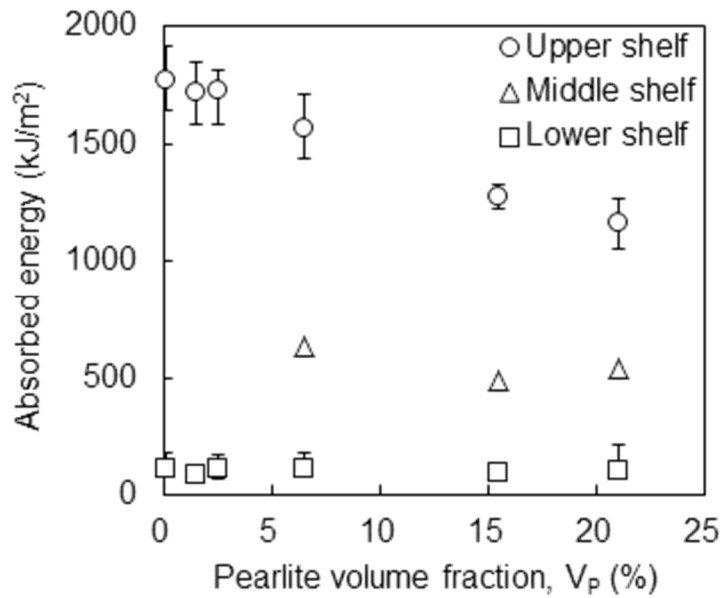


Fig. 4.26 パーライト分率に伴う延性脆性遷移の各段階における吸収エネルギーの変化

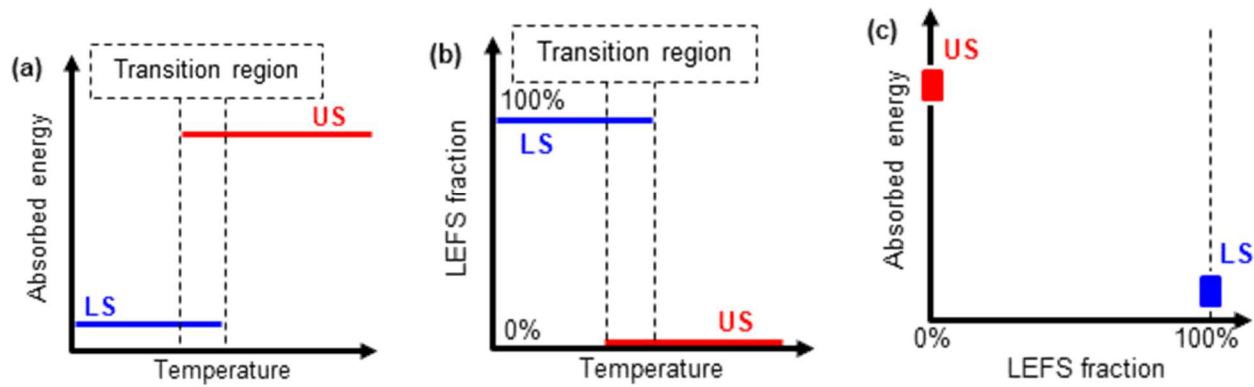


Fig. 4.27 フェライト単相組織における延性脆性遷移挙動

(a) 温度 vs. 吸収エネルギー、(b) 温度 vs. LEFS 破面率、(c) LEFS 破面率 vs 吸収エネルギー

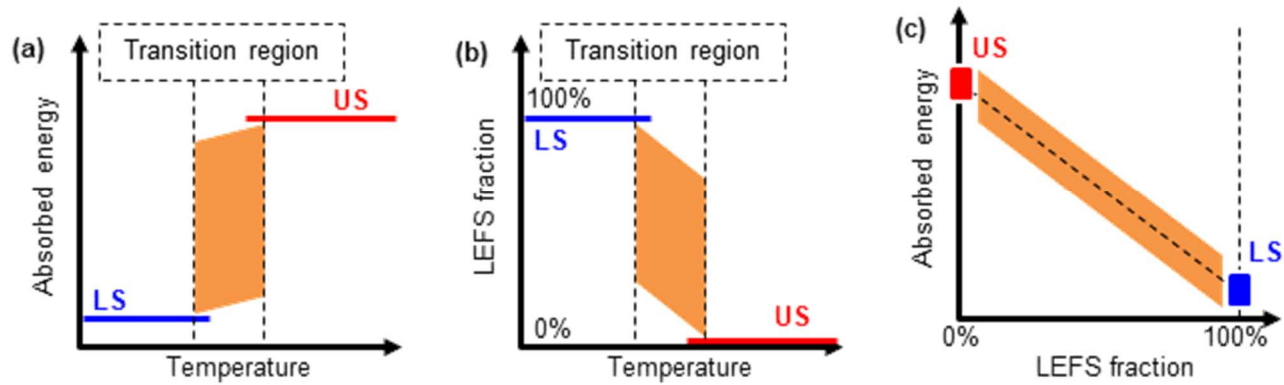


Fig. 4.28 微量パーライトを含む複合組織における延性脆性遷移挙動

(a) 温度 vs. 吸収エネルギー、(b) 温度 vs. LEFS 破面率、(c) LEFS 破面率 vs 吸収エネルギー

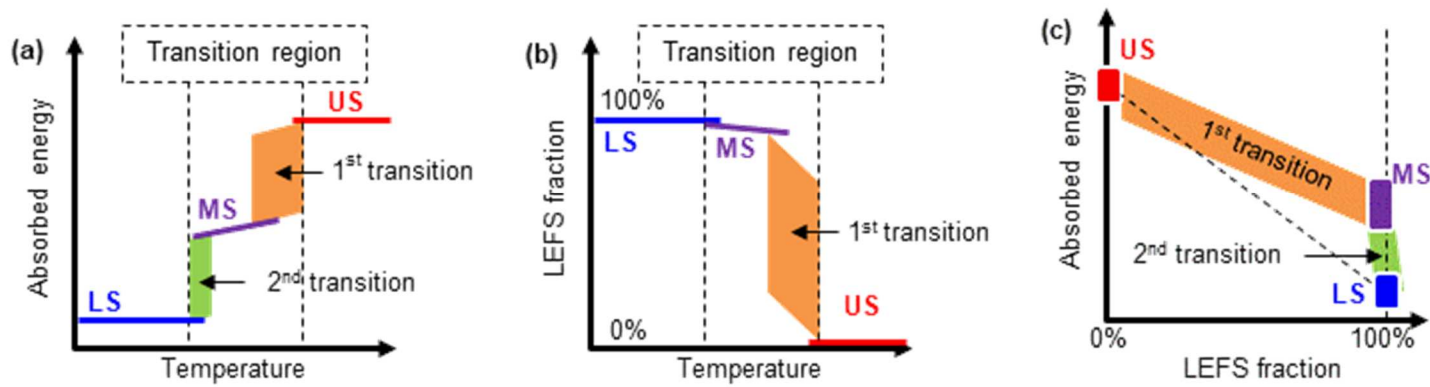


Fig. 4.29 多量のパーライトを含む複合組織における延性脆性遷移挙動

(a) 温度 vs. 吸収エネルギー、(b) 温度 vs. LEFS 破面率、(c) LEFS 破面率 vs 吸収エネルギー

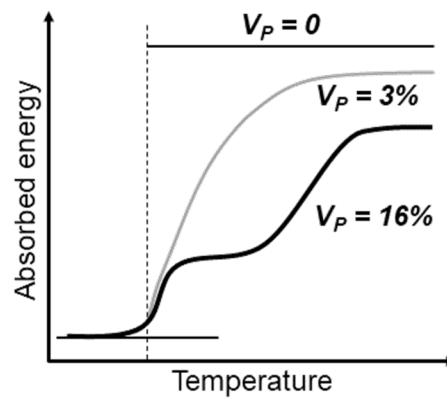


Fig. 4.30 パーライト分率に伴う吸収エネルギーの遷移挙動の変化 (模式図)

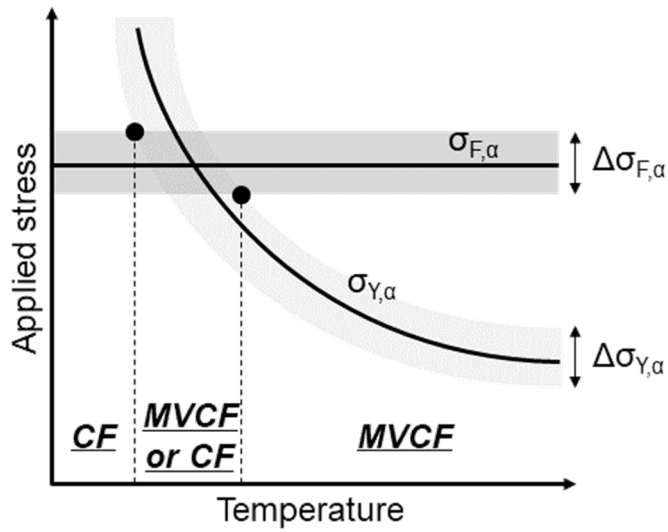


Fig. 4.31 降伏応力 ($\sigma_{Y,\alpha}$) とへき開破壊応力 ($\sigma_{F,\alpha}$) のばらつきを考慮した、
延性脆性遷移における破壊発生モデル

CF:へき開破壊 (cleavage fracture)、MVCF:マイクロボイド連結型破壊 (microvoid coalescence fracture)

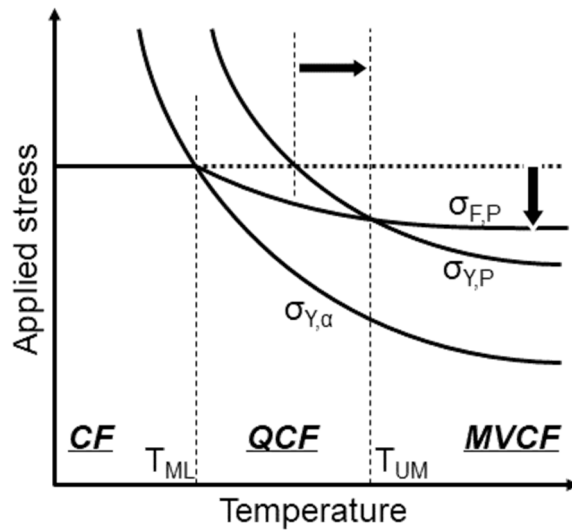


Fig. 4.32 フェライトの塑性変形によるパーライト側の応力上昇を考慮した、
二段階延性脆性遷移における破壊発生モデル

CF:へき開破壊 (cleavage fracture)、QCF:擬へき開破壊 (quasi-cleavage fracture)、MVCF:マイクロボイド連結型破壊 (microvoid coalescence fracture)

第5章 硬質組織の性質に伴う二段階延性-脆性遷移挙動の変化

5.1. 本章で検討する課題、並びに、関連する知見

本章では、複合組織鋼における延性脆性遷移挙動の、硬質組織の性質に伴う変化について述べる。

前章では、複合組織鋼における分率の変化による影響を、フェライト+パーライト組織においてパーライトの分率を変化させ、調べた。この際、化学組成および熱処理条件を十分に考慮し、パーライトの特性を揃え、分率のみの影響を抽出した。複合組織鋼において、構成組織の分率と同様に、個々の構成組織の特性も、材料全体の特性に大きく影響する[1,2]。軟質組織としてフェライトを主体とする複合組織鋼では、硬質組織として、主に、パーライト、ベイナイト、マルテンサイト、残留オーステナイト、そして焼戻マルテンサイト、が選ばれる。硬質組織の分率が同じであっても、選択する硬質組織が、例えば、パーライトからマルテンサイトへと変わると、全体の特性は大きく変化する[3-5]。また、それぞれの硬質組織の特性は、パーライトにおける層状組織のラメラ間隔[6]や、マルテンサイトにおける固溶炭素量[7,8]など、そのサイズや化学組成に伴って変化し、その影響は複合組織鋼全体にも大きく現れる[9,10]。よって、複合組織鋼における特性とマイクロ組織の関係を明らかにするには、分率と同様に、構成する組織の変化に伴う影響を理解することが重要である。

複合組織鋼では、塑性変形に対する加工硬化能を高めて強度や延性を改善するため、硬質組織としてマルテンサイトを用いた DP 鋼[11]や、残留オーステナイトを用いた低合金 TRIP 鋼[12]が広く用いられている。一方、延性脆性遷移に対しては、焼入性の高い高強度鋼板において、複合組織中の MA (Martensite-Austenite constituent) によって靱性が劣化することが知られている[13,14]。Fig. 5.1 に、高強度低合金鋼 (HSLA 鋼) の再現 HAZ 組織における、MA を含むマイクロ組織の例を示す[15]。MA はフェライトやベイニティックフェライトなどの軟質組織に囲まれた硬質な島状の領域であり、多量の炭素を含む硬質なマルテンサイトおよび/または残留オーステナイトからなる組織である[14]。この組織は衝撃を受けて容易に破壊するため、Fig. 5.2[14]に示すように、しばしば巨視的なへき開破壊の起点となる[13-19]。また、Fig. 5.3 に示すように[20]、MA に沿った脆性き裂の伝播も起こりやすくなる[15,16]。このため、MA は破壊を助長し、高強度材を脆化させる。例えば、Ackelsen ら[21]は、HSLA 鋼に対して HAZ を模擬した熱処理を施し、Fig. 5.4 に示す通り、MA 分率に伴うシャルピー吸収エネルギーの変化を調べ、MA の増加によって吸収エネルギーが大きく低下することを報告している。

一方で、適当な残留オーステナイトの存在はむしろ靱性を高めるとする報告もあり[22-25]、存在する硬質組織が変わることによる影響は判然としない。また、このような硬質組織の影響を調べて

いる過去の知見には、第2~4章で述べてきた、二段階延性脆性遷移を考慮した検討は見当たらない。ここまで用いてきた硬質組織であるパーライトに対して、更に強度が高いマルテンサイトや残留オーステナイトが二段階延性脆性遷移挙動に与える影響は異なると推定されるが、どのように変化するかは全く不明である。

以上の見地から、本章では、第2,3章で用いた供試材と同じインゴットから、熱処理の条件を変えて3種類の異なる複合組織鋼を作成し、その延性脆性遷移挙動を比較することで、硬質組織の特性が変化することによる影響を調べた。

5.2. 実験手法

5.2.1. 供試材

供試材として、実験室で作成した4種の鋼板を用いた。FP材は、第2,3章で用いたフェライト+パーライト組織を有する鋼板であり、他の3つは、FP材と同じインゴットから切り分け、異なる熱処理を施したものである。化学組成は、0.15C-1.77Si-1.48Mn-0.005P-0.001S-0.001N (数字は wt%) で共通である。各元素を添加する狙いは2.2.1項に記載の通りである。

この鋼塊に、1173 K以上の温度域で熱間圧延を施し、2.5 mmまで圧延したのち、室温まで空冷して塊状フェライトを主体とする組織を有する4枚の熱延鋼板を得た。4枚の熱延鋼板を、フェライト+オーステナイト二相域である1033 Kに加熱した後、冷却時の熱処理条件を変化させた。FP材およびMA2材は、二相域での加熱後に、共析温度よりも低い873 Kまで空冷し、Ar 雰囲気炉に入れて873 Kでそれぞれ1時間、10分保持し、室温まで水冷した。MA14材は、二相域加熱の後、673 Kまで空冷し、Ar 雰囲気炉に入れて673 Kで5分保持し、室温まで水冷した。MA38材は、二相域加熱の後、そのまま室温まで水冷した。MA2、MA14、MA38のそれぞれの数字は、後述するMAの分率を示す。

Fig. 5.5に、FE-SEMによって得た供試材の二次電子像を示す。また、Table 5.1に、二次電子像から得られた組織分率および平均フェライト粒径、そして、X線回折(XRD)法によって得られた残留オーステナイトの分率およびオーステナイト中の固溶炭素量を示す。FE-SEMによる観察、並びに組織の評価は、2.2.1項に記載の機器および条件で行った。また、XRDは鋼板の板厚の1/2におけるND面を鏡面研磨して行い、bcc鉄の(200)、(211)回折ピークと、fcc鉄の(200)、(220)、(311)回折ピークを評価した。オーステナイトの体積分率は、各ピークの積分強度から求めた。また、fcc鉄の3つのピーク角度からそれぞれ格子定数を求め、下記の式[26]に従って炭素量に換算し、その

単純平均を以てオーステナイト中の固溶炭素量とした。

$$a_{\gamma}(\text{\AA}) = 3.572 + 0.00120 \times \text{Mn}(\text{wt}\%) - 0.00157 \times \text{Si}(\text{wt}\%) + 0.033 \times \text{C}_{\gamma}(\text{wt}\%)$$

第2章で述べた通り、FP材はフェライト+パーライト組織であり、塊状フェライトの平均粒径は14 μm 、パーライト分率は15%である。MA2材のマイクロ組織はFP材と似ており、フェライトの分率および粒径はFP材と同等であった。一方、Fig. 5.5(b)に矢印で指し示すように、MA2材の一部のフェライト粒界には、内部にラメラ組織やセメンタイトが認められない、島状のMAが存在した。これは、MA2材を873 Kにおいて保持した時間がFP材よりも短く、パーライト変態が十分に進まずに未変態のオーステナイトが残存して、室温まで冷却されたものである。MA2材におけるMAの分率は2%であった。また、XRDによって検出される残留オーステナイトの分率は1%未満であり、FE-SEMで観察されたMAはマルテンサイト主体であると推定される。

MA14材 (Fig. 5.5(c)) は、FP, MA2材と同じく塊状のフェライトを主体とする組織であり、フェライトの分率および粒径はそれらと同等である。一方、硬質組織としてはパーライトが全く存在せず、伸長した微細な組織であるベイナイトと、フェライト粒界およびベイナイト内には島状のMAが存在した。ベイナイトは、セメンタイトを含まない bainitic ferrite[27,28]であり、炭素のほとんどはMAに濃縮していると推定される[29]。観察によって得られたMA分率、14%に対し、XRDによって得られた残留オーステナイトの分率は10%であり、MAの大部分が残留オーステナイトである。

MA38材 (Fig. 5.5(d)) も、塊状のフェライトを主体とする組織であり、粒径も他の材料と同程度である。しかし、フェライトの分率は62%であり、他の供試材における80~85%と比べて少ない。また、フェライト以外の領域はMAであり、パーライトおよびベイナイトは観察されない。フェライト分率が小さい分、硬質組織 (MA) の分率が大きい分、他の材料では硬質組織は島状で存在していたが、MA38材ではMAが繋がって網目状の組織を形成している。XRDによって得られる残留オーステナイトの分率は3%であり、ほとんどのMAは硬質なマルテンサイトである。

5.2.2. 引張試験およびシャルピー衝撃試験

引張試験に用いた機器および試験条件は、全て2.2.1に記載の通りである。

シャルピー衝撃試験に用いた機器および試験条件は、全て2.2.2に記載の通りである。試験後に、試験片の破面を観察し、マクロ観察で平坦に見え、マイクロ観察ではディンプルをほとんど含まない破面であるLEFSが破面全体に占める割合を求めた。

5.2.3. 組織観察

MA14材の破面直下において、二次き裂周辺の結晶方位をEBSD法によって測定した。測定には、OIM Data Collection ver. 7を、得られたデータの解析にはOIM Analysis ver. 7を、それぞれ用いた。測定のstep sizeは、フェライト粒内の方位変化をより詳細に観察するため、0.1 μm とした。その他の条件は2.2.3に記載の条件に揃えた。

5.3. 実験結果

5.3.1. 引張試験

Fig. 5.6に、引張試験によって得られた供試材の公称応力-公称ひずみ曲線を示す。また、Table 5.2に、引張特性値として、 $\sigma_{0.2\%}$ 、TS、およびEIを示す。TSは、フェライト分率の低下に伴い、FP材からMA38材へと上昇する。MA14材は優れた延性を示すが、これは10%の残留オーステナイトによる変態誘起塑性効果によるものである。MA38材は、多量のMAを含むため、高TS (1 GPa)、低延性 (11%) である。

Fig. 5.6(b)に、(a)に示した公称応力-公称ひずみ曲線における降伏挙動を拡大して示す。FP、MA2、MA14材は上降伏点を持ち、降伏伸びを示す。これらの材料では、フェライト中の転位に固溶炭素が固着しており、軟質なフェライトでの塑性変形が開始しづらい[30]。一方、MA38材では、明瞭な降伏点を示さない、ラウンドハウス型の降伏挙動を呈する。そのため、MA38材は、高いTSにも関わらず、他の供試材よりも低い応力から塑性変形を開始する。これは、MA38材における多量のMAの大部分を占めるマルテンサイトが、水冷中に変態して生成した際に、固溶炭素が固着していない可動転位を大量にフェライトへと導入したためである[31]。

1.4.1で述べたように、塑性変形はき裂先端における応力集中を緩和し、き裂の成長による破壊の進行を抑制する[32,33]。例えば、Thompson[34]は、HSLA鋼において、室温における $\sigma_{0.2\%}$ の低下に伴い、延性脆性遷移温度が低下し、靱性が改善すると報告している。この観点からは、本検討で用いる4つの供試材では、それらの $\sigma_{0.2\%}$ が近いことから、延性脆性遷移挙動も近いものとなることが期待される。

5.3.2. シャルピー衝撃試験

Figs. 5.7、5.8に、シャルピー衝撃試験によって得られた、吸収エネルギーおよび破面の遷移挙動

を示す。第2章で詳述した通り、FP材は明瞭な二段階延性脆性遷移を示し、297 Kと193 Kで、upper shelfからmiddle shelfへ、middle shelfからlower shelfへと、それぞれ遷移する。FP材の破面は、デンプルで覆われたマイクロボイド連結型の破面から、297 Kを境として、LEFSへと遷移し始め、253 Kから193 Kの間では、破面はほとんどLEFSに覆われる。そして、193 Kを境として吸収エネルギーは大きく低下するが、破面には大きな変化は認められない。

MA2, MA14材における吸収エネルギーと破面の遷移挙動は、このFP材における挙動と似ている。253 Kから233 Kで破壊したMA2, MA14材の破面はLEFSに覆われているが、吸収エネルギーはupper shelfとlower shelfの間にあたる600 kJ/m²であった。これは、二段階延性脆性遷移におけるmiddle shelfに相当する特徴である。吸収エネルギーの遷移挙動から、MA2, MA14材におけるupper shelfは293 K以上であり、273 Kから233 Kはmiddle shelfに、213 K以下はlower shelfに当たる。

MA38材における延性脆性遷移挙動は、他の3つの供試材とは明瞭に異なる。まず、室温において、MA38材の示す吸収エネルギーは非常に小さく、破面はLEFSに覆われていた。吸収エネルギーは、試験温度を上げると、353 Kから433 KにかけてLEFSの減少と共に増加した。このMA38材の吸収エネルギーの遷移挙動では、middle shelfは認められず、Fig. 1.23に示した一般的な遷移曲線を描いた。

Fig. 5.9に、吸収エネルギーと破面に占めるLEFSの割合との関係を示す。縦軸として、各試験片の示した吸収エネルギーをそれぞれの供試材におけるupper shelfでの吸収エネルギーで除した、規格化吸収エネルギーを用いた。グラフ中の直線は、MA38材のupper shelfとlower shelfに相当する点を直線で結んだものである。FP材は、すでにFig. 2.12で示した通り、upper shelfから、LEFSの増加に伴って、吸収エネルギーを直線的に低下させる第一遷移を起こすが、この遷移では、破面がほぼLEFSに覆われても、吸収エネルギーは中位に留まる。その後、更に温度が低下すると、LEFSの割合はほぼ変わらずに、吸収エネルギーのみが低下する第二遷移を起こす。MA2, MA14材における吸収エネルギーと破面との関係は、FP材における関係と同一であった。

一方、MA38材では、LEFSの増大に伴い、upper shelfからlower shelfへ向かって直線的に吸収エネルギーを低下させる。すなわち、MA38材における延性脆性遷移挙動は、単にmiddle shelfが認められないだけでなく、吸収エネルギーと破面率とが一次の比例関係にある、一般的な一段階の延性脆性遷移挙動を示した。

Fig. 5.10に、MAの分率に伴う遷移温度の変化を示す。二段階延性脆性遷移を示した、FP, MA2, MA14材では、upper shelfからmiddle shelfへの第一遷移温度、 T_{UM} と、middle shelfからlower shelf

への第二遷移温度、 T_{ML} とを示した。一段階の遷移を示した MA38 材では、遷移温度域が広いことから、遷移の開始温度、 T_S と完了温度、 T_F を示した。

Akselsen ら[21]は、HSLA 鋼の再現 HAZ 組織において、Fig. 5.4 に示した MA 分率に伴う室温での吸収エネルギーの変化と、同じくパーライト分率に伴う変化とを比較し、両者が同様に延性脆性遷移挙動に影響を与えると報告している。パーライトの分率による影響は、第4章ですでに検討しており、パーライトが増大すると、 T_{UM} は上昇するが、 T_{ML} は変化しなかった。

Fig. 5.10 から見える MA の影響は、本研究で得られたパーライト分率の影響とは大きく異なる。MA の分率は FP 材から MA2, MA14 材と上昇するが、 T_{UM} は 293 K 近辺から変化しなかった。一方、 T_{ML} は、FP 材から MA2 材へ、MA 分率が 2%増えることで、183 K から 223 K へと上昇した。しかしながら、MA2 材から MA14 材へと MA 分率が増大しても、 T_{ML} はそこから変化しなかった。一方、MA の分率が 38%へと大幅に増大した MA38 材では、 T_S 、 T_F ともに、他の材料における遷移温度に比べてはるかに高く、両者の中間点である一般的な遷移温度、 T_T は 385 K であった。

ここで、組織観察によって得られた MA 分率と、XRD によって得られたオーステナイトの分率を用い、両者の差をマルテンサイトの推定分率として、MA 中のマルテンサイトと残留オーステナイトとの効果の分離を試みた。Figs. 5.11, 5.12 に、Fig. 5.10 に示した遷移温度を残留オーステナイト分率および推定マルテンサイト分率に対して示す。Fig. 5.11 に示す通り、残留オーステナイトは MA2 材の 0.6%から MA14 材の 10%へと分率が増大しても、 T_{UM} 、 T_{ML} ともに変化は認められなかった。一方、残留オーステナイトの少ない MA38 材では、遷移温度は高く、残留オーステナイト分率で延性脆性遷移挙動の変化を整理することは難しい。

また、MA2 材は FP 材と比べて T_{ML} が高いが、これは Fig. 5.12 に示す通り、マルテンサイトの影響と推定することができる。マルテンサイトの推定分率は MA2 材 (1%) と MA14 材 (3%) とで近しく、両者に対する遷移温度への影響が近いことは説明できる。また、M を 35%と多量に含むと、延性脆性遷移挙動は二段階から一段階へと変化する。このように、多量のマルテンサイトは延性脆性遷移挙動に著しい影響を与えることから、少量であってもマルテンサイトは延性脆性遷移挙動に影響することが示唆される。一方、残留オーステナイトは 1~10%の間で遷移温度に対する影響が変わらないことから、僅かな量では延性脆性遷移挙動に与える影響は小さいと推定しうる。

5.4. 考察

5.4.1. 硬質組織の性質による影響と、破壊発生モデルによる理解

硬質組織がパーライトから MA へと変わることによる影響を、二段階延性脆性遷移の破壊発生モデル (Fig. 2.21) を用いて考察する。このモデルでは、硬質組織であるパーライトと軟質組織であるフェライトの降伏応力、 σ_{YB} 、および、 $\sigma_{Y\alpha}$ と、より破壊しやすいパーライトにおけるへき開破壊応力、 σ_{EP} の大小関係により、破壊の発生機構を推定する。二段階延性脆性遷移における高温側の第一遷移は、 σ_{YP} が σ_{EP} を上回る温度、 T_{UM} で起こり、これよりも低い温度では、軟質組織において塑性変形が開始した後に、硬質組織が塑性変形を開始する前にへき開破壊を起こし、それが伝播して破壊に至る。また、低温側の第二遷移は、 $\sigma_{Y\alpha}$ が σ_{EP} を上回る温度、 T_{ML} で起こり、これよりも低い温度では、弾性変形の後に軟質組織が組成変形を開始する前に硬質組織においてへき開破壊が起こり、それが伝播して破壊に至る。

Fig. 5.10 に示した通り、微量の MA によって T_{ML} は上昇したが、 T_{UM} は変わらなかった。この効果を、上述の破壊発生モデル上で表すと、Fig. 5.13 に示すように考えることができる。MA はパーライトと比べて、より硬く、脆い組織である[35,36]。特に、MA の中でもマルテンサイトは、残留オーステナイトよりも割れやすい[37,38]。このため、Fig. 5.13 に示す図では、MA の破壊応力、 σ_{FMA} が、基とするパーライトにおける値、 σ_{EP} に対して、低下する。これに伴い、硬質組織のへき開破壊応力と軟質組織の降伏応力との交点である T_{ML} は上昇する。

しかし、硬質組織のへき開破壊応力の低下のみを考慮すると、 T_{UM} も上昇してしまい、実際の MA の効果とは異なる。マルテンサイトは硬い組織ではあるが、その降伏は内部に含まれる多量の可動転位[39]、および／または、内部応力[40]のため、非常に低い応力で起こる。例えば、Allain ら[40]は、0.05~0.4 wt%の炭素を含む低合金マルテンサイトにおいて、降伏応力が炭素量によらず一定であり、300 MPa を下回ることを報告している。この値は Appendix 7 に示したパーライト単相鋼における降伏応力、650 MPa の半分に満たず、Fig. 5.6 および Table 5.2 に示した本章の供試材における $\sigma_{0.2\%}$ よりも小さい。供試材に含まれるマルテンサイトは、炭素の濃縮が進み、Allain らの評価した 0.4 wt% よりも多くの炭素を含んでおり、300 MPa 未満のような低い応力で塑性変形を開始するかは不明である。しかし、0.05 wt% から 0.4 wt% まで、炭素量に伴う降伏応力の上昇が見られないことから、そこから固溶炭素を増やしても、固溶強化によって大幅に降伏応力が上昇するとは考え難い[41]。よって、本章で用いた供試材の MA はいずれもマルテンサイトを含むことから、MA の降伏応力 σ_{YMA} はパーライトの降伏応力 σ_{YP} よりも低いと仮定することができる。

この考えに沿って、Fig. 5.13 において、降伏応力の変化を考慮すると、 σ_{YMA} と σ_{FMA} の交点であ

る T_{UM} は、フェライト+パーライト組織における T_{UM} (σ_{YP} と σ_{FP} の交点) と同等の温度に留まる可能性がある。このようにして、破壊しやすいが同時に塑性変形も起こしやすい微量のマルテンサイトが含まれることで、 T_{UM} は変わらずに T_{ML} のみが上昇したことを、破壊発生モデルによって説明できた。

但し、この考え方では、多量の MA を含む MA38 材における、延性脆性遷移温度の著しい上昇と、二段階から一段階への延性脆性遷移挙動の変化を説明することはできない。 $\sigma_{Y,\alpha}$ と対応する供試材のマクロな降伏応力は、MA38 材において最も小さくなることから、破壊発生モデルのみで考えると、むしろ MA38 材では遷移温度が下がることさえ想定されてしまう。

5.4.2. 破壊の伝播への影響

Fig. 5.5 に示したように、MA38 材は他の供試材と比べて硬質組織が多く、MA は島状ではなく網目状であり、組織の様相が大きく異なる。そこで、硬質組織が破壊の伝播挙動へ与える影響に着目し、MA38 材で二段階延性脆性遷移が起こらなかった理由について、考察する。

二段階延性脆性遷移が起こる MA14 材において、 T_{ML} 直下の 193 K で破壊した試験片の二次き裂を観察した。Fig. 5.14 に、FE-SEM で観察した二次き裂の二次電子像を示す。なお、破壊は画面の左から右へと進行している。二次き裂の傍らに白線で $\{001\}$ 、 $\{011\}$ 、 $\{112\}$ 面のトレース群を記載し、更に二次き裂トレースと各面のトレースとが成す最小の角度を、それぞれ記載する。Fig. 5.14(a) で示す二次き裂は、フェライト粒を左から右へ貫通し、矢印で指す箇所のフェライト粒界に当たって止まっている。この二次き裂のトレースが $\{001\}$ の 3 本のトレースと成す角で最小のものは 3° であり、この二次き裂はへき開破壊によって形成された可能性が高い。一方、Fig. 5.14(b) に示す 2 本の二次き裂では、右のき裂のトレースは $\{001\}$ 面と成す最小の角度は 2° と小さいが、左のき裂のトレースでは $\{001\}$ 面トレースと成す最小の角度は 7° と若干大きく、 $\{112\}$ 面トレースと成す角度は 3° であり、最も対応が良かった。この T_{ML} 直下の lower shelf において破壊した試験片における二次き裂のトレースは、ほとんどの場合、 $\{001\}$ トレースと良く対応しており、第 3 章に示した lower shelf で破断したフェライト+パーライト組織材での観察結果と同じであった。また、一部に、 $\{011\}$ 、 $\{112\}$ トレースと良く対応する二次き裂も見られた。

ここで、Fig. 5.14(a) に矢印で示した、き裂先端がフェライト粒界に当たって止まった箇所に注目する。Fig. 5.15 にき裂先端に隣接するフェライト粒の結晶方位解析結果および模式図を示す。図中の左から右へ、へき開面を伝播してきた二次き裂は、Fig. 5.15(a) に矢印で示した箇所でフェライト粒界に到達した。二次き裂が生じた (001) 面と、隣接するフェライト粒における 3 つの $\{001\}$ 面とは

結晶面の方位対応が悪く、両者が成す角は 13° 以上であった。このため、このフェライト粒界はへき開破壊の伝播の障壁として働き、二次き裂はこのフェライト粒界で停留した[42]。二次き裂がフェライト粒界にぶつかった箇所から、隣接するフェライト粒内には特定のすべりが発生し[43]、すべり帯 (slip band) が発達する (Fig. 5.15(b))。Fig. 5.15(a)に、フェライト粒内における結晶方位差を示す。図中のすべり帯の直下に基準点 (図中 A) を置き、基準点に近い方位を青、遠い方位を赤で表している。フェライト粒の下半分は青、上半分は赤に分割されており、両者の境界線であるすべり帯がはっきりと判別できる。

Fig. 5.15(c)に、図中の基準点 A、青色領域の X、赤色領域の Y、の各点における、(011)局点図を示す。3つの点における局点図は僅かに異なるが、6つの{011}のうち、矢印で指す1つは、3点において共通であった。Fig. 5.15(a)で確認されるすべり帯のトレースは、この3点で共通する面と対応しており、この面をすべり面として、フェライト粒の上下で、反対の方向に向かって、結晶回転が進んだことが分かる。

Fig. 5.15(a)に示す、すべり帯をまたぐ直線 XY と、すべり帯に対応した直線 AB の、それぞれに沿った結晶方位の変化を調べた。Fig. 5.15(d)に、それぞれの直線の起点となる点 X、点 A の結晶方位を基準として、直線上の各点における結晶方位との方位差を算出した、Point-to-Origin 方式によって結晶方位の変化を示す。黒線で示す直線 XY における方位変化は、始点 X からすべり帯の手前である $1.3\ \mu\text{m}$ 地点までは、結晶方位はほとんど変化しない。そこから、すべり帯を越える、 $0.2\ \mu\text{m}$ の狭い領域において、結晶方位は 5° も変動した。すべり帯を越えた $1.5\ \mu\text{m}$ 地点から終点 Y までは、再び結晶方位の変化はほとんど見られない。一方、灰色線で示す直線 AB における方位変化は、始点 A から終点 B まで、大きな方位変化は認められず、 $4\ \mu\text{m}$ の間の累計でも、僅かに 1° であった。

このように、lower shelfにて破壊した MA14 材において、へき開き裂が停止したフェライト粒界の先にあるフェライト粒内の結晶方位を調べたところ、特定のすべり系が強く働くことで、き裂の停止した箇所からすべり帯が発達していた。すべり帯以外の領域ではほとんど塑性変形が進行していないのに対し、極めて狭いすべり帯において、亜粒界にも相当する、 5° の方位差が生じていた。この試験片では、へき開破壊を主体として破壊が伝播し、マクロな破断に至ったが、温度が上昇してへき開破壊による伝播が容易に起こらない場合は、フェライト粒界で停留したき裂の先端の応力場は解放されず、更にすべり帯が発達すると想定される。

第3章で述べたように、Tomota ら[44-47]は、オーステナイト単相鋼である窒素添加したステンレス鋼における延性脆性遷移において、lower shelfでの破壊がすべり面{111}を伝播する機構としてすべり面分離機構を提案 (Fig. 3.21) している。そこでは、すべり面分離を発現させるための前駆現

象として、結晶粒内において特定のすべり系が活動し、固執すべり帯 (persistent slip band) [48,49] が形成されることを想定している。Fig. 5.15 に示した、フェライト粒界で止められたへき開き裂先端が前方のフェライト粒内で発達させるすべり帯は、更に発達することで、固執すべり帯を経てすべり面分離に至ると考えることができる。

Fig. 5.16 に、Fig. 5.13 に示した破壊の発生モデルと、この破壊の伝播機構に沿って、複合組織鋼の middle shelf における破壊の発生から伝播までの模式図を示す。まず、軟質組織の塑性変形が進行したのちに、硬質組織においてへき開破壊が起こる。そして、マルテンサイトやパーライト中のフェライトといった硬質組織は、周辺のフェライトによる制約のため、それと近い結晶方位を取る [50,51] ことから、破壊が発生した硬質組織から隣接するフェライト粒へは容易にへき開き裂が伝播する。伝播したへき開き裂は、フェライト粒を貫通し、フェライト粒界に到達する。フェライト粒界では、Appendix 6 に示す通り、き裂の伝播したへき開面(001)と隣接するフェライト粒の{001}面とが小傾角粒界を作る可能性が限定的であることから、ほとんどの場合はそこで停止してしまう (Fig. 5.16 (a)) [52,53]。

この時、温度が十分に低ければ、へき開破壊が伝播しうる小傾角粒界の閾値が緩和され、また、発生するき裂の総数も多いため、へき開破壊が長距離で伝播し、マクロな破壊に至る。この場合には、試験片が示す吸収エネルギーは lower shelf 相当となる。一方、温度が高く、へき開破壊が容易に伝播しない場合、き裂先端から隣接粒へ、両者の結晶方位関係に応じてすべり帯が発達する (Fig. 5.16 (b))。Appendix 6 に示すように、き裂の伝播したへき開面と、隣接するフェライト粒のすべり面{011}、{112}とが小傾角粒界を作る可能性は高く、き裂からすべり帯に対して、すべり面分離機構による破壊の伝播が起こる。こうして形成されたすべり面上のき裂も、次のフェライト粒界で止まり、更に次のフェライト粒においてすべり帯を発達させる (Fig. 5.16 (c))。この繰り返しによって、middle shelf では破壊が伝播していると推定される。また、3.4.2 で述べたように、そのような条件であっても{001}面のほうが{011}および{112}面よりも破壊しやすいことから、すべり面分離のみではなく、き裂先端のマイクロ組織の状態に応じて、へき開破壊や粒界破壊によっても、破壊は伝播すると考えられる。(Fig. 5.16 (d))

Fig. 5.16 で示した破壊の伝播機構は、へき開き裂がフェライト粒界で止められることを必要条件としている。しかしながら、MA38 材では、Fig. 5.5 に示したように、多量の MA が網目状組織を形成しており、フェライト粒界が存在しない。MA38 材の MA の大部分はマルテンサイトであり、マルテンサイトは非常に破壊しやすく [37,38]、かつ、周辺のフェライトと結晶方位が近い [51]、フェライト粒を貫通したへき開き裂がフェライト/マルテンサイト境界に到達すると、容易にマル

テンサイトへへき開き裂が伝播しうると考えられる。また、フェライト／マルテンサイト境界も破壊の伝播経路として働く[54,55]。このため、Fig. 5.17 に示すように、へき開破壊およびフェライト／マルテンサイト境界の剥離によって破壊が進展してしまう。この場合、マイクロボイド連結型破壊からへき開破壊への遷移温度は、Fig. 5.13 に示す破壊発生モデルにおいて、 σ_{FMA} と σ_{YMA} との交点となり、二段階遷移における第二遷移温度から大幅に上昇する。さらに、4.4.2 で述べたように、硬質組織の分率の増大は、印加されるマクロな応力に対する σ_{FMA} を引き下げる効果があるため、 σ_{FMA} と σ_{YMA} との交点は更に高温側へと移動する。

以上のように、MA 分率が高まり、フェライト粒界が消滅すると、破壊の伝播が容易となるため、マクロな破壊にすべり面分離を伴う擬へき開破壊が不要となると考えられる。このため、MA38 材では middle shelf が現れず、一段階の遷移になったと考えられる。また、硬質組織の分率が他と比べて極端に大きいため、応力集中によって硬質組織が破壊しやすくなり、Fig. 5.12 に示すように、遷移温度が大きく上昇したと考えられる。

5.5. 小括

本章では、複合組織鋼における延性脆性遷移挙動の、硬質組織の性質に伴う変化について、同一の化学組成を有する鋼板の熱処理条件を変え、硬質組織をパーライト、パーライト+微量 MA (分率 2%)、ベイナイト+MA (14%)、多量の MA (38%) と変化させた 4 種類の供試材において調べ、下記の知見を得た。

1. 分率で 2%、14%の MA を含む鋼板では、フェライト+パーライト鋼と同様に、吸収エネルギーが二段階で変化する、二段階延性脆性遷移が現れた。少量の MA は、middle shelf から lower shelf への遷移温度 T_{ML} を 183 K から 223 K へと上昇させたが、upper shelf から middle shelf への遷移温度 T_{UM} には影響せず、300 K 近辺のままであった。
2. 分率で 38%の MA を含む鋼板では、吸収エネルギーの遷移は upper shelf から lower shelf への一段階となり、middle shelf は確認できなかった。その遷移温度は 385 K であり、他の 0 ~14%の MA を含む鋼板に比べ、非常に高い温度で延性脆性遷移が起こった。
3. MA を構成するマルテンサイトと残留オーステナイトとでは、延性脆性遷移挙動に与える影響が異なる。少量 (1%) のマルテンサイトは、 T_{ML} を上昇させる。多量 (35%) のマルテンサイトは、延性脆性遷移挙動を二段階から一段階へと変え、遷移温度も大きく上昇さ

せる。一方、残留オーステナイトは、1%未満から 10%まで上昇しても、遷移挙動へは全く影響しなかった。

4. 二段階延性脆性遷移の破壊発生モデルにおいて、パーライトよりも破壊しやすいマルテンサイトが硬質組織になることで、軟質組織の降伏応力と硬質組織の破壊応力の交点である T_{ML} は上昇する。同時に、マルテンサイトはパーライトよりも降伏応力が低いため、硬質組織の降伏応力と破壊応力との交点である T_{UM} は、パーライトからマルテンサイトに硬質組織が変わっても、大きく変動しない。
5. 14%の MA を含み、lower shelf で破壊した試験片の二次き裂を観察し、フェライト粒界で止まったへき開き裂の先端から、隣接するフェライト粒内に、局所的に大きな結晶方位差を生むすべり帯が形成された。middle shelf では、このすべり帯が、更に発展し、すべり面分離機構によって、破壊が伝播すると推定される。
6. middle shelf における破壊伝播のモデルは、フェライト粒界でへき開き裂が止められることを必要条件とする。MA の分率が大きく、網目状組織となって、フェライト粒界が存在しない場合、へき開き裂の伝播を妨げることができないため、へき開き裂の発生のみが、へき開き破壊の必要条件となる。このため、破壊モードの遷移は、硬質組織の破壊応力と降伏応力との交点となる温度のみで起こり、延性脆性遷移は middle shelf を伴わない一段階となる。

参考文献（5章）

1. 落合庄治郎：材料組織学，朝倉書店，1991，161
2. 上路林太郎，国重和俊，渡邊育夢：鉄鋼材料の加工硬化特性への新たな要求と基礎研究：加工硬化研究の最前線，日本鉄鋼協会材料の組織と特性部会加工硬化特性と組織研究会編，日本鉄鋼協会，2011，205
3. 小松原望，国重和俊，牛田剛，梅本実：変形特性の予測と制御，日本鉄鋼協会特基研究会変形特性の予測と制御部会，日本鉄鋼協会，1994，294
4. 梅本実，牛田剛：変形特性の予測と制御，日本鉄鋼協会特基研究会変形特性の予測と制御部会，日本鉄鋼協会，1994，305
5. 川田裕之：計算工学による組織と特性予測技術の最前線：計算工学による組織と特性予測技

術研究会最終報告書, 日本鉄鋼協会組織と特性部会計算工学による組織と特性予測技術研究会編, 日本鉄鋼協会, 2010, 229

6. J.M. Hyzak and I.M. Bernstein : Metall. Trans. A, 7A, 1976, 1217
7. E.C. Bain and H.W. Paxton : Alloying elements in steel, 2nd Ed., ASM, 1961, 37
8. G. Krauss : Mater. Sci. Engng., A273-275, 1999, 40
9. 梅本実 : 鉄と鋼, 81, 1995, 157
10. 川田裕之 : 鉄鋼材料の加工硬化特性への新たな要求と基礎研究 : 加工硬化研究の最前線, 日本鉄鋼協会材料の組織と特性部会加工硬化特性と組織研究会編, 日本鉄鋼協会, 2011, 227
11. T. Gréday, H. Mathy and P. Messien : Structure and Properties of Dual-Phase Steels
Proc. TMS-AIME Heat Treatment Committee at the Annual Meeting in New Orleans,
La., 1979, 26
12. Y. Sakuma, O. Matsuoka, and H. Takechi : Metall. Trans. A, 22A, 1991, 489
13. F. Matsuda, Y. Fukada, H. Okada, C. Shiga, K. Ikeuchi, Y. Horii, T. Shiwaku, and S. Suzuki : Welding in the World, 37, 1996, 134
14. A. Lambert, J. Drillet, A.F. Gourgues, T. Sturel, and A. Pineau : Sci. Tech. Weld. Join., 5,
2000, 168
15. L. Lan, C. Qiu, D. Zhao, X. Gao, and L. Du : Mater. Sci. Engng. A, 529, 2011, 192
16. J.H. Chen, Y. Kikuta, T. Araki, M. Yoneda, and Y. Matsuda : Acta Metall., 32, 1984, 1779
17. C.L. Davis and J.E. King : Metall. Mater. Trans. A, 25A, 1994, 563
18. A. Lambert-Perlade, A.F. Gourgues, J. Besson, T. Sturel and A. Pineau : Metal. Mater.
Trans. A, 35A, 2004, 1039
19. P. Mohseni, J.K. Solberg, M. Karlsen, O.M. Akselsen, and E. Østby : Mater. Metal. Trans. A,
45A, 2014, 384
20. 井川博, 大重広明, 田上豊明 : 溶接学会誌, 49, 1980, 532
21. O.M. Akselsen, J.K. Solberg, and Ø. Grong : Scand. J. Metall., 17, 1988, 194
22. S. Jin, S.K. Hwang, and J.W. Morris Jr. : Met. Trans. A : 6A, 1975, 1721
23. 安野拓也, 栗林一彦, 堀内良, 大塚正久 : 鉄と鋼, 78, 1992, 1824
24. V.T.T. Miihkinen and D.V. Edmonds : Mater. Sci. Technol., 3, 1987, 441
25. K.J. Kim and L.H. Schwartz : Mat. Sci. Engng., 33, 1978, 5
26. R. Ruhl and M. Cohen : Trans. TMS-AIME, 245, 1969, 241

27. Y. Ohmori, H. Ohtani, and T. Kunitake : *Trans. ISIJ*, 11, 1971, 250
28. T. Furuhashi, H. Kawata, S. Morito, and T. Maki : *Mater. Sci. Engng. A*, A431, 2006, 228
29. Y. Xia, G. Miyamoto, Z.G. Yang, C. Zhang, T. Furuhashi : *Acta Mater.*, 91, 2015, 10
30. D.V. Wilson and B. Russell : *Acta Metall.*, 8, 1960, 36
31. T. Waterschoot, A.K. De, S. Vandeputte, and B.C. De Cooman : *Metal. Mater. Trans. A*, 34A, 2003, 781
32. P.B. Hirsh, and S.G. Roberts : *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A*, 355, 1997, 1991
33. 東田賢二, 田中將己 : *鉄と鋼*, 97, 2011, 195
34. S.W. Thompson : *Mater. Sci. Engng. A*, 711, 2018, 424
35. G. Lacroix, T. Pardoen, and P.J. Jacques : *Acta Mater.*, 56, 2008, 3900
36. P. Mohseni, J.K. Solberg, M. Karlsen, O.M. Akselsen, and E. Østby : *Mater. Sci. Technol.*, 28, 2012, 1261
37. P. Mohseni, J.K. Solberg, M. Karlsen, O.M. Akselsen, and E. Østby : *Metall. Mater. Trans. A*, 45A, 2014, 384
38. 田川哲哉, 高山直樹, 今村駿吾, 伊木聡 : *鉄と鋼*, 102, 2016, 295
39. S. Takaki, K.-L. Ngo-Huynh, N. Nakada, and T. Tsuchiyama : *ISIJ Int.*, 52, 2012, 710
40. S. Allain, O. Bouaziz, and M. Takahashi : *ISIJ Int.*, 52, 2012, 717
41. 加藤雅治, 熊井真治, 尾中晋 : *材料強度学*, 朝倉書店, 1999, 74
42. J. Nohava, P. Haušild, M. Kaelik, and P. Bompard : *Mater. Charact.*, 49, 2003, 211
43. J. Genée, L. Signor, and P. Villechaise : *Mater. Sci. Engng. A*, 701, 2017, 24
44. Y. Tomota and S. Endo : *ISIJ Int.*, 30, 1990, 656
45. 小島真由美, 足立吉隆, 友田陽, 池田圭太, 片田康行 : *日本金属学会誌*, 73, 2009, 283
46. Y. Tomota, Y. Xia, and K. Inoue : *Acta Mater.*, 46, 1998, 1577
47. Y. Tomota, J. Nakano, Y. Xia, and K. Inoue : *Acta Mater.*, 46, 1998, 3099
48. X.-L. Cai, J. Feng, and W.S. Owen : *Metall. Trans. A*, 16A, 1985, 1405
49. Z.F. Zhang, Z.G. Wang : *Prog. Mater. Sci.*, 53, 2008, 1025
50. G. Miyamoto, Y. Karube, and T. Furuhashi : *Acta Mater.*, 103, 2016, 370
51. T. Yamashita, N. Koga, and O. Umezawa : *Mater. Trans. JIM*, 59, 2018, 712
52. A. L- Perlade, A.F. Gougues, J. Besson, T. Sturel, and A. Pineau : *Metall. Mater. Trans. A*, 35A, 2004, 1039

53. J.W. Morris Jr., C. Kinney, K. Pytlewski, and Y. Adachi : *Sci. Technol. Adv. Mater.*, 14, 2013, 014208
54. Z.J. Xie, S.F. Yuan, W.H. Zhou, J.R. Yang, H. Guo, and C.J. Shang : *Mater. Des.*, 59, 2014, 193
55. Z. Xie, C. Shang, W. Zhou, and B. Wu : *Acta Mater. Sinica*, 52, 2016, 224

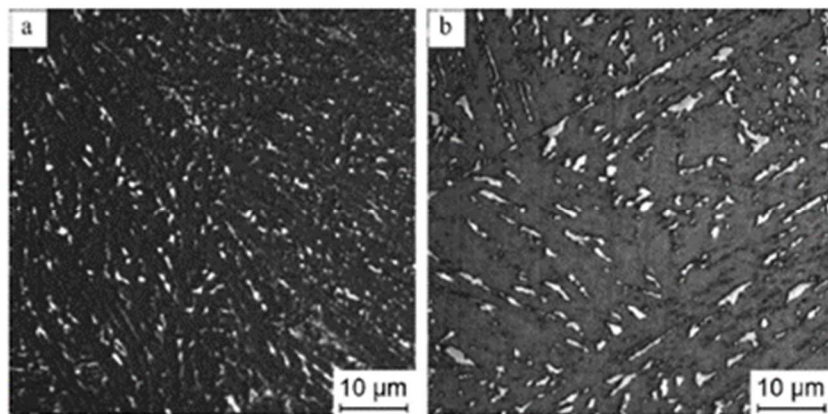


Fig. 5.1 高強度低合金鋼（HSLA 鋼）の溶接熱影響部再現材における MA を含むマイクロ組織[15]
 白 : MA、黒 : ペイニティックフェライト、(a)(b)は熱処理の冷却速度が異なるサンプルを表す。

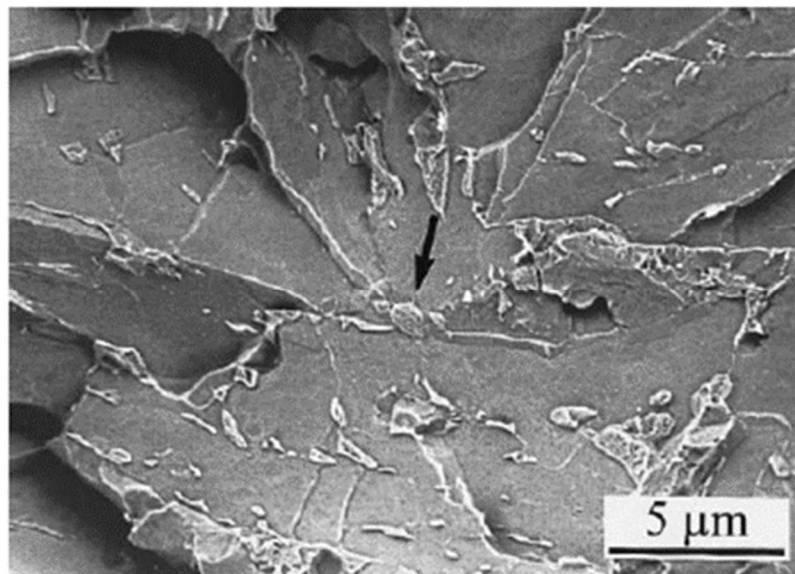


Fig. 5.2 腐食した破面におけるへき開き裂の起点となった MA の観察例[14]

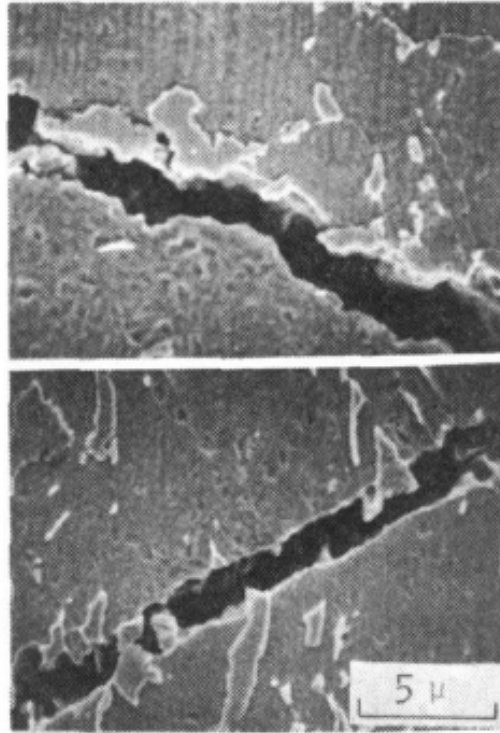


Fig. 5.3 MAに沿って進展した二次き裂の観察例 [20]

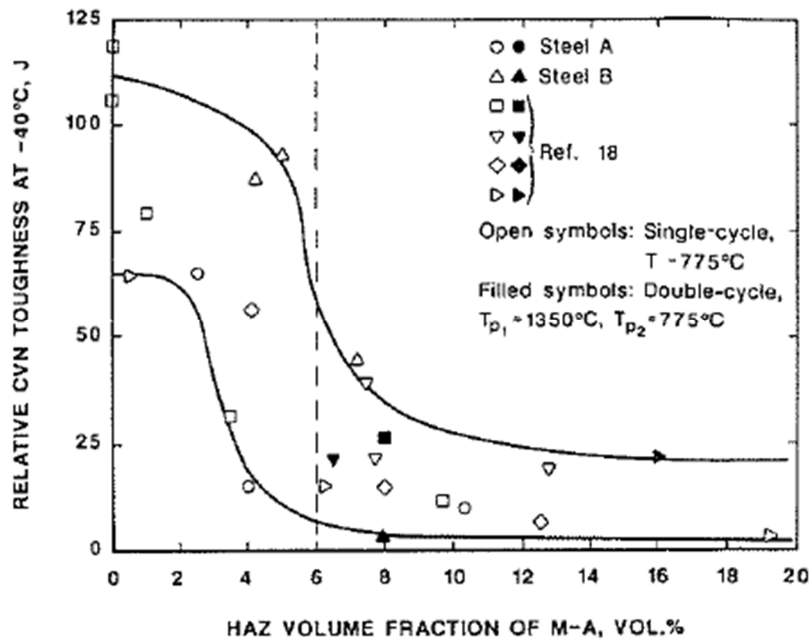


Fig. 5.4 溶接熱影響再現試験材におけるMA分率と-40°Cでのシャルピー衝撃吸収エネルギーとの関係[21]

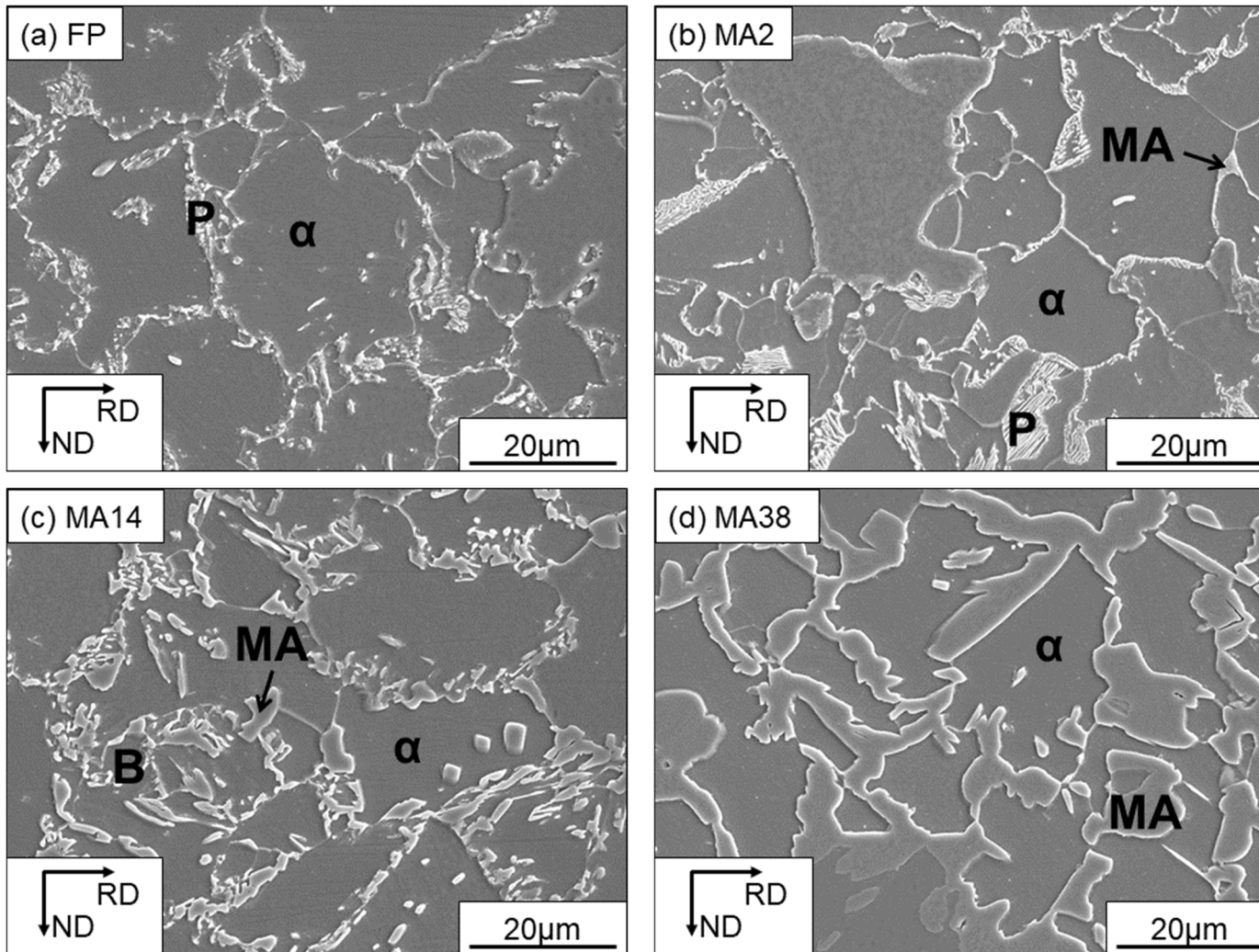


Fig. 5.5 供試材の二次電子像 (α : フェライト、P : パーライト、B : ベイナイト、MA : martensite-austenite constituent)

Table 5.1 供試材のマイクロ組織

Steel	Components	Volume fraction (%)				Ferrite	Austenite (XRD)	
		α	P	B	MA	$d_{\alpha}(\mu\text{m})$	$V_{\gamma}(\%)$	$C_{\gamma}(\text{wt}\%)$
FP	α +P	85	15	0	0	14	-	-
MA2	α +P+MA	81	17	0	2	13	0.6	1.31
MA14	α +B+MA	80	0	6	14	14	10.2	1.29
MA38	α +MA	62	0	0	38	12	2.5	0.86

α : フェライト、P : パーライト、B : ベイナイト、MA : martensite austenite constituent

d_{α} : 平均フェライト粒径、 V_{γ} : オーステナイト分率、 C_{γ} : オーステナイト中の固溶炭素量

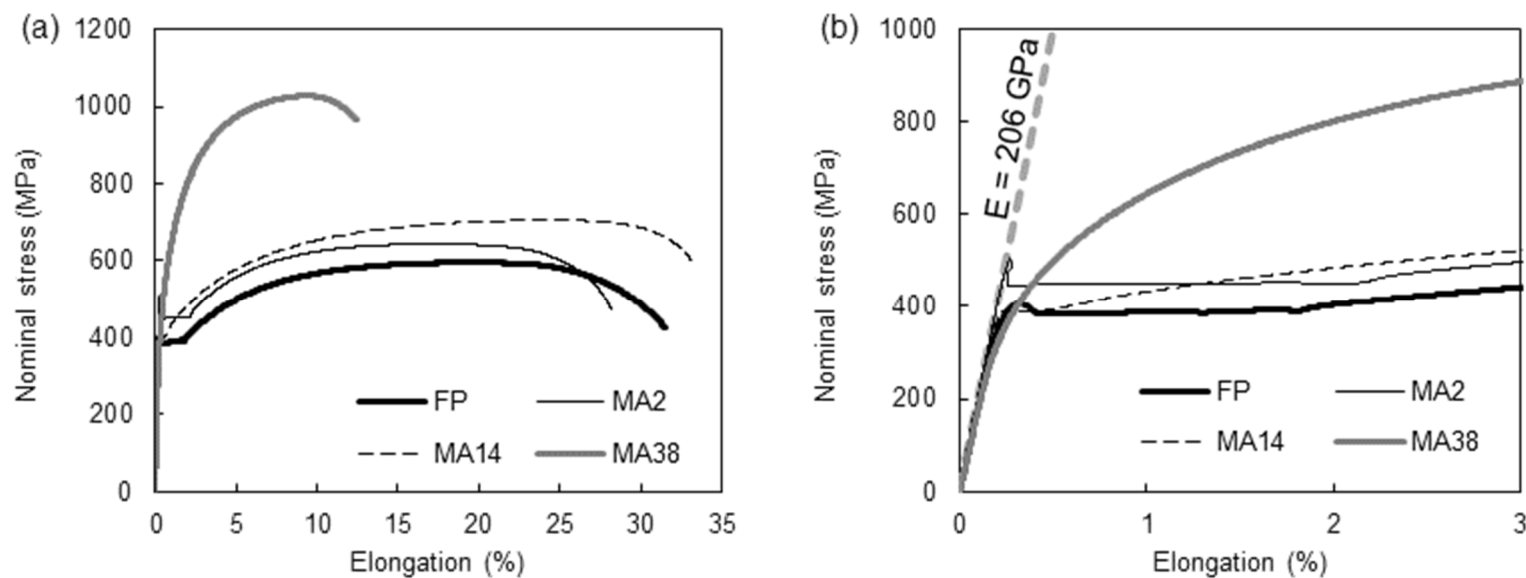


Fig. 5.6 供試材の公称応力-公称ひずみ曲線 (a)破断まで、(b)降伏近傍 (E : ヤング率)

Table 5.2 供試材の引張特性

Steel	UYP (MPa)	$\sigma_{0.2\%}$ (MPa)	TS (MPa)	EI (%)
FP	405	385	595	31
MA2	506	448	643	30
MA14	393	389	705	34
MA38	(220)	476	1014	11

※MA38のみ roudhouse 型の降伏を示すため、UYP に替えて弾性限を評価した。

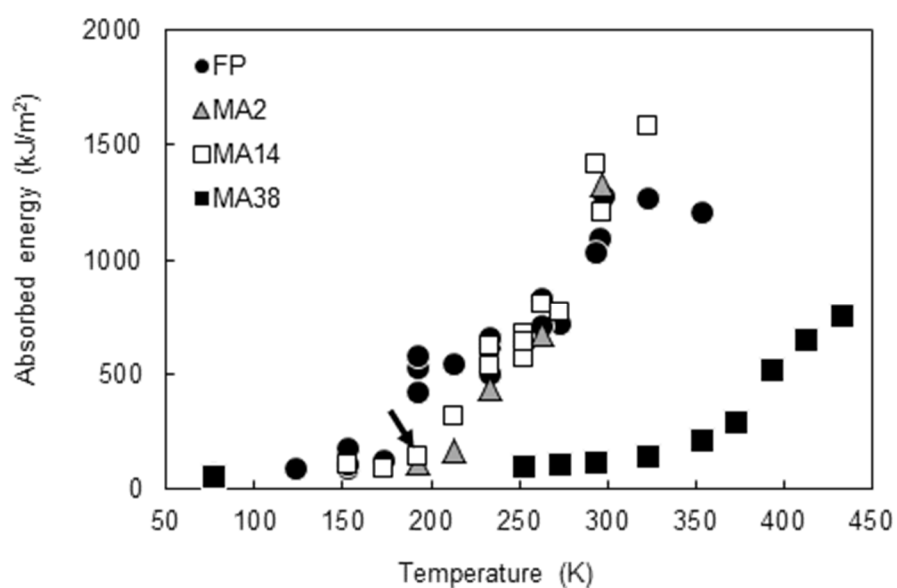


Fig. 5.7 供試材における CVN 吸収エネルギーの遷移挙動
(Fig. 5.14 で二次き裂を観察した MA14 材の試験片を矢印で示す。)

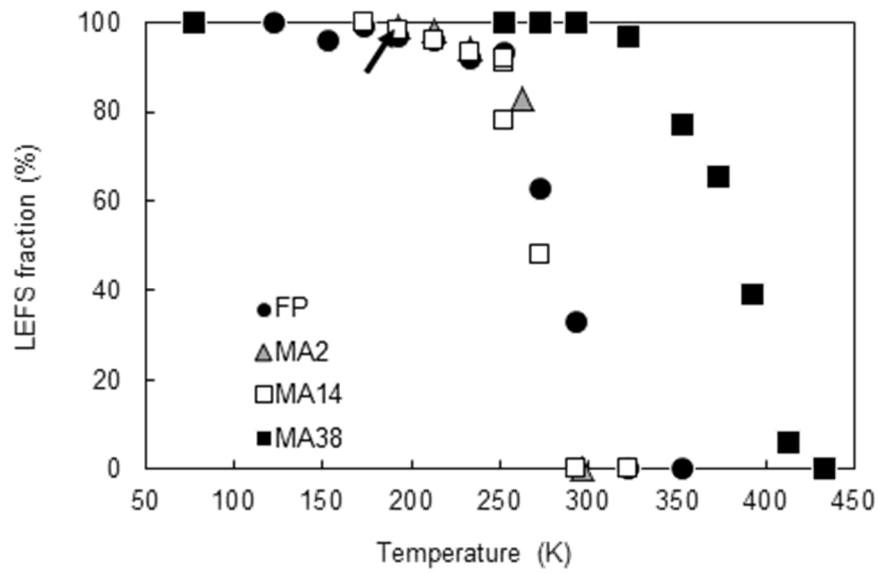


Fig. 5.8 供試材における LEFS 破面率の遷移挙動

(Fig. 5.14 で二次き裂を観察した MA14 材の試験片を矢印で示す。)

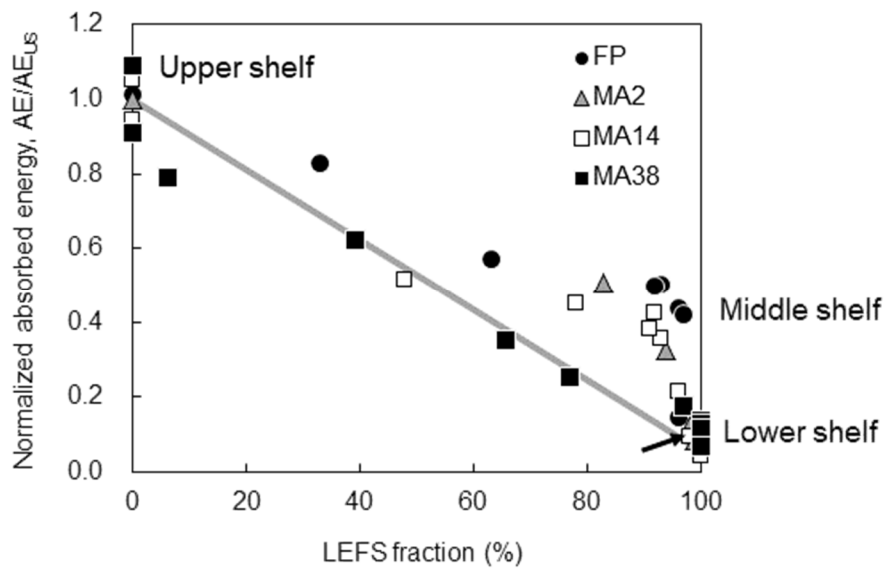


Fig. 5.9 供試材における吸収エネルギーと LEFS 破面率との関係

(Fig. 5.14 で二次き裂を観察した MA14 材の試験片を矢印で示す。)

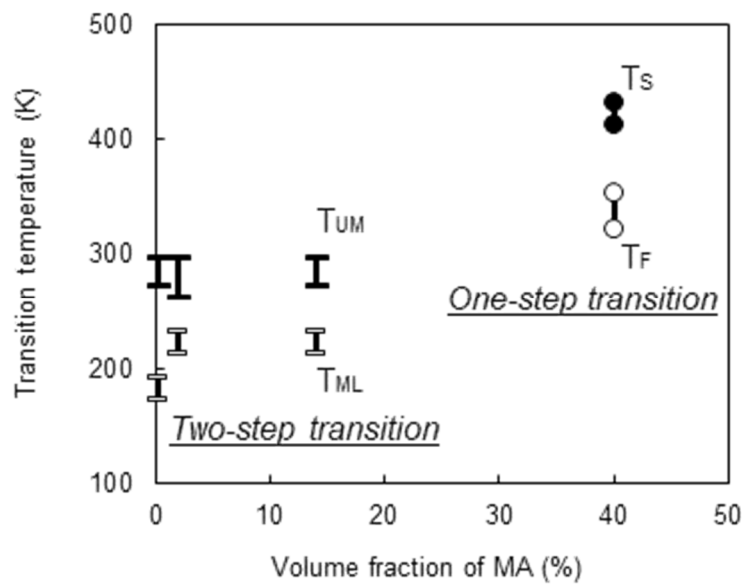


Fig. 5.10 延性脆性遷移温度と MA 分率の関係

T_{UM} , T_{ML} : 二段階延性脆性遷移における第一遷移温度および第二遷移温度

T_S , T_F : 通常の一段階の延性脆性遷移における遷移開始温度および完了温度

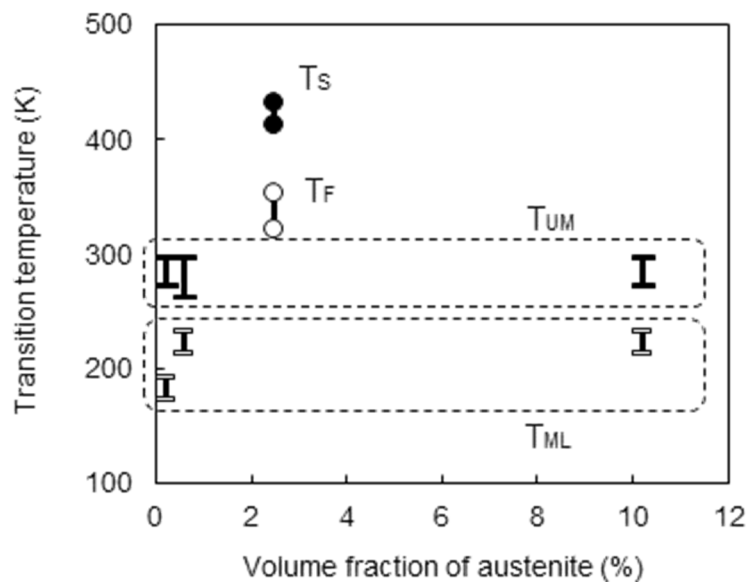


Fig. 5.11 延性脆性遷移温度と残留オーステナイト分率の関係

T_{UM} , T_{ML} : 二段階延性脆性遷移における第一遷移温度および第二遷移温度

T_S , T_F : 通常の一段階の延性脆性遷移における遷移開始温度および完了温度

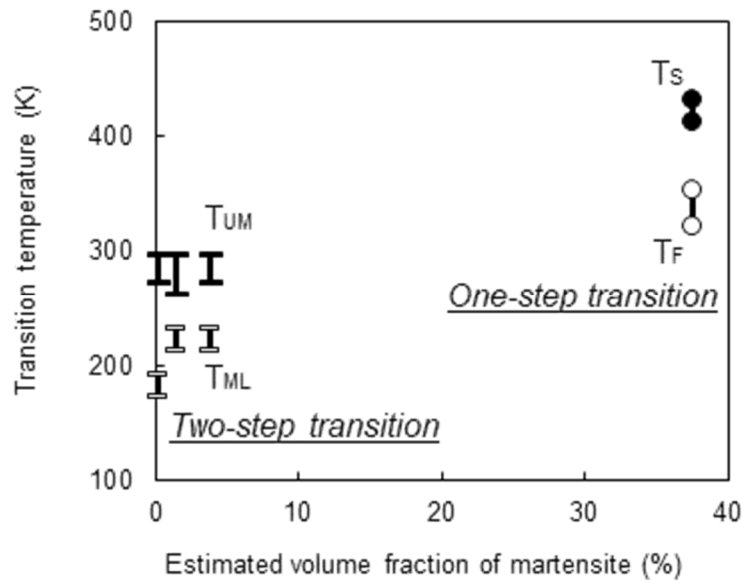


Fig. 5.12 延性脆性遷移温度とマルテンサイトの推定分率の関係

T_{UM} , T_{ML} : 二段階延性脆性遷移における第一遷移温度および第二遷移温度

T_S , T_F : 通常の一段階の延性脆性遷移における遷移開始温度および完了温度

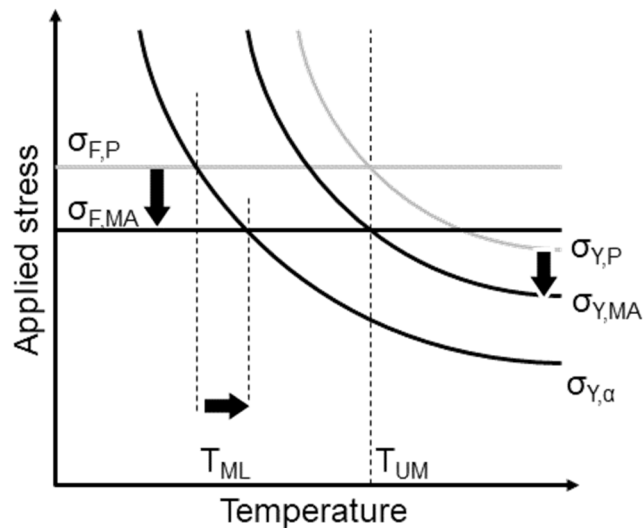


Fig. 5.13 二段階延性脆性遷移の破壊発生モデルにおける硬質組織の特性による遷移温度への影響

$\sigma_{Y,\alpha}$ 、 $\sigma_{Y,P}$ 、 $\sigma_{Y,MA}$: フェライト、パーライト、およびMAにおける降伏応力

$\sigma_{F,P}$ 、 $\sigma_{F,MA}$: パーライトおよびMAにおけるへき開破壊応力

T_{UM} 、 T_{ML} : 二段階延性脆性遷移における第一および第二遷移温度

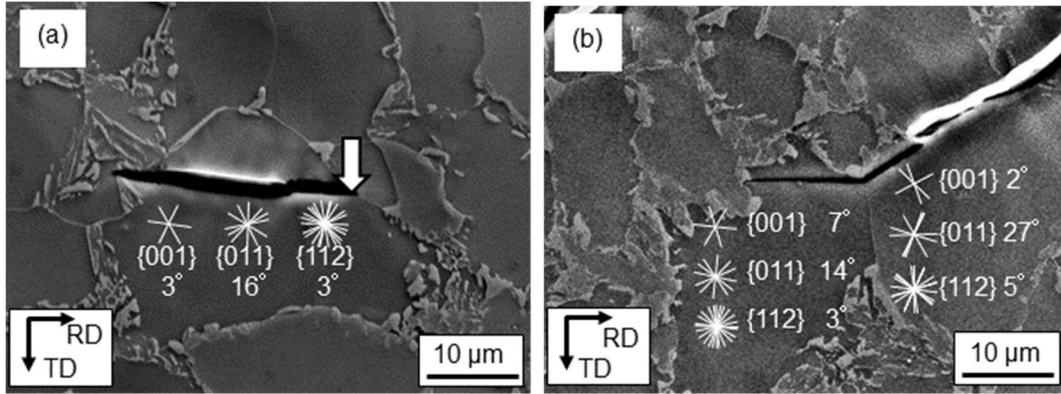


Fig. 5.14 193 K (lower shelf) で破壊した MA14 材の二次き裂の観察例

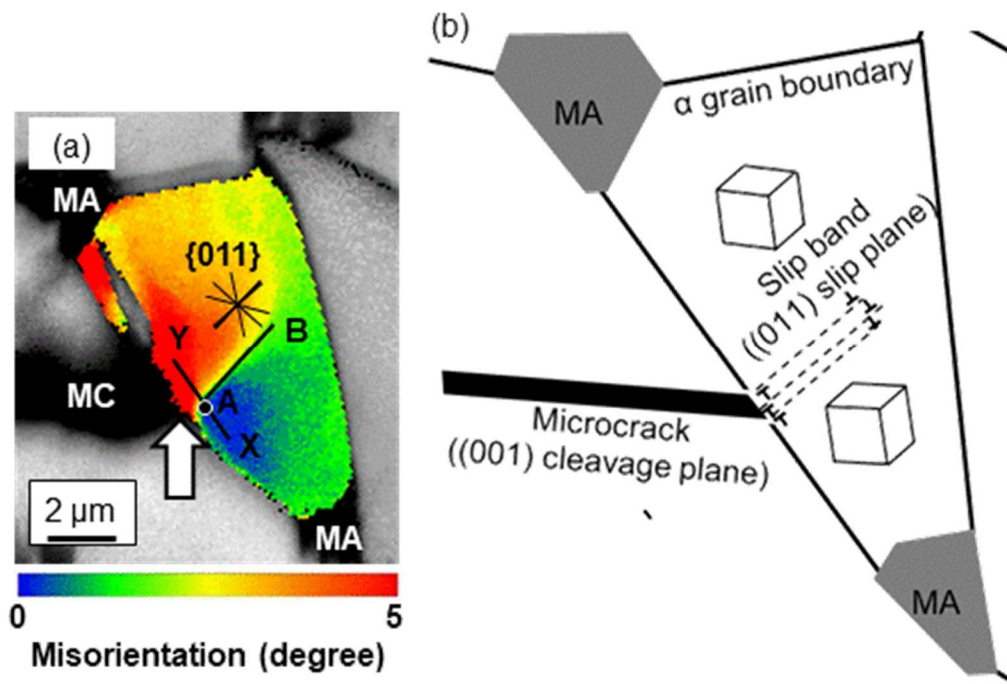


Fig. 5.15 二次き裂に隣接したフェライト粒の結晶方位解析結果

(a) IQ および点 A を基準点とする結晶方位差マップ

(b) (a)に示すフェライト粒の模式図

(c) (a)中の点 A, X, Y におけるフェライトの(011)局点図

(d) (a)中の直線 AB、XY における方位変動 (point-to-origin)

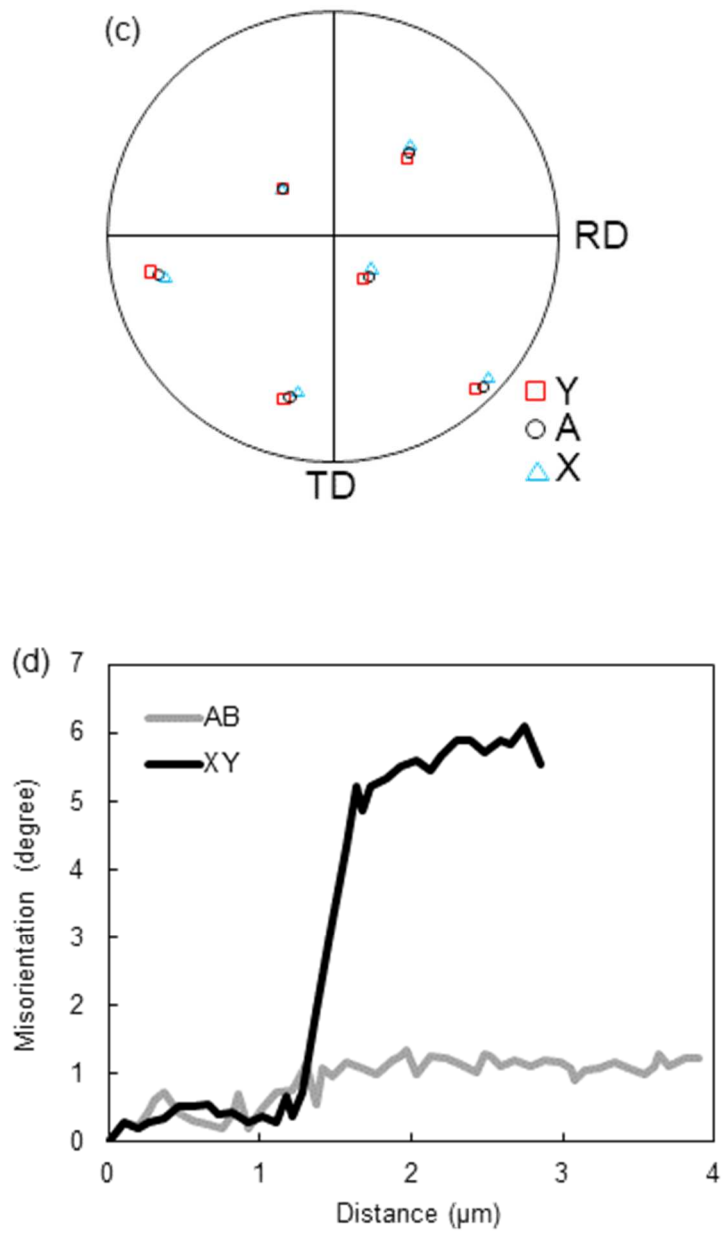


Fig. 5.15 (続き) 二次き裂に隣接したフェライト粒の結晶方位解析結果

(a) IQ および点 A を基準点とする結晶方位差マップ

(b) (a)に示すフェライト粒の模式図

(c) (a)中の点 A, X, Y におけるフェライトの(011)局点図

(d) (a)中の直線 AB、XY における方位変動 (point-to-origin)

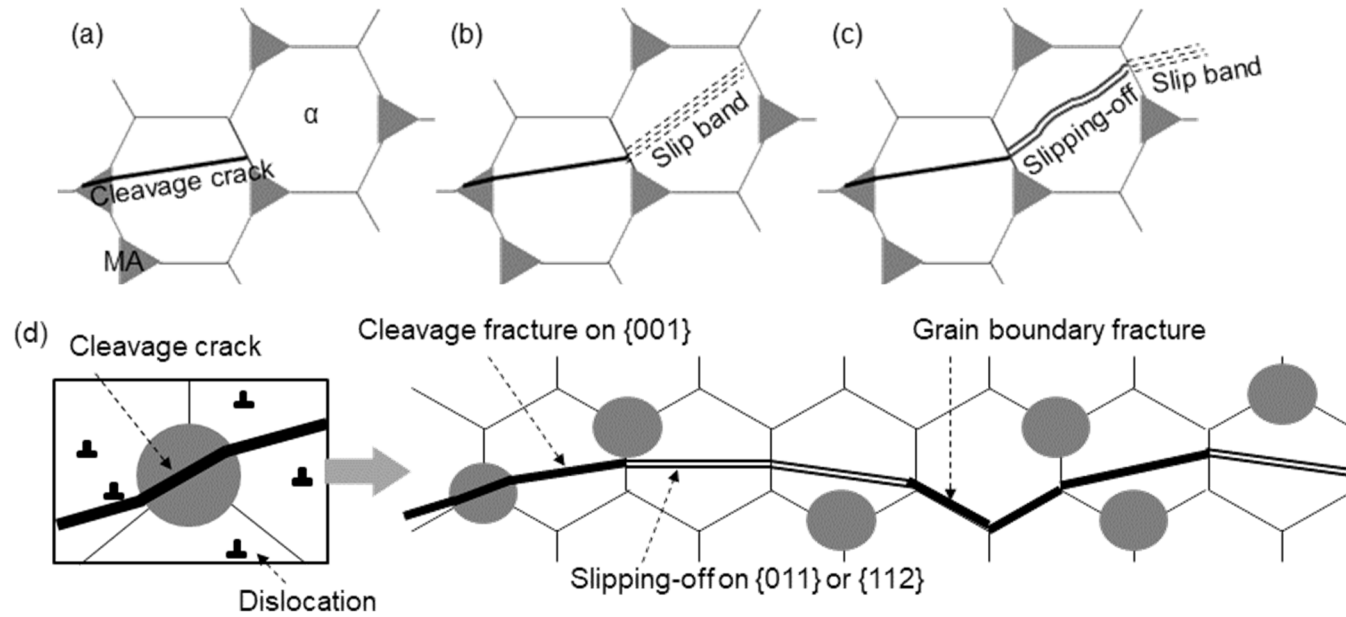


Fig. 5.16 二段階延性脆性遷移におけるき裂の発生から伝播までの挙動 (MA が少ない場合)

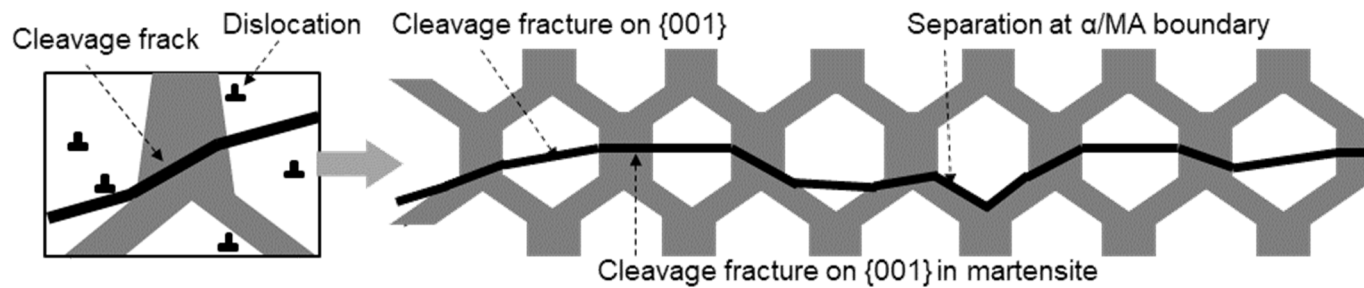


Fig. 5.17 MA が多い場合の発生したき裂の伝播経路

第6章 総括

6.1. 複合組織鋼における二段階延性脆性遷移

本研究では、サブサイズ CVN 試験片を用いたシャルピー衝撃試験を行い、高強度の複合組織鋼板の低温脆化挙動、特に、吸収エネルギーが二段階で低下する二段階延性脆性遷移挙動について、その現象の詳細と、マイクロ組織が与える影響について明らかにした。

2～5章において得られた結果は、それぞれ以下の通りである。

第2章では、フェライト+パーライト組織における延性脆性遷移挙動を調べた。吸収エネルギーの遷移曲線には、upper shelfおよびlower shelfと異なる中位の吸収エネルギーを安定して示す、middle shelfが upper shelf と lower shelf の間の温度域で現れた。middle shelfにおける破面は、lower shelfにおける破面と相似の、ディンプルを含まない平坦な破面であった。しかし、その破面直下のマイクロ組織は塑性変形を受けており、ほとんど塑性変形を伴わない lower shelfでの破壊とは明瞭に異なっていた。

第3章では、第2章で評価したうち、middle shelfおよびlower shelfにて破壊した試験片について、EBSD 法による結晶方位解析によって破面および二次き裂のトレースの面方位を同定し、破壊の伝播経路の変化を調べた。lower shelfにて破壊した試験片では、伝播経路の8割がフェライト粒内、2割がフェライト粒界であり、更に、フェライト粒内における伝播の8割は、bccのへき開面である、{001}面に沿って起こっていた。一方、middle shelfでは伝播経路の6割がフェライト粒内、4割がフェライト粒界であり、更に、フェライト粒内における伝播の6割は、bccのすべり面である、{011}または{112}面に沿って起こっていた。

第4章では、延性脆性遷移挙動に対する硬質組織分率の効果を評価するため、フェライト単相から21%までパーライトの体積分率を段階的に増やしたフェライト+パーライト組織を評価した。フェライト単相では、各試験片の吸収エネルギーはupper shelfまたはlower shelfのいずれかに相当し、中間の吸収エネルギーを示す試験片はほとんど得られなかった。パーライト分率が2, 3%である供試材では、upper shelfとlower shelfとの間にある吸収エネルギーを示す試験片が得られるようになった。特にパーライト分率が3%の供試材では、吸収エネルギーと破面率が温度低下に伴って連続して変化する遷移“曲線”が得られた。パーライト分率が7, 16, 21%の供試材においても、吸収エネルギーと破面率の遷移曲線が得られた。吸収エネルギーと破面率の関係を見ると、破面のほとんどがディンプルを有さない平坦な破面でありながら、吸収エネルギーがupper shelfとlower shelfに対して中位に安定する、middle shelfに相当する温度域が明瞭に認められた。この結果、パーライト

分率の上昇に伴って、延性脆性遷移挙動は、upper shelf から lower shelf への直接遷移、upper shelf から lower shelf への連続遷移（一般的な遷移曲線）、そして、二段階延性脆性遷移へと、3種類の延性脆性遷移挙動を遷移していくことが分かった。

第5章では、延性脆性遷移挙動に対する硬質組織特性の効果を評価するため、フェライト+パーライト組織のパーライトを MA に置き換え、延性脆性遷移挙動の変化を調べた。MA 分率が 2%および 14%の供試材は二段階延性脆性遷移を示し、MA を含まないフェライト+パーライト組織に対し、middle shelf から lower shelf への遷移温度は上昇したが、upper shelf から middle shelf への遷移温度には変化が見られなかった。一方、MA 分率が 38%の供試材では、延性脆性遷移挙動が通常の一段階の遷移へと変化し、また、遷移温度は大きく上昇した。

本章では、これらの結果と各章における考察を基に、従来知見との比較および考察を加え、Table 1.5 に示す二段階延性脆性遷移についての疑問点に対する検証を行う。そして、それらの結果と学術的および工学的意義から、本研究における結論を導く。

6.2. 二段階延性脆性遷移の検証

本研究では、Appendix 3 に示した様々な複合組織鋼における吸収エネルギー遷移曲線が、吸収エネルギーが二段階で低下する現象に着目した。Fig. 2.5、Fig. 5.7 に示す通り、いくつかの複合組織鋼では同様の遷移曲線が得られた。しかし、Fig. 4.18 に示すように、同様の複合組織鋼であっても、一見して二段階で遷移しているようには見がたい吸収エネルギーの変化も認められた。

Fig. 6.1(a)に、一般的な延性脆性遷移挙動における吸収エネルギーと破面の遷移挙動を示す[1,2]。吸収エネルギーの遷移曲線は、高温で高い吸収エネルギーを示す upper shelf から、温度の低下に伴って吸収エネルギーが連続して低下し、非常に低い吸収エネルギーを示す lower shelf へ至る。upper shelf では、破面はディンプルに覆われた MVCFS[3,4]だが、吸収エネルギーの低下と同時に、破面の一部が平坦な LEFS となり、lower shelf では破面全面がへき開破壊および/または粒界破壊によって形成された LEFS となる[4]。ここで、吸収エネルギーと破面に占める LEFS の割合 (LEFS 破面率) は対応しており、Fig. 6.2(b)に示すように、upper shelf である(1)から lower shelf である(2)を結ぶ直線を描く[5,6]。

本研究で認められた二段階延性脆性遷移は、吸収エネルギーと破面の遷移挙動とその関係が、一般的な延性脆性遷移 (Fig. 6.1) とは明瞭に異なる。Fig. 6.2(a)に、二段階延性脆性遷移における吸収エネルギーと破面の遷移挙動を示す。吸収エネルギーは、upper shelf から温度低下に伴って低下す

るが、途中で中位のエネルギーで一度安定する middle shelf を示し、更に温度が下がると再び急落して、低位の lower shelf へと至る。一方、LEFS 破面率は、吸収エネルギーが US から低下し始めるのと同時に上昇し始め、middle shelf に到達した時点ですでに破面のほぼすべてが LEFS に覆われる。そのため、吸収エネルギーが middle shelf に到達し、再び低下して、lower shelf に至るまでの間、破面には大きな変化は認められない。

二段階延性脆性遷移における吸収エネルギーと破面率の関係 (Fig. 6.2 (b)) にこの現象の特徴が表れる。upper shelf である(1)から、破面率の上昇とともに吸収エネルギーが低下するが、灰色線で示す一般的な延性脆性遷移に比べて、その低下幅は小さい。破面がほぼ LEFS に覆われた時点で、中位の吸収エネルギーの middle shelf に対応する(2)に到達する。さらに温度が下がると、(3)しばらくそこに停留した後、(4)で示す lower shelf へと遷移する。二段階延性脆性遷移のこの遷移挙動は、一般的な延性脆性遷移とは明瞭に異なる。Fig. 4.18 に示した吸収エネルギーの遷移挙動は二段階延性脆性遷移とは判断しがたいが、それと破面との関係 (Fig. 4.22) は、明らかに二段階延性脆性遷移の特徴 (Fig. 6.2(b)) を呈している。

Table 6.1 に 2, 3 章でまとめた二段階延性脆性遷移の各段階、すなわち、upper shelf、middle shelf、lower shelf における破壊の特徴をまとめる。二段階延性脆性遷移の特徴は、吸収エネルギーの遷移が upper shelf から middle shelf、middle shelf から lower shelf への二段階で遷移することである。そして、middle shelf での破壊の特徴は、吸収エネルギーが中位でありながら、破面は平坦な LEFS にほぼ覆われることにある。吸収エネルギーと LEFS 破面率の関係を図示することは、この特徴を明瞭に示す有効な手段であり、upper shelf からの吸収エネルギーの低下が低位の lower shelf に向かう一般的な延性脆性遷移であるか、それとも中位の middle shelf に向かう二段階延性脆性遷移であるか、判断できる。

そして、middle shelf と lower shelf において、破壊の最終過程を反映する破面[7]と、破壊の前駆現象から破壊完了までの一連の挙動を代表する吸収エネルギー[8]との関係が明確に異なることは、両者における破壊機構が異なることを示す[9]。実際、両者の破面直下のマイクロ組織の結晶方位解析の結果、middle shelf では破壊の前に大きく塑性変形を起こす擬へき開破壊[3]が起こり、lower shelf では塑性変形をほとんど伴わないへき開破壊[4]が起こっていることが分かった。

本研究では二段階延性脆性遷移は 2, 4, 5 章および Appendix 3 に示したように、様々な複合組織を有する高強度薄鋼板のシャルピー衝撃試験において観察された。1963 年発行の「The brittleness of steel」(M. Szczepeński 著) [10]では、Fig. 6.3 に引用して示す通り、衝撃試験 (notched-bar impact testing) における吸収エネルギーの遷移曲線の代表的な 3 つの形態の一つとして、吸収エネルギーが中位で

一旦安定し、明瞭な二段階での遷移を起こす曲線（図中 C）を示している。また、1951 年の Harris ら[11]の検討を確認すると、Fig. 1.34 に示した結果を始めとして、吸収エネルギーが明瞭に二段階で遷移する事例が炭素鋼（フェライト+パーライト）において複数得られていることが分かる。しかしながら、1970 年代以降では、鉄鋼材料のシャルピー衝撃試験における二段階延性脆性遷移の検討は、第 1 章で述べた Sirithanakom ら[12,13]によるパーライト鋼（フェライト+セメンタイト）における研究以外には見当たらない。

一方で、Fig. 1.35 に示した二相ステンレス鋼（フェライト+オーステナイト）における結果[14]のように、吸収エネルギーが二段階で遷移していると判断できる事例が散見される。Wang ら[15]は 4 種の焼戻マルテンサイト（フェライト+セメンタイト）におけるシャルピー衝撃試験の結果として、Fig. 6.4 に示す吸収エネルギーの遷移曲線と、破面の 50%が平坦な LEFS となる温度、FATT とを示している。このデータを読み取り、エネルギー遷移曲線を供試材ごとに分け、更に、それぞれの FATT を付記して、Fig. 6.5 に示す。(a)および(b)に示したエネルギー遷移曲線は明瞭に二段階遷移挙動を示している。更に、破面の遷移は 2 つの遷移の高温側で起きており、Table 6.1 に示した二段階延性脆性遷移の言葉を用いれば、upper shelf から middle shelf への遷移域の中間温度が FATT に対応している。(c)のエネルギー遷移曲線は二段階には見えないが、FATT と対応する吸収エネルギーは upper shelf と lower shelf の平均よりも遥かに大きく、破面と吸収エネルギーの関係は、Fig. 6.2 に示した二段階延性脆性遷移に近いと推定できる。

他にも、Fig. 6.6[16]に示すように、二段階で吸収エネルギーが遷移しているように見える事例は多々あるが[17-22]、残念ながら、破面と吸収エネルギーとの関係を議論できるデータが揃っている文献は少なく、二段階延性脆性遷移の可否を判断できる事例はほとんど無い。

二段階延性脆性遷移が見られた、Sirithanakom ら[12,13]、Harris ら[11]、Wang ら[15]の研究、そして本研究は、供試材のマイクロ組織も、シャルピー衝撃試験の条件も様々であり、二段階延性脆性遷移が決して局所的に起こる事象ではないことは明らかである。更に、Wang ら[15]のように、報告者が認知していないものの二段階延性脆性遷移と判断できる場合や、吸収エネルギーの二段階遷移は典型的な挙動とする認識、そして、二段階遷移すると判断できるエネルギー遷移曲線が広く認められること、以上を根拠として、二段階延性脆性遷移は一般的な事象であると判断できる。

以上より、Table 1.5 に提示した疑問点のうち、A1 および A2 について、以下のように解を導く。

A1：再現性、判定基準（本当に二段階で遷移するのか？試験結果のばらつきではないのか？）

吸収エネルギーの二段階での遷移は起こりうる。middle shelf の破面は平坦な LEFS で、lower shelf の破面と区別しがたいが、破面と吸収エネルギーの関係 (Fig. 6.2) を整理することによって、middle shelf では upper shelf および lower shelf とは全く異なる破壊が起きていると判断できる。また、破面直下の組織から大きな塑性変形の有無を測定することによっても判断できる。

A2 : 普遍性 (一般的な事象か?)

一般的な事象である。本研究において、様々な複合組織鋼において発現している。また、他の研究者による、異なる材料、試験条件における確認事例も複数ある。更に、シャルピー試験における吸収エネルギーの二段階遷移が典型的な事象の一つとして挙げられた例もある。

二段階延性脆性遷移の発現は、Fig. 6.2 の吸収エネルギーと破面との関係から確認することができる。また、吸収エネルギーの遷移が一段階に見えても、lower shelf での吸収エネルギーが大きい曲線では、実際には二段階延性脆性遷移が発現している可能性がある。本研究において評価したすべての供試材において、lower shelf における吸収エネルギーは約 100 kJ/m² 以下であった。同じく α 鉄を主体とする材料 (フェライト、パーライト、ベイナイト、マルテンサイト、焼戻マルテンサイト、並びに、これらを主体とする複合組織) で、破壊の主たるモードが同様にへき開破壊であれば、期待される吸収エネルギーは同程度と推定できる。実際、様々なシャルピー試験における結果 [11,19,22-35] では、lower shelf への遷移完了後の吸収エネルギーは同等である。一方、lower shelf とされる箇所の吸収エネルギーが極端に大きい場合 [15,16,36-40] には、二段階延性脆性遷移が発現していないか、注意しつつ論ずる必要がある。

6.3. 二段階延性脆性遷移における破壊機構

二段階延性脆性遷移における、各段階での破壊の特徴の変化を理解するため、本研究では実験結果に即したいくつかの定性的なモデルを考案して、破壊の発生と伝播の機構について考察した。

Fig. 2.20 に示す Orowan の破壊発生モデル [41] を基に、複合組織鋼における破壊発生の定性モデルを考案した。Orowan のモデルは、材料の降伏応力 σ_Y とへき開破壊応力 σ_F との関係から、延性脆性遷移を説明するものである。高温では材料内部の転位は動きやすく、 σ_Y が σ_F に対して十分に小さいため、印加される応力 (applied stress) の増大に対しては、先に降伏応力に到達して塑性変形が開始する。温度の低下に伴い、転位のパイエルスポテンシャルが大きくなり、降伏応力は著しく上

昇する。一方で、へき開破壊応力の温度に伴う変化は小さいため、温度が低下すると、 σ_Y が σ_F よりも大きくなる。こうなると、印加される応力の増大に対して、降伏応力よりも先にへき開破壊応力に到達してしまうため、塑性変形が始まる前にへき開破壊が生じる。このように、温度の低下によって、印加応力に対する材料の反応が塑性変形からへき開破壊へと遷移することが、このモデルによって説明できる。高温側は US に対応し、そこでの破壊機構はマイクロボイドの連結である。低温側は LS に対応し、そこでの破壊機構はへき開破壊である。そして、DBTT (T_D) は σ_Y が σ_F と等しくなる温度である。

同様に、軟質組織 A と硬質組織 B とからなる複合組織における破壊の発生について、定性モデル (Fig. 6.7) を考案した。また、このモデルが表す破壊の発生挙動を模式図 (Fig. 2.22) に示した。A、B はそれぞれ降伏応力 σ_{YA} 、 σ_{YB} とへき開破壊応力 σ_{FA} 、 σ_{FB} を有する。 σ_{YA} は σ_{YB} より小さく、 σ_{FA} は σ_{FB} より大きいとする。十分に高温であれば、2 つの降伏応力は、ともに、より小さいへき開破壊応力である σ_{FB} よりも小さい ($\sigma_{YA} < \sigma_{YB} < \sigma_{FB}$)。よって、印加される応力の上昇に対して、最初に軟質な A が降伏し、続いて硬質な B が降伏して組織全体の塑性変形が起こる。温度が十分に低ければ、2 つの降伏応力は、ともに、 σ_{FB} よりも大きくなる ($\sigma_{FB} < \sigma_{YA} < \sigma_{YB}$)。よって、印加される応力の上昇に対して、軟質な A、硬質な B のいずれの降伏よりも先に、B でのへき開破壊が発生する。

この 2 つの状態の中間の温度域では、 σ_{YA} は σ_{FB} より小さく、 σ_{YB} は σ_{FB} より大きくなる ($\sigma_{YA} < \sigma_{FB} < \sigma_{YB}$)。この状態で、印加される応力が上昇すると、最初に軟質な A が降伏して塑性変形を始め、更に応力が高まると、硬質な B では降伏の前にへき開破壊応力に達し、へき開破壊が発生する。この温度域は MS に対応し、塑性変形が先行して起こり、その後でへき開破壊が発生する、本研究での定義による擬へき開破壊[3]が生じる。二段階延性脆性遷移の、upper shelf から middle shelf への、高温側の第一遷移温度 T_{UM} は σ_{YB} と σ_{FB} が等しくなる温度である。そして、middle shelf から lower shelf への、低温側の第二遷移温度 T_{ML} は σ_{YA} と σ_{FB} が等しくなる温度である。

Fig. 6.7 に示したモデルは、破壊の発生を表すものである。発生したへき開破壊がマクロな破壊を引き起こすには、き裂が伝播する必要がある。第 3、5 章では、破面、二次き裂、およびその周辺の観察結果を基に、middle shelf での破壊の伝播経路およびメカニズムを検討した。塊状のフェライトを主体とするフェライト+パーライト組織における middle shelf および lower shelf での伝播経路を Fig. 3.22 に示した。低温の lower shelf では、塑性変形が開始する前に発生したへき開き裂が、フェライト粒内の {001} 面を主体として、一部ではフェライト粒界を経路として伝播し、マクロな破壊に至る。一方、より温度の高い middle shelf では、塑性変形が開始した後に発生したへき開き裂が、フ

フェライト粒内では{011}、{112}、および{001}面に沿って、また、フェライト粒界も経路として伝播し、マクロな破壊に至る。middle shelfにおける、フェライト粒内での主要な伝播経路は、へき開面である{001}ではなく、{112}および{011}である。

これらの伝播経路のうち、フェライト粒内の{001}に沿った伝播はへき開破壊によって、フェライト粒界に沿った破壊は粒界剥離によって、それぞれ進展したと考えられる[4]。一方、bcc 結晶のすべり面である{112}および{011}に沿ったき裂の伝播が、どのような機構によって起こったのかは不明である。本研究では、Tomota ら[42,43]がオーステナイト単相鋼での延性脆性遷移におけるすべり面に沿ったき裂伝播に対して提案した、すべり面分離機構[44]でのき裂伝播 (Fig. 3.21) に則り、すべり面に沿った伝播機構を Fig. 5.16 のように考えた。(a)硬質組織において発生したへき開き裂は、隣接するフェライトにへき開破壊によって伝播し、フェライト結晶粒を貫通してフェライト粒界に至る。ここで、到達したフェライト粒界でのへき開き裂の伝播が容易であれば、更に隣接するフェライト粒へとへき開き裂は進行するが、フェライト粒同士の{001}へき開面が成す twist 角が大きく、へき開き裂の伝播が困難である場合、き裂はこのフェライト粒界で停滞する[4,45]。(b)フェライト粒界とへき開き裂の衝突した箇所から、隣接するフェライト粒内において特定のすべり系の活動が励起され、すべり帯が形成される[46]。(c)他の箇所での破壊進展などによってき裂先端の応力場が解放されなければ、特性のすべり系の活動が進み、すべり帯は更に発達し、すべり面分離[42,43]に至って、き裂がすべり面 ({011}または{112}) に沿って伝播する。そして、き裂はフェライト粒界に到達して、再び隣接するフェライト粒においてすべり帯を発生させ、伝播を続けると考えられる。

このように、硬質組織で発生したへき開き裂が、フェライト粒界によって止められて容易に進展せず、すべり面分離も活用することによって、ようやく進展していく過程が、middle shelfにおける破壊の伝播機構であると考えられる。へき開破壊が容易に起こり、フェライト粒界におけるき裂の停滞が起こりづらければ、破壊はすべり面を用いることなく容易に伝播すると考えられる (Fig. 5.17)。この場合には、へき開破壊の発生によってマクロな破壊が律速されると推定される。

以上より、Table 1.5 に提示した疑問点のうち、A3、A4、およびA5について、以下のように解を与える。

A3 : 二段階延性脆性遷移の発現条件

特性の大きく異なる2つ以上の組織で構成されていること。また、発生したへき開き裂が、へき開破壊によって容易に伝播しないこと。

A4：破壊の発生機構

硬質組織の破壊発生応力が、硬質組織の降伏応力を上回る場合は、マイクロボイド連結型破壊が起こる (upper shelf)。硬質組織の破壊発生応力が、硬質組織の降伏応力よりも小さく、軟質組織の降伏応力よりも大きい場合は、軟質組織が先に降伏して塑性変形を起こし、続いて、硬質組織が降伏しないうちに、硬質組織がへき開破壊を起こす (middle shelf)。硬質組織の破壊発生応力が、軟質組織の降伏応力よりも小さい場合、塑性変形が起こらずに、硬質組織がへき開破壊を起こす (lower shelf)。

A5：破壊の伝播機構

upper shelf では、マイクロボイドが発生、成長、連結して破壊が伝播する。middle shelf では、き裂がフェライト粒内をすべり面に沿って伝播する箇所が多数見られ、へき開破壊および粒界破壊に加え、き裂先端で誘起された塑性変形によるすべり面分離によって、破壊は伝播する。lower shelf では主にへき開破壊によって破壊が伝播する。

6.4. 複合組織鋼の組織因子による影響

複合組織鋼の特性は、構成組織の特性、分率、サイズ、そして、形態・配置によって変化する[48,49]。本研究では、軟質な塊状フェライトを主体とした複合組織において、硬質組織の分率および特性の効果を調べた。

Fig. 6.8 では、Fig. 4.29 および 5 章での結果を基に一般化した、フェライト単相から硬質組織の分率を増やすことによる吸収エネルギーの遷移曲線の変化を示す。フェライト単相では、吸収エネルギーは upper shelf と lower shelf とに分離し、中間の吸収エネルギーを示す温度域は無い。僅かに硬質組織を含むと、吸収エネルギーは upper shelf から lower shelf に向けて、温度低下に合わせて連続して低下するようになり、通常の延性脆性遷移における遷移曲線を描く。更に、硬質組織の割合が増えると、吸収エネルギーは upper shelf から lower shelf に向かう途上で、中位で一旦安定する温度域、すなわち middle shelf が見られるようになり、二段階延性脆性遷移となる。この、吸収エネルギーの遷移曲線が示す 3 つの形態は、Fig. 6.3 に示したシャルピー衝撃試験における代表的な結果の形態[10]と一致する。ここまでの、硬質組織分率の増大に伴い、upper shelf の吸収エネルギーは低下するが、lower shelf での吸収エネルギーは変化しない。また、延性脆性遷移の開始温度、あるいは、

二段階延性脆性遷移での第一遷移温度は、硬質組織分率の増大によって上昇するが、延性脆性遷移の完了温度、あるいは、二段階延性脆性遷移での第二遷移温度は、分率によらず一定である。更に硬質組織の分率を高めると、吸収エネルギーの遷移曲線からは middle shelf が消失し、upper shelf から lower shelf へ連続して減少する、一般的な遷移曲線に戻る。upper shelf での吸収エネルギーは更に低下し、upper shelf からの遷移開始温度は更に高まる。また、lower shelf への遷移完了温度も大きく上昇する。

以上に示した、フェライト単相からの硬質組織分率の増大に伴う upper shelf および lower shelf の吸収エネルギーと遷移温度の変化は、Fig. 4.5 に示した、フェライト単相鋼からパーライト単一組織鋼まで、炭素量を変化させた際の吸収エネルギー遷移曲線の変化[50]と一致する。

フェライト単相から二段階延性脆性遷移に至るまでの吸収エネルギーの遷移挙動の変化は、6.3 節にて論じた破壊発生モデルによって理解することができる。すなわち、フェライト単相では Fig. 4.31 に示したとおり、マイクロボイド連結型とへき開破壊のいずれかが起こるため、吸収エネルギーは二極化する。硬質組織を含むと、Fig. 6.7 に示すように、軟質組織が塑性変形したのちに硬質組織でへき開破壊が発生する中間領域を有するようになる。ここでは2つの遷移温度が存在するが、これらは局所的な降伏応力および破壊応力の変動によって上下にばらつく[51]ため、2つの遷移温度の温度差が小さければ、様々な破壊モードが混在する温度域が形成され、吸収エネルギーは大きく変動する。この場合、遷移の開始温度と完了温度は明瞭であるが、その間では温度低下によって徐々に平均の吸収エネルギーが低下する、遷移曲線が得られる。

フェライト主体の複合組織において、硬質組織の分率が増えると、フェライトの塑性変形に伴って硬質組織の応力が高まりやすくなる[52]。このため、印加される応力に対する硬質組織への実効応力が大きくなり、硬質組織の見目の破壊応力が低下する。よって、Fig. 6.7 のダイアグラムは、硬質組織分率の増大によって、Fig. 4.32 に示したよう、高温側の第一遷移温度が上昇して、2つの遷移温度の差が大きくなる。これによって、フェライトの塑性変形後にへき開破壊が起こる、middle shelf が安定して現れるようになり、吸収エネルギーの遷移曲線は二段階で変化するようになる。なお、この時、弾性域での応力上昇のみで支配される第二遷移温度は上昇しない。

更に硬質組織の分率が上昇すると、Fig. 5.17 に示したように、フェライト粒界が消失して、フェライト粒同士は硬質組織によって分断されるようになる。この場合、硬質組織で発生し、フェライト粒界を貫通したへき開き裂は硬質組織にぶつかることになる。ぶつかった先の硬質組織は、すでにへき開破壊応力相当の印加応力を負っており、き裂が到達すると、応力集中によって容易にへき開破壊を起こす。そして、硬質組織と隣接するフェライト粒との結晶方位は一般に近しい[53-55]た

め、硬質組織のへき開き裂がフェライト粒内へと容易に伝播してしまう。このように、硬質組織分率が増えてフェライト粒界が消失すると、硬質組織のへき開破壊に律速されて破壊が伝播しうることになる。よって、硬質組織の破壊応力を印加応力が超えるか否かのみが破壊機構を支配することになり、かつ、機構はマイクロボイドの連結からへき開破壊へと遷移する、一段階の通常の延性脆性遷移となる。

続いて、硬質組織の特性による二段階延性脆性遷移への影響について、Fig. 6.7 の破壊発生モデルにおいて考察する。破壊発生モデルでは、硬質組織の特性として、降伏応力 σ_{YB} と σ_{FB} とが登場し、これらは硬質組織の内容によって大きく変化する。本研究では、フェライト+パーライト組織から、パーライトが MA に置き換わる場合について、第 5 章で検討した。この事例では、MA はパーライトよりも破壊しやすい[56]ので、 σ_{FB} は低下する。一方で、焼入れままのマルテンサイトには多量の可動転位が含まれており、その降伏応力はパーライトよりも低い[57,58]ので、 σ_{YB} は低下する。このため、Fig. 5.13 に示したように、 σ_{FB} と σ_{YB} の交点である第一遷移温度は変わらずに、 σ_{FB} と σ_{YA} の交点である第二遷移温度のみが上昇する。そして、2つの遷移温度の差が小さくなるため、体積分率の影響で述べたように、吸収エネルギーの遷移曲線は明瞭な二段階から、一般的な upper shelf から lower shelf へ連続して変化する曲線に近づく。

同様に、硬質組織が変わることによる延性脆性遷移挙動の変化として、Wang ら[59,60]は硬質組織がマルテンサイトと残留オーステナイトの場合とで遷移挙動を比較している。Fig. 6.9 に示す通り、遷移の開始温度は同じであるが、硬質組織が残留オーステナイトの場合には吸収エネルギーが lower shelf に至る前に一旦停留する。この結果は、Fig. 6.10 に示す通り、マルテンサイトが残留オーステナイトに代わることで、 σ_{YB} が上昇[61]し、 σ_{FB} が上昇したと考えると理解することができる。この変化によって、第一遷移温度は変わらずに、第二遷移温度のみが低下して、2つの遷移温度の差は広がる。よって、吸収エネルギーの遷移曲線に middle shelf を認めやすくなる。

その他の組織因子による影響は本研究では取り扱わなかった。但し、構成組織のサイズによる影響は、文献から推定することができる。Fig. 6.5[15]、6.6[16]にすでに示したエネルギー遷移曲線は、いずれも、母相オーステナイトの粒径を変化させた焼戻マルテンサイトを評価したものである。いずれの場合も、母相オーステナイトの微細化に伴い延性脆性遷移の開始温度および完了温度が低下する。一方、upper shelf、middle shelf、lower shelf における吸収エネルギーは大きくは変化していない。(なお、いずれの場合も、最も微細な供試材では液体窒素温度での吸収エネルギーが大きく上昇して見える。筆者は、これを、二段階延性脆性遷移の第二遷移温度が液体窒素温度よりも低温になったことにより、液体窒素温度が middle shelf 領域に入った結果と判断している。) また、Calcagnotto

ら[62]は、塊状のフェライトを主体とする、フェライト+マルテンサイト組織の延性脆性遷移挙動のフェライト粒径に伴う変化を報告している。Fig. 6.11 に示す通り、この場合も、upper shelf および lower shelf における吸収エネルギーはほとんど変化しないが、遷移温度は粒径の微細化によって低下する。

このように、複合組織鋼の延性脆性遷移において、組織の微細化によって遷移温度は低下するように見える。但し、加工硬化における議論でも指摘されるように、複合組織における組織の微細化は、個別の構成組織に対する影響のほか、組織の配置や形状といった因子も含めて変化するため、その作用メカニズムを判断することは容易ではない[49]。

以上より、Table 1.5 に提示した疑問点のうち、組織因子の影響 (B1~5) に対して、以下のよう
にできる。

B1：構成組織の特性による影響

構成組織の降伏応力、破壊応力に応じて、遷移温度が変化する。2 つの遷移温度の差が小さい場合には、たとえ二段階延性脆性遷移であったとしても、吸収エネルギーは upper shelf から lower shelf へと連続して変化するように見える。

B2：構成組織の分率による影響

フェライト単相では upper shelf から lower shelf へ直接遷移する。硬質組織を含むことで、吸収エネルギーは、upper shelf から lower shelf へと温度低下に伴い連続して低下する、遷移曲線を描くようになる。硬質組織が増えると、遷移の完了温度は変わらないが、開始温度が上昇し、吸収エネルギーの遷移曲線は middle shelf を呈するようになる。二段階延性脆性遷移の 2 つの遷移温度の差が大きくなったためと推定される。更に硬質組織が増えると、遷移の開始・完了いずれの温度も上昇し、遷移挙動も再び通常の一段階の曲線となる。これは、き裂の伝播の障害となるフェライト粒界が硬質組織に置き換わり、き裂伝播が抑制されず、硬質組織がへき開破壊するかどうかのみが遷移挙動の支配因子となったためと推定される。

B3：構成組織のサイズによる影響

(本研究では検討しておらず、推定) 組織の微細化に伴い、延性脆性遷移の開始・完了温度ともに低下する。但し、吸収エネルギーの変化は小さい。

B4：構成組織の形態・配置による影響

本研究では検討を行っておらず、不明。

B5：その他

本研究では検討を行っておらず、不明。予ひずみ、結晶方位（集合組織）などが、影響因子として考えられる。

6.5. 試験条件による影響

本研究では、サブサイズ CVN 試験片を用いたシャルピー衝撃試験により、温度の変化に伴う二段階延性脆性遷移について調べており、試験条件はほぼ統一している。試験条件による影響は、文献を基に考察する。

Harris ら[11]は、” Upper and Lower Transitions in Charpy Test” と題する論文において、様々な低合金炭素鋼における延性脆性遷移挙動を、シャルピー衝撃試験における投入エネルギー（ハンマーの速度）を変え、調べた。その結果、Fig. 1.34 に示した通り、投入エネルギーの大きい条件では通常の一段階の延性脆性遷移である材料が、投入エネルギーを減らすことにより、遷移挙動が二段階になることを見出した。また、Harris らは、この低温での吸収エネルギーの遷移温度よりも下では破面周辺の塑性変形がほとんど見られないのに対し、遷移温度よりも上では試験片の外観に変形が認められると報告しており（Fig. 6.12）、これは middle shelf から lower shelf への遷移（Table 6.1）の特徴に対応している。

近年では、Tanguy ら[63]が、衝撃速度の変化に伴う延性脆性遷移の変化を、Fig. 6.13 に示す通り報告している。この結果を、速度ごとに分けてプロットしたものが Fig. 6.14 である。衝撃速度が速い(a) 5 m/s では、吸収エネルギーの遷移挙動は upper shelf から lower shelf へと連続して変化する、通常の一段階の遷移を示す。そこから、衝撃速度を(b) 5×10^{-4} m/s、(c) 1×10^{-6} m/s と低下させると、遷移の開始・完了温度がともに低下し、特に完了温度が大きく低下する。そして、(c)では明瞭に、(b)でも僅かに、lower shelf に至る前の遷移領域において、500 kJ/m²程度の吸収エネルギーで停滞する middle shelf が認められる。

このように、衝撃速度の変化に伴って延性脆性遷移が変化する現象は、Fig. 6.7 に示した破壊の発生モデルによって理解することができる。一般に、衝撃が高速で与えられることにより、ひずみ速

度の上昇により、転位が運動しづらくなって降伏応力は増大するが、一方でへき開破壊の発生応力はほとんど変化しないとされる[64]。ここで、軟質組織が先に塑性変形することで、すでに周辺部が塑性変形している硬質組織での降伏応力のひずみ速度に伴う上昇が、弾性変形域から塑性変形への遷移点である、軟質組織の降伏応力の上昇に比べて小さいと仮定すれば、衝撃速度の上昇によって Fig. 6.15 のように破壊の発生挙動が変化する。 σ_{YA} および σ_{YB} が上昇し、2つの遷移温度がいずれも上昇する。特に前者の上昇量が大きいと、2つの遷移温度の差は小さくなる。よって、体積分率の影響について述べたように、吸収エネルギーの二段階遷移は認めづらくなる。衝撃速度の低下では、逆に、 σ_{YA} および σ_{YB} が低下し、特に前者が大きく低下するので、二段階延性脆性遷移の第一遷移温度は僅かに、第二遷移温度は大きく低下する。このため、2つの遷移温度の差が大きくなり、吸収エネルギーの遷移から、二段階延性脆性遷移を認めやすくなる。

この議論は、試験片の板厚の影響に対しても有効であると考えられる。板厚は応力の集中度合い、すなわち応力三軸度を通して延性脆性遷移に影響する[64-66]。板厚が厚いと、応力三軸度が大きくなり、軟質組織の降伏応力が上昇する。一方、硬質組織の降伏応力は、すでに軟質組織が塑性変形を始めた後の閾値であり、試験片全体の形状に伴う応力集中の影響は軟質組織に比べて小さいと判断できる。よって、Fig. 6.15 のように、試験片の板厚によって σ_{YA} が大きく変動する。板厚が厚いと、二段階延性脆性遷移の第二遷移温度が上昇し、2つの遷移温度の差が小さくなって、二段階延性脆性遷移は認めづらくなる。一方、板厚が薄くなると、 σ_{YA} が低下し、第二遷移温度が低下して2つの遷移温度の差が大きくなって、二段階延性脆性遷移が見えやすくなる。

以上より、Table 1.5 に提示した疑問点のうち、試験条件の影響(C1、2)に対して、以下のように回答する。

C1: 応力集中度合い(試験片サイズ、ノッチ形状)

(本研究では検討しておらず、推定) 応力集中の強い条件では、一段階の延性脆性遷移となりやすく、弱い条件では二段階延性脆性遷移となりやすい。応力集中により、軟質組織の降伏応力が上昇する一方で、硬質組織の降伏応力およびへき開破壊応力の変化は小さいと考えられるため。

C2: ひずみ速度

(本研究では検討しておらず、推定) ひずみ速度が速いと一段階の延性脆性遷移となりやすく、遅い条件では二段階延性脆性遷移となりやすい。高速変形により、軟質組織の降伏応力が上昇する一方で、硬

質組織の降伏応力およびへき開破壊応力の変化は小さいと考えることで、理解できる。

なお、この板厚影響は、本研究において、多数の供試材で二段階延性脆性遷移が認められた理由と考えられる。本研究では、フルサイズ CVN 試験片（板厚 10 mm）に対して、板厚の薄いサブサイズ CVN 試験片（2.5 mm 以下）を用いたため、応力集中が弱く、この二段階延性脆性遷移が起こりやすい条件での実験であったと推定される。

6.6. Middle shelf における破壊と他の破壊現象との関係

二段階延性脆性遷移の upper shelf、middle shelf、lower shelf における破壊の特徴は、Table 6.1 にまとめた通りである。鉄鋼材料における破壊現象は、二段階延性脆性遷移に登場する 3 つの破壊の他にも、様々にある。Table 6.2 に、鉄鋼材料における代表的な破壊現象[67]の特徴を整理する。破壊の特徴として、破壊に際しての転位の状態、破壊の主な伝播経路、そして、破面の様相を取り上げた。Table 6.2 に取り上げた破壊現象のほとんどにおいて、破壊時点では転位が運動している。例外は、今回観察した lower shelf における破壊であり、転位はほとんど運動していない。一方で、同じく低温脆化の結果であるオーステナイト単相鋼（ γ ステンレス）の lower shelf では、すべり帯の形成など、転位が活動していることが確認できる[68,69]。また、その他の破壊現象では、いずれも転位は活動しており、特に疲労破壊（fatigue fracture）[70]では、転位の活動によって発達した固執すべり帯が破壊を進展させる。また、Table 6.2 に取り上げた破壊現象のほとんどにおいて、破壊は特定の面に沿って進行し、破面は平坦である。例外は、upper shelf における破壊であり、ディンプルによって覆われた破面を呈する。溶融金属脆化（liquid metal embrittlement）[71]、応力腐食割れ（stress corrosion cracking）[72]は、いずれも結晶粒界が損傷を受け、そこを経路として破壊が進展する。また、高温での損傷（creep fracture）は、結晶粒内と粒界のいずれでも起こりうるが[73]、特に結晶粒界に転位が移動して進む粒界すべり[74]による破壊が知られている。これらの破壊では、破面は粒界破面を呈する。

middle shelf における破壊は、塑性変形を受けた後に発生している。転位は、破壊の発生や伝播への程度転位が寄与するかは確定しないが、破壊時点で少なくとも活動はしている。破壊の主な伝播経路はフェライト粒界およびすべり面であり、へき開面も一部で経路としている。そして、破面はディンプルをほとんど伴わない平坦な破面で覆われている。これらの特徴は、水素脆化（hydrogen embrittlement）によって誘起される破壊と、よく対応している。水素脆化によって引き起こされる

破壊の様態は様々であるが[75,76]、その1つの代表的な様態では、破壊は結晶粒界および粒内を伝播し、bcc 鉄の結晶粒内ではすべり面やへき開面に沿って進展する。その機構には様々な説が乱立しているものの[77]、破面 (Fig. 6.16[78]) は塑性変形の痕跡である微細な筋状模様を有しており、この特徴をもって擬へき開破面と呼ばれる。塑性変形の破壊現象への寄与は不明であるが、少なくとも、破壊に先立って転位が大きく活動していることは間違いない。また、疲労破壊においても、破面の様相、伝播経路が似通っている例がある (Fig. 6.17[79])。

このように、温度の低下に伴う複合組織鋼の延性脆性遷移において、upper shelfにおける破壊は破面が、lower shelfにおける破壊は転位の状態が、それぞれ非常に特徴的な破壊であり、他の破壊現象とは一線を画している。一方、middle shelfにおける破壊の特徴は、水素脆化によって誘起される破壊と共通する点が多く、また、疲労破壊とも共通点を見出すことができる。破壊の機構について、これらの破壊現象を俯瞰することにより、更に理解が深まる可能性がある。

視野を金属材料以外に広げると、地質学 (geology) において、本研究で取り扱った二段階延性脆性遷移と同種の現象が議論されている。Table 6.3 に、結晶質岩の破砕-塑性 (brittle - plastic) 遷移領域における破壊の分類を示す[80,81]。この分類は、Table 6.1 に示した二段階延性脆性遷移における破壊の分類と酷似している。そして、この破砕-塑性遷移を説明するダイアグラム (Fig. 6.18[82]) は、二段階延性脆性遷移における破壊発生モデル (Fig. 6.7) と完全に一致する。地質学は、冶金学としては疎遠に感じる分野ではあるが、いずれも破壊力学をいかにして不均質な個体での多種多様な条件下での破壊現象に当てはめるかで腐心しており[83]、両者を俯瞰することによって双方の破壊現象の理解が深まる可能性がある。

以上より、Table 6.1 に提示した疑問点のうち、他の破壊現象との関係 (D1) に対して、以下のよう

D1 : 他の破壊現象との関係

(本研究では検討しておらず、推定) 破壊現象の特徴である転位の状態、破壊の伝播経路、破面の特徴から、upper shelf および lower shelf における破壊は他の破壊現象とは異なる特異な破壊である。一方、middle shelf における破壊は、これらの特徴が水素脆化によって誘起される破壊や疲労破壊と共通する。

6.7. 本研究により得られた知見の意義

Table 6.4 に、本研究で得られた知見をまとめる。この知見は、高強度と成形性を両立する複合組織鋼における破壊挙動を理解するうえで、下記の通り重要である。

先に、本研究の持つ学術的な意義について述べる。本研究は、鉄鋼材料における低温脆化挙動が、いわゆる延性破壊と脆性破壊の二極からなる現象ではなく、第3の機構による破壊があることを明瞭に示した。一般的に、低温脆化挙動は二極の破壊現象の競合として捉えられるため、それぞれの破壊現象の詳細はそれが安定して得られる温度域 (upper shelf および lower shelf) において検討され、中間の遷移域における挙動はそれらの知見の内挿によって理解されている[4,9,84]。しかしながら、本研究が示した middle shelf は、条件によっては広い温度範囲で安定して得られることから、一連の遷移の途上を切り取ったものではない。よって、鉄鋼材料における低温脆化に関わる破壊は、少なくとも、3 種以上の異なる機構からなっており、材料の破壊現象の理解とそのため的手法を刷新する必要性を示している。

特に、本研究の結果は、破壊に先立つ塑性変形が破壊機構の変化に大きく影響することを示唆している。き裂先端でのき裂進展を考えるには、塑性変形との競合を考えることが重要である[85]。破壊靱性の特性評価としては、き裂先端での塑性変形挙動を、「線形破壊力学において行われてきた塑性修正という消極的な取扱いでなく、塑性変形そのものを破壊に先立つ現象として直視[86]」したことから、値として CTOD (clack tip opening distance) が採用されるようになった[87,88]。middle shelf における破壊は、その先駆現象として大きな塑性変形が発生し、伝播経路としてすべり面も採用されることから、破壊の発生と伝播のいずれの機構にも塑性変形が大きく影響していると考えられる。このような破壊が、延性脆性遷移の1局面として、安定して現れうることを念頭に、遷移領域を「延性破壊」と「脆性破壊」の2つの破壊機構の競合という単純な取扱いでなく、塑性変形そのものを破壊に先立つ現象として直視し、破壊機構の遷移が議論されることが望まれる。

鉄鋼材料において、「ここ数10年、マイクロ組織と靱性に関する理論化・体系化に著しい進展があったとは言い難い[89]」が、それはマイクロ組織と lower shelf での破壊の関係が様々に検討される一方で、延性脆性遷移の観点から、マイクロ組織と塑性変形、そして破壊との関係が十分に議論されていないためではないかと、筆者は考えている。本研究では、破壊の発生と伝播についての定性的なモデルを提案した。このモデルが実態をどこまで捉えているかは今後の研究によって精査され、修正やあるいは破棄されていくであろうが、議論の叩き台とはなるであろう。本研究を起点の一つとして、塑性変形が重要な役割を担う破壊である水素脆化や疲労といった現象、あるいは、他材料や他分野の知見も入れ、金属材料における延性脆性遷移の理解が、メカニズムの面から一層進

むと筆者は確信する。

続いて、技術的・産業的な意義について述べる。

第一に、試験の妥当性が守られたことに意義がある。シャルピー衝撃試験は、その結果を破壊靱性値として直接用いることは困難であるが、靱性値の相対的な指標として、また、破壊靱性値の大きな動きを推定するための指標として、今日も簡便な試験手段として広く行われている[9,88,90-95]。そのシャルピー衝撃試験において、吸収エネルギーが一般に言われる事象と異なる挙動を見せることは、その試験内容、狭くはその試験を実施した試料や試験機の、そして広くはシャルピー衝撃試験という手段そのものに対して、疑義を抱かせるものである。幸い、吸収エネルギーの二段階での遷移は、忘れられた、あるいは、見過ごされてきた事象であって異常なものではなかった。また、その事象の物理的な意義も明瞭に示すことができた。以上のことから、高強度複合組織鋼に対しても、引き続きシャルピー衝撃試験を用いた評価を続けることができる。

第二に、延性脆性遷移の中で、吸収エネルギーが中位で安定する可能性を見出した。本研究では、middle shelfでの破壊に対して、意識して「脆性」という言葉を用いなかった。例えば、第2章で示したフェライト+パーライト組織における middle shelfでの破壊が示す吸収エネルギー（ $\approx 600 \text{ kJ/m}^2$ ）は、upper shelfにおけるその4割に相当し、それなりに大きな値と言える。この中位の吸収エネルギーが安定して得られるのであれば、その値を適用部品における設計値として用いることで、その鋼板を衝撃に対しても安全に使用することができる。この場合、middle shelfでの破壊は部品設計における期待値通りの仕事を担保することになり、Appendix 1に整理した定義から、「脆性」という言葉でその破壊を修飾することは不適當である。一方で、upper shelf相当の破壊が期待される状況においてこの破壊が現れれば、それは期待に反してエネルギーの小さな破壊であり、「脆性」と呼ぶべき破壊である。middle shelfでの破壊現象は、その吸収エネルギーが lower shelfと比べて十分に高いことから、実際の用途と照らして検討することによって、その破壊現象を前提とした材料の活用が可能であると考えられる。

第三に、マクロな破壊現象全体を理解するうえで塑性変形の寄与を明らかにする意義を示した。実際に材料の破壊が問題にある局面において、破壊が起きた瞬間の状況を直接詳細に知ることは困難であり、破面観察やシミュレーションによる状況再現に頼り、周辺情報を基にして原因の究明を行うことになる[96-99]。破面がディンプルの無い平坦な破面である場合、その破面をもたらした現象を更に理解するには、Table 6.2に示す通り、環境の情報に加えて破面周辺の塑性変形の状態を知ることが効果的である。観察した箇所において起きた破壊が、lower shelf相当の破壊であれば、塑性変形に先立って起こったと考えて差し支えないが、middle shelf相当の破壊であれば、その部位は

一定の仕事をしたうえで破壊したと考えることができる。よって、その場合は、その箇所における破壊が系全体に対して及ぼした影響を理解するため、破面周辺に加えてより大きな系において、破壊に至るまでの状況を復元して考える必要がある。

最後に、そもそもの目的として掲げた、マイクロ組織の適正な制御への寄与を挙げる。本研究では、Table 6.4 に示した通り、複合組織鋼における延性脆性遷移に対して、その物理的な意味を考察し、破壊の発生と伝播のそれぞれの機構とマイクロ組織との関係を定性的なモデルによって示した。そして、鋼板の強度にも影響するいくつかのマイクロ組織因子について、その遷移挙動への影響を検討し、明らかにした。適正な、目指すべきマイクロ組織は、その材料の用途、用法や生産に利用できるリソースによって変化するため、一般解を得ることはできないが、本検討で得られたモデルに則って検討することにより、他の特性とのバランスを取りながら、靱性を改善する手段を得ることができる。例えば、強度と成形性を高位に保ちながら耐衝撃性を改善するのであれば、残留オーステナイトの活用やマイクロ組織の微細化が効果的である。

本研究では、高強度複合組織鋼板の低温脆化における二段階延性脆性遷移に着目し、実験および考察を行い、以下の結果を得た。この知見により、技術的・産業的には材料の適正な設計・利用・評価につながる。また、学術的には、複合組織における組織と靱性の関係を表す定性モデルを提案するとともに、破壊機構の遷移における塑性変形の役割への注目を促すものである。

1. 複合組織鋼の低温脆化において、吸収エネルギーが二段階で大きく低下する、二段階延性脆性遷移挙動が見られる場合がある。吸収エネルギーは、温度の低下に伴い、高位の upper shelf から、中位の middle shelf を経て、低位の lower shelf へと遷移する。一方、破面は、upper shelf から middle shelf への遷移と対応して、ディンプルに覆われたマイクロボイド連結型破面から、ディンプルをほとんど含まない平坦な低エネルギー破面へと遷移する。middle shelf から lower shelf への遷移では、破面はほとんど変化しない。このため、吸収エネルギーと破面との関係を整理することにより、低温脆化挙動が一段階と二段階のいずれであるかを見分けることができる。
2. middle shelf における破壊は、塑性変形を受けた後に発生し、平坦な破面を呈しつつ進展する。この破壊は、フェライト粒内および粒界を伝播経路とし、フェライト粒内では{112}を主として、{001}、{011}に沿って進展している。一方、同様の破面を呈する lower shelf での

破壊は、塑性変形をほとんど受けずに発生し、フェライト粒内の{001}を主な伝播経路として進展している。両者は、発生と伝播の両方の機構が異なる破壊である。

3. 複合組織鋼における延性脆性遷移が二段階となる理由は、軟質組織と硬質組織のそれぞれにおける降伏応力とへき開破壊応力の大小関係を考える、破壊発生の定性モデルによって理解することができる。高温では、2つの降伏応力のいずれもが硬質組織のへき開応力よりも小さく、塑性変形が進行して破壊に至って、高い吸収エネルギーを示す **upper shelf** となる。低温では、2つの降伏応力のいずれもが硬質組織のへき開応力よりも小さく、塑性変形の前にへき開破壊が発生し、吸収エネルギーの小さい **lower shelf** となる。中間の温度域では、軟質組織の降伏応力は硬質組織のへき開破壊応力よりも小さいので、塑性変形が軟質組織で開始するが、硬質組織の降伏応力はそのへき開破壊応力よりも大きいため、硬質組織が大きく塑性変形する前にへき開破壊が発生し、吸収エネルギーが中位である **middle shelf** となる。
4. 二段階延性脆性遷移の発現、および、遷移温度には、マイクロ組織の因子が大きく影響する。塊状フェライトと硬質組織からなる複合組織鋼では、硬質組織分率の増大によって一段階から二段階へと延性脆性遷移が変化し、更に分率が増えると、再び一段階へと変化する。前半の挙動は、破壊発生の定性モデルにおいて、分率に伴って塑性変形後の硬質組織への応力集中度合いが大きくなることによる印加応力に対する硬質組織のへき開破壊応力の低下を考慮することで、**upper shelf** から **middle shelf** への遷移温度が上昇し、**middle shelf** から **lower shelf** への遷移温度との差が広がって **middle shelf** を認識しやすくなることで理解できる。後半の挙動は、発生したへき開き裂の伝播を抑制するフェライト粒界が硬質組織分率の増大によって消失したため、マクロなへき開破壊の発生が硬質組織でのへき開破壊の発生のみで律速されることで理解できる。また、構成組織の強度の変化による影響は、その降伏応力と破壊応力の変化を、破壊発生の定性モデル上で考慮することにより、遷移温度の挙動を理解することができる。
5. 過去の文献との比較から、二段階延性脆性遷移は一般的に起こる事象と考えられる。材料としては、複合組織において見られる事象であり、構成組織の分率や特性などによって、2つの遷移温度の差が大きくなることで認知される。また、応力集中の緩和やひずみ速度の低下によって、軟質組織が降伏しやすくなると、2つの遷移温度の差が大きくなり、認知さ

れやすくなると考えられる。

参考文献（6章）

1. 三村宏, 町田進 : 基礎 材料強度学, 培風館, 2000, 128
2. 牧正志 : 鉄鋼の組織制御 その原理と応用, 内田老鶴圃, 2015, 125
3. G.R. Odette : J. Nucl. Mater., 212-215, 1994, 45
4. A. Pineau, A.A. Benzerga, and T. Pardoen : Acta Mater., 107, 2016, 424
5. W.D. Biggs : The brittle fracture of steel, Macdonald and Evans LTD, London, UK, 1960, 274
6. E.R. Parker : Brittle behaviour of engineering structures, John Wiley & Sons, New York, NY, 1957
7. 梅澤修 : 熱処理, 50, 2010, 458
8. 小林俊郎, 山本勇 : 日本金属学会誌, 32, 1993, 151
9. 田川哲哉 : ふえらむ, 21, 2016, 519-525
10. M. Szczepeński : The brittleness of steel, John Wiley & Sons Inc, New York, NY, 1963, 1
11. W.J. Harris Jr., J.A. Rinebolt, and R. Raring : Weld. J. Res. Supp., 30, 1951, 417-S
12. T. Sirithanakorn, M. Tanaka, and K. Higashida : Mater. Sci. Engng. A, 611, 2014, 383
13. T. Sirithanakorn, M. Tanaka, and K. Higashida : Adv. Mater. Res., 922, 2014, 706
14. M. Breda, I. Calliari, E. Ramous, M. Pizzo, L. Corain, and G. Straffelini : Mater. Sci. Engng. A, 585, 2013, 57
15. C. Wang, M. Wang, J. Shi, W. Hui, and H. Dong : Scripta Mater., 58, 2008, 492
16. 梶野俊彦, 小林俊郎 : 鉄と鋼, 65, 1979, 1936
17. 金沢武, 町田進 : 高圧力, 5, 1967, 1130
18. M.D. Mathew, L.M. Lietzan, K.L. Murty, and V.N. Shah : Mater. Sci. Engng. A, 269, 1999, 186
19. Y.J. Chao, J.D. Ward Jr., and R.G. Sands : Mater. Design, 28, 2007, 551
20. N.P. Allain, W.P. Rees, B.E. Hopkins, and H.R. Tipler : J. Iron Steel Inst., 174, 1953, 108
21. 山本博, 小林俊郎, 藤田秀嗣 : 鑄造工学, 72, 2000, 107
22. N. Saeidi and A. Ekrami : Mater. Sci. Engng. A, 527, 2010, 5575
23. 増淵興一, 楠田忠雄, 田村博 : 溶接学会誌, 21, 1952, 2
24. British Welding Research Assn. and British steel company : Weld. J, 38, 1959, 487
25. C.H. Curll : Mater. Res. Stand., 1, 1961, 91

26. J.D. Embury, N.J. Petch, A.E. Wraith, and E.S. Wright : *Trans. Metall. Soc. AIME*, 239, 1967, 114
27. B. Mintz, W.B. Morrison, and A. Jones : *Metals Tech.*, 6, 1979, 252
28. N.J. Petch : *Acta metall.*, 34, 1986, 1387
29. 井上肇, 前中浩, 佐久間正明 : *日本造船学会論文集*, 160, 1986, 450
30. C.L. Davis and J.E. King *Metall. Mater. Trans. A* 27A 1996 3019
31. T. Hanamura, F. Yin, and K. Nagai *ISIJ Int.* 44 2004 610
32. Y. Li and T.N. Baker *Mater. Sci. Technol.* 26 2010 1029
33. B.J. Kim, R. Kasada, A. Kimura, and H. Tanigawa : *J. Nucl. Mater.*, 417, 2011, 135
34. I. Gutiérrez : *Mater. Sci. Engng., A* 571, 2013, 57
35. M. Tanaka, K. Matsuo, N. Yoshimura, G. Shigesato, M. Hoshino, K. Ushioda, K. Higashida : *Mater. Sci. Engng. A*, 682, 2017, 370
36. J. Wang, C.M. Enloe, J.P. Singh, and C.D. Horvath : *SAE Int. J. Mater. Manuf.*, 9, 2016, 488
37. A. L-Perlade, A.F. Gougues, J. Besson, T. Sturel, and A. Pineau : *Metall. Mater. Trans. A*, 35A, 2004, 1039
38. S.S.M. Tavares, P.D. Pedroza, J.R. Teodósio and T. Gurova : *Scripta Mater.*, 40, 1999, 887
39. C.L. Davis and J.E. King : *Metall. Mater. Trans. A*, 25A, 1994, 563
40. G. Mao, C. Cayron, R. Cao, R. Logé, and J. Chen : *Mater. Charact.*, 145, 2018, 516
41. E. Orowan : *Rep. Prog. Phys.*, 12, 1949, 185
42. Y. Tomota, Y. Xia, and K. Inoue : *Acta Mater.*, 46, 1998, 1577
43. 小島真由美, 足立吉隆, 友田陽, 池田圭太, 片田康行 : *日本金属学会誌*, 73, 2009, 283
44. 小林英男 : *破壊力学*, 共立出版, 1993, 22
45. A. Pineau : *Phil. Trans. R. Soc. A*, 373, 2014, 20140131
46. J. Genée, L. Signor, and P. Villechaise : *Mater. Sci. Engng. A*, 701, 2017, 24
47. W.D. Biggs : *The brittle fracture of steel*, Macdonald and Evans LTD, London, UK, 1960, 210
48. 落合庄治郎 : *材料組織学*, 朝倉書店, 1991, 161
49. 上路林太郎, 国重和俊, 渡邊育夢 : *鉄鋼材料の加工硬化特性への新たな要求と基礎研究 : 加工硬化研究の最前線*, 日本鉄鋼協会材料の組織と特性部会加工硬化特性と組織研究会編, 日本鉄鋼協会, 2011, 205
50. J.A. Rinebolt and W.J. Harris Jr. : *Trans. ASM*, 43, 1951, 1175
51. 泉山雄太, 茅野林造, 長井寿 : *鉄と鋼*, 100, 2014, 704

52. L. Wang, D. Tang, and Y. Song : J. Iron Steel Res. Int., 24, 2017, 321
53. G. Miyamoto, Y. Karube, and T. Furuhashi : Acta Mater., 103, 2016, 370
54. S. Zaeferrer, J. Ohlert, and W. Bleck : Acta Mater, 52, 2004, 2765
55. T. Yamashita, N. Koga, and O. Umezawa : Mater. Trans, 59, 2018, 712
56. O.M. Akselsen, J.K. Solberg, and Ø. Grong : Scand. J. Metall., 17, 1988, 194
57. S. Allain, O. Bouaziz, and M. Takahashi : ISIJ Int. 52 2012 717
58. B.M. Gonzalez, L.A. Marchi, E.J. da Fonseca, P.J. Modenesi, and V.T.L. Buono : ISIJ Int., 43, 2003, 428
59. Z.J. Xie, S.F. Yuan, W.H. Zhou, J.R. Yang, H. Guo, and C.J. Shang : Mater. Des., 59, 2014 193
60. Z. Xie, C. Shang, W. Zhou, and B. Wu : Acta Mater. Sinica, 52, 2016, 224
61. 土田紀之, 田中孝明, 田路勇樹 : 鉄と鋼, 105, 2019, 918
62. M. Calcagnotto, D. Ponge, and D. Raabe : Mater. Sci. Engng. A, 527, 2010, 7832
63. B. Tanguy J. Besson, R. Piques, and A. Pineau : Engng. Frac. Mech., 72, 2005, 49
64. 三村宏, 町田進 : 基礎 材料強度学, 培風館, 2000, 110
65. R. McNicol : Weld. Res. Suppl., 1965, 385
66. 西田正孝 : 応力集中, 増補版, 森北出版, 1973, 18
67. 東田賢二 : 鉄の事典, 朝倉書店, 2014, 311
68. R.L. Tobler and D. Meyn : Metall. Trans. A, 19A, 1988, 1626
69. Y. Tomota and S. Endo : ISIJ Int., 30, 1990, 656
70. 三村宏, 町田進 : 基礎 材料強度学, 培風館, 2000, 136
71. T. Auger, S. Hémerly, M. Bourcier, C. Berdin, M. Martin, and I. Robertson : Frattura ed Integrità Strutturale, 35, 2016, 250
72. T. Magnin, R. Chieragatti, and R. Oltra : Acta Metall. Mater., 38, 1990, 1313
73. 丸山公一, 中島英治 : 高温材料の材料科学 クリープ理論と実用材料への適用, 改訂版, 内田老鶴圃, 2002, 139
74. 服部敏雄 : 最新 フラクトグラフィ 各種材料の破面解析とその事例, 塩谷義, 松尾陽太郎, 服部敏雄, 川田宏之 (編集), テクノシステム, 2010, 63
75. 小川吉平, 松本優, 鈴木啓史, 高井健一 : 鉄と鋼, 105, 2019, 112
76. 高井健一 : 鉄鋼工学セミナー「水素脆化専科」テキスト, 日本鉄鋼協会, 2015年9月3日
77. 南雲道彦 : 水素脆性の基礎 水素の振るまいと脆化機構, 内田老鶴圃, 2008, 253

78. Y. Shinomura and M. Nagumo : Environment-Induced Cracking of Materials: Vol. 1 Chemistry, Mechanics and Mechanisms, Eds. A.A. Shipilov, R.H. Jones, J.M. Olive, R.B. Rebak, Elsevier, Oxford, UK 2007, 285
79. 増田千利, 西島敏 : 材料, 27, 1978, 59
80. 高木秀雄 : 地質学論集, Mem. Geol. Soc. Japan, 50, 1998, 59
81. B. Evans, J.T. Fredrich, and T-F. Wong : The brittle-ductile transition in rocks: recent experimental and theoretical progress, edited by A.G. Duba, W.B. Durham, J.W. Handin, and H.F. Wang, Geophys. Monogr., Amer. Geophys. Union, 56, 1990, 1
82. C.H. Scholz : Geol. Rund., 77, 1988, 319
83. 茂木清夫 : 圧力技術, 10, 1972, 2736
84. 栗飯原周二 : ふえらむ, 21, 2016, 475
85. 東田賢二, 田中将己 : 鉄と鋼, 97, 2011, 195
86. 金沢武, 町田進 : 高圧力, 9, 1971, 2269
87. 金沢武 : 圧力技術, 11, 1973, 316
88. 南二三吉 : 溶接学会誌, 74, 2006, 133
89. 栗飯原周二 : 鉄と鋼, 21, 2016, 475
90. 笠松裕 : 圧力技術, 17, 1972, 192
91. 織田貞四郎, 中村誠, 川上浩司 日本金属学会誌 : 39, 1975, 725
92. 中村誠, 田辺義一 : Bull. Natl. Mus. Nat. Sci., E 31, 2008, 15
93. 田辺義一 : 日本金属学会誌, 78, 2014, 183
94. 高嶋康人, 大畑充, 南二三吉 : 日本船舶海洋工学会論文集, 7, 2008, 271
95. 日本産業規格 JIS Z 2242 金属材料のシャルピー衝撃試験方法, 2018
96. 大坪英臣, 矢尾哲也, 角洋一, 末岡英利 : 圧力技術, 36, 1998, 366
97. 日本原子力研究所 浜岡 1 号機配管破断部調査グループ : 浜岡原子力発電所 1 号機余熱除去系配管破断部調査報告書, JAERI-Tech, 2001-094, 2001,
<https://doi.org/10.11484/jaeri-tech-2001-094>
98. 国土交通省 社会資本整備審議会 : 文京区内遊園地コースター部品落下事故調査報告書, 2012, <https://www.mlit.go.jp/common/000222226.pdf>
99. 運輸安全委員会 : 鉄道重大インシデント調査報告書, RI2019-1, 2019,
<https://www.mlit.go.jp/jtsb/railway/rep-inc/RI2019-1-1.pdf>

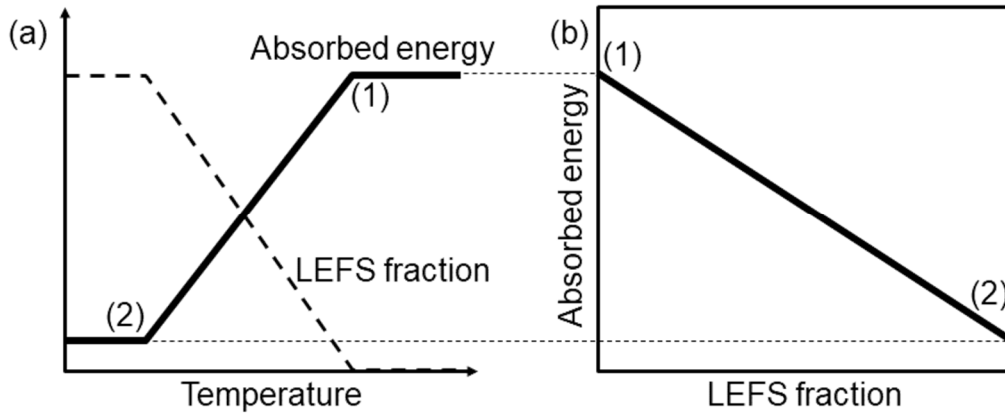


Fig. 6.1 (a) 一般的な延性脆性遷移における吸収エネルギーと LEFS 破面率の遷移挙動
 (b) 同、吸収エネルギーと LEFS 破面率の関係

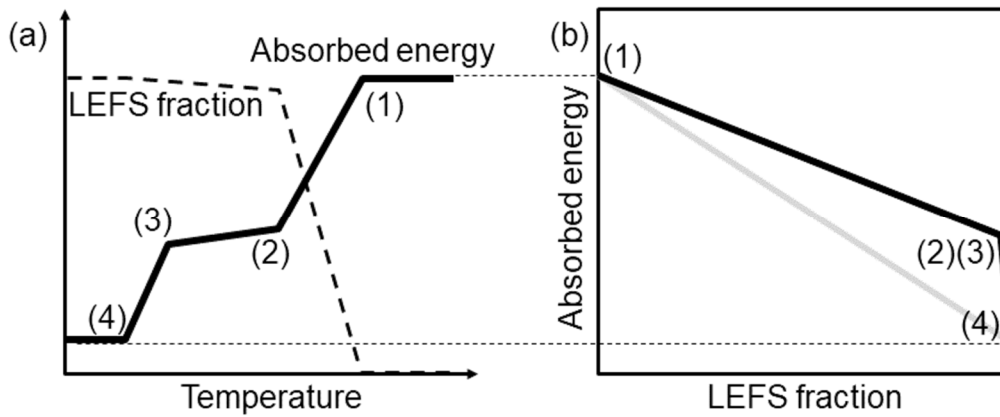


Fig. 6.2 (a) 二段階延性脆性遷移における吸収エネルギーと LEFS 破面率の遷移挙動
 (b) 同、吸収エネルギーと LEFS 破面率の関係

Table 6.1 二段階延性脆性遷移での各段階における破壊の特徴

	Lower shelf	Middle shelf	Upper shelf
Temperature	Low	Middle	High
Absorbed energy	Small	Middle	Large
Fractography	LEFS	LEFS	Dimple
Plastic strain	Small	Large	Very large
Propagation path	{001} (cleavage plane)	{112},{001},{112} and grain boundary	Microvoid

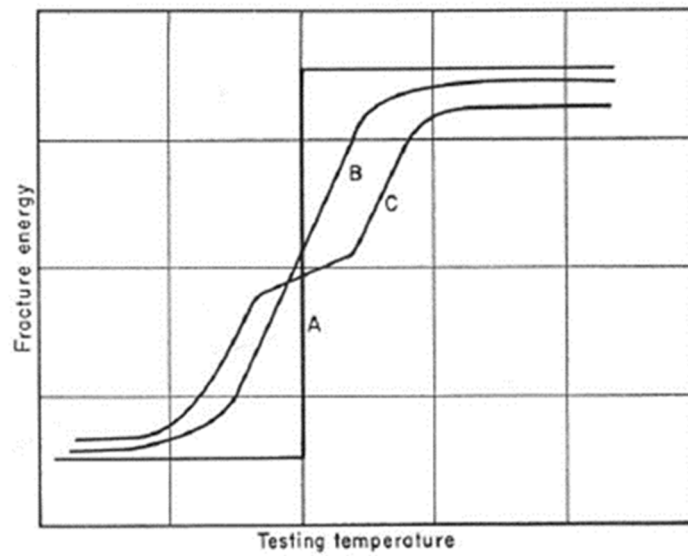


Fig. 6.3 シャルピー衝撃試験における鉄鋼材料の吸収エネルギーの典型的な遷移挙動[10]

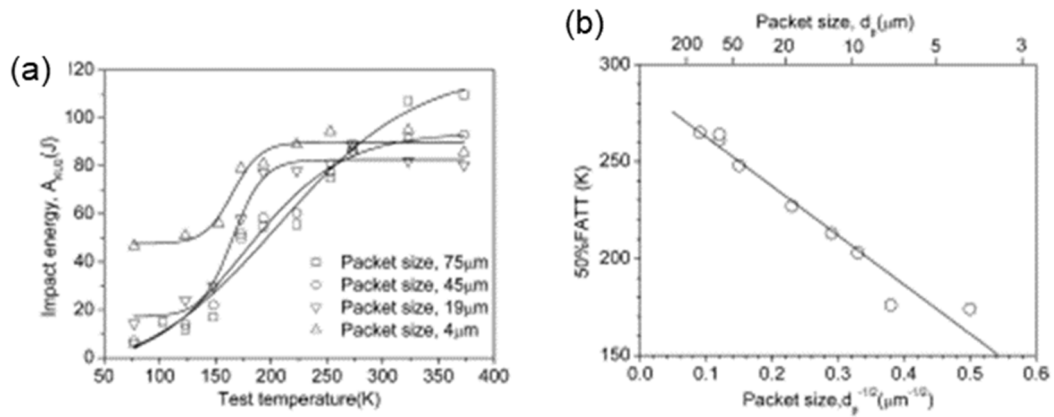


Fig. 6.4 パケットサイズの異なる焼戻マルテンサイトの低温脆化挙動[15]

(a)吸収エネルギー、(b)破面率

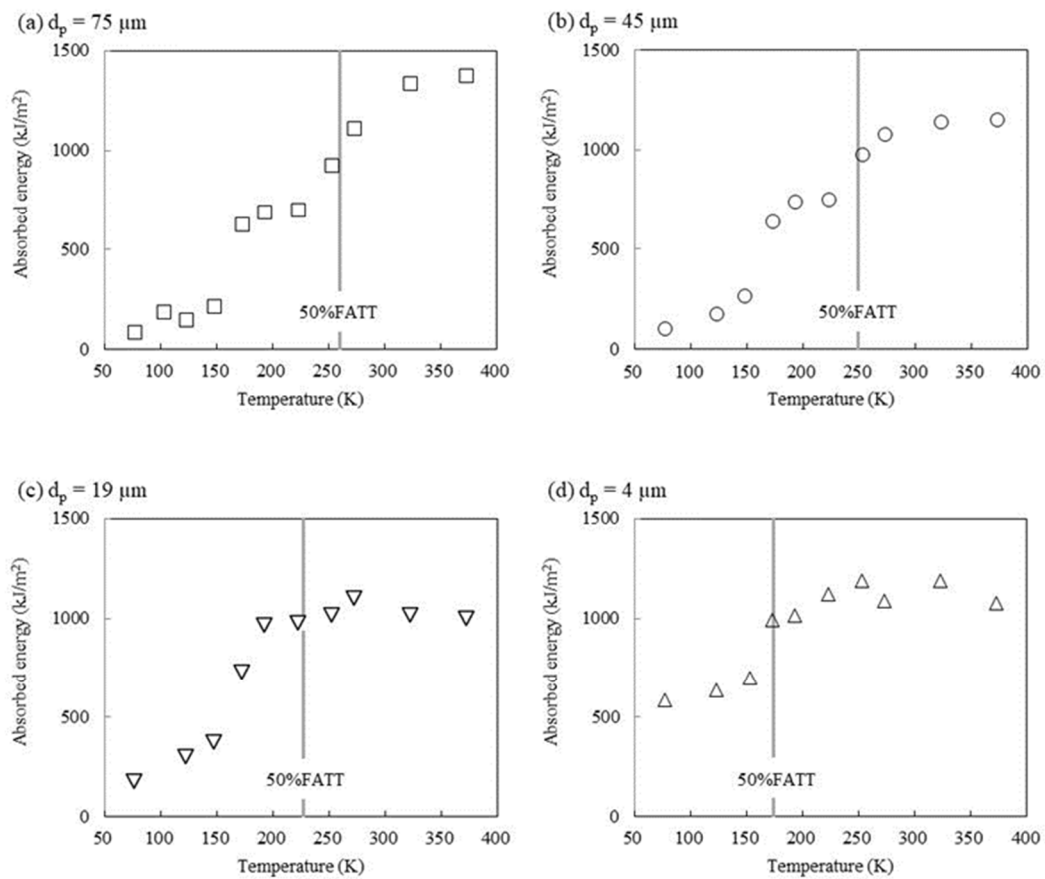


Fig. 6.5 焼戻マルテンサイトの吸収エネルギーの遷移挙動 (Fig. 6.4[15])

d_p : 焼戻マルテンサイトの平均パケット径

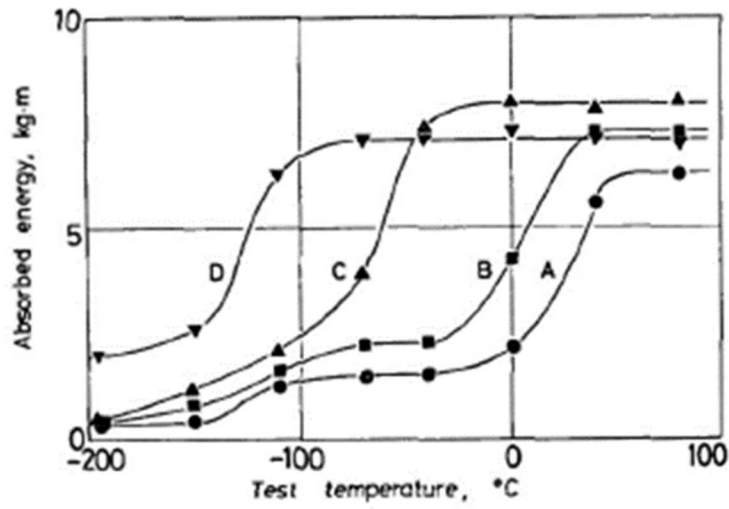


Fig. 6.6 計装化シャルピー試験による焼戻マルテンサイトの吸収エネルギーの遷移挙動[16]

(A、B、C、Dの順に母相オーステナイト粒径が微細化する。)

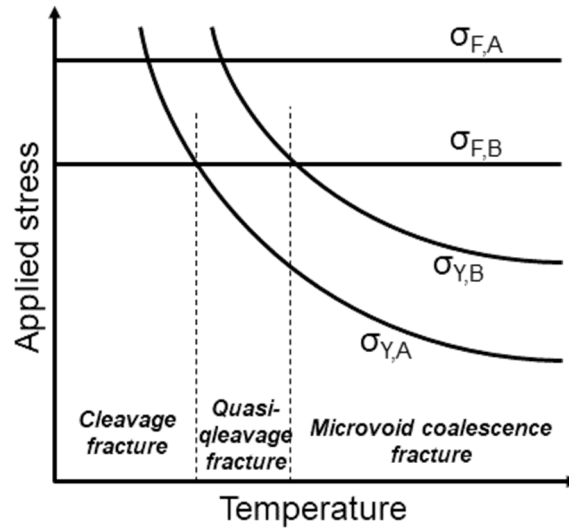


Fig. 6.7 軟質組織Aと硬質組織Bとからなる複合組織における

二段階延性脆性遷移の破壊発生モデル

$\sigma_{Y,A}$ 、 $\sigma_{Y,B}$: AおよびBの降伏応力

$\sigma_{F,A}$ 、 $\sigma_{F,B}$: AおよびBのへき開破壊応力

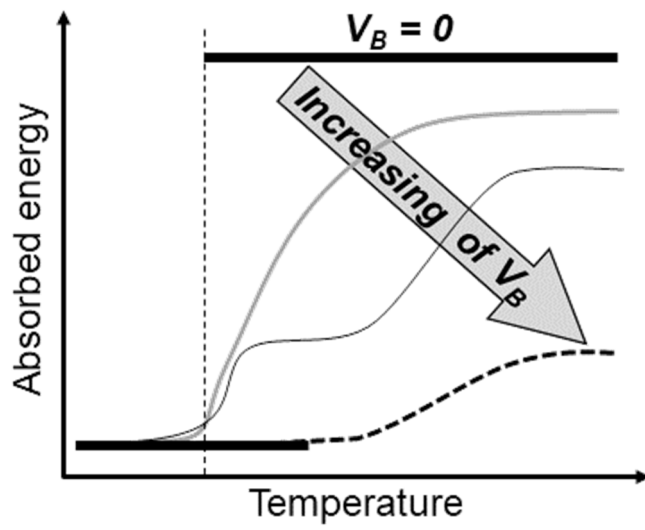


Fig. 6.8 硬質組織の分率 (V_B) に伴う吸収エネルギーの遷移挙動の変化 (模式図)

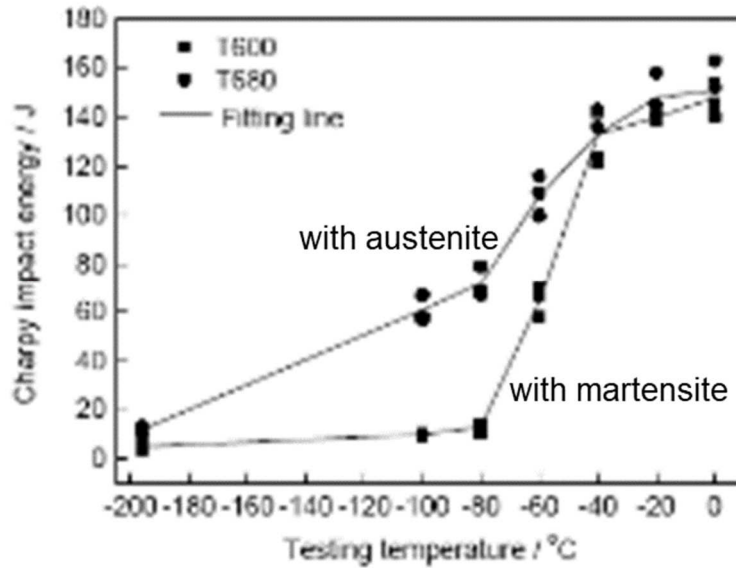


Fig. 6.9 硬質組織がマルテンサイトと残留オーステナイトの場合での吸収エネルギーの遷移挙動の変化[60]

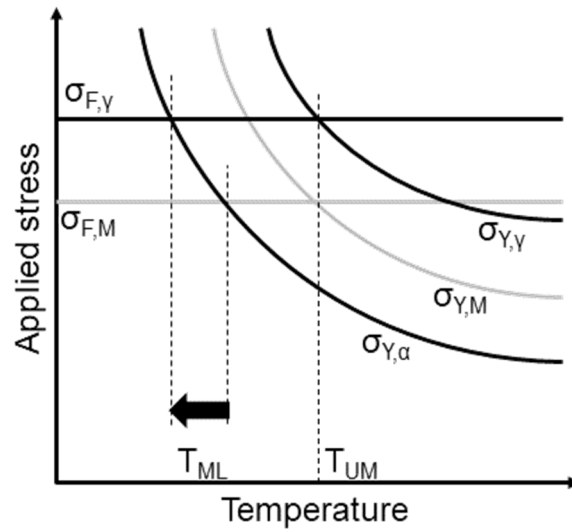


Fig. 6.10 二段階延性脆性遷移の破壊発生モデルにおける硬質組織がマルテンサイトから残留オーステナイトに変わる影響

$\sigma_{Y,\alpha}$ 、 $\sigma_{Y,\beta}$ 、 $\sigma_{Y,\gamma}$: フェライト、マルテンサイト、残留オーステナイトの降伏応力

σ_{FM} 、 $\sigma_{F\gamma}$: マルテンサイトおよび残留オーステナイトのへき開破壊応力

T_{UM} 、 T_{ML} : 第一遷移温度および第二遷移温度

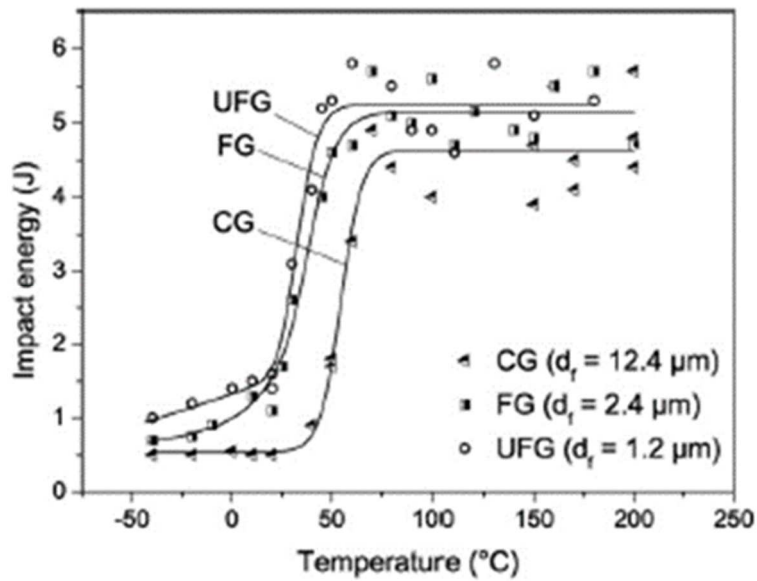


Fig. 6.11 フェライト+マルテンサイト組織の微細化による吸収エネルギー遷移挙動の変化[62]

d_f : 平均フェライト粒径

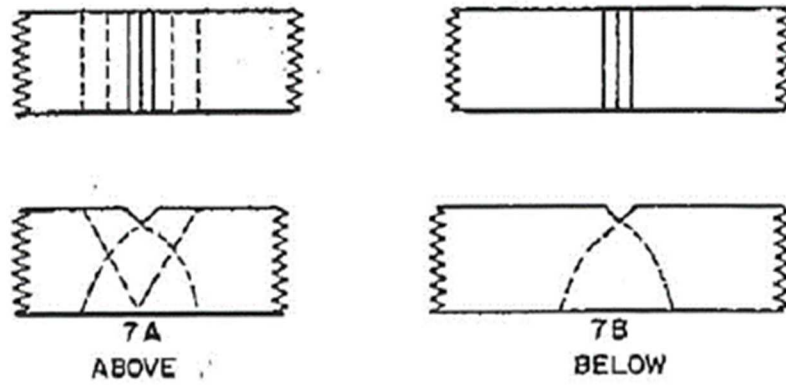


Fig. 6.12 Harris ら[11]の示す低温での遷移温度の直上 (ABOVE) と直下 (BELOW) における試験片表面の塑性変形領域の変化

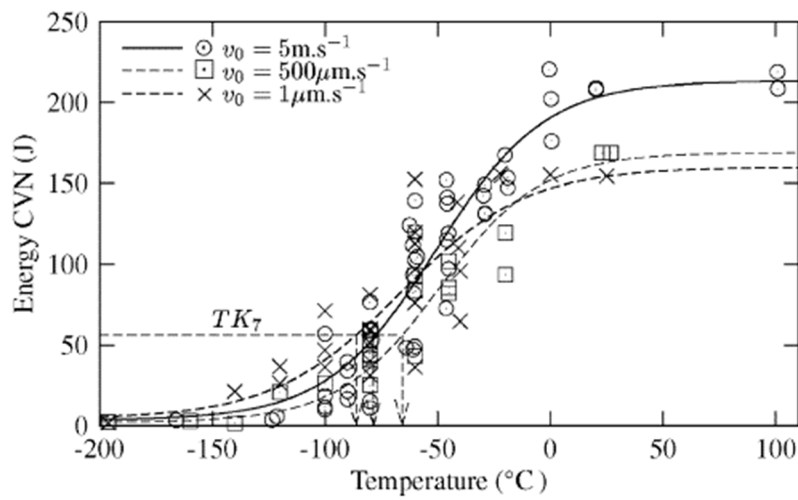


Fig. 6.13 シャルピー衝撃試験のひずみ速度による吸収エネルギー遷移挙動の変化[63]

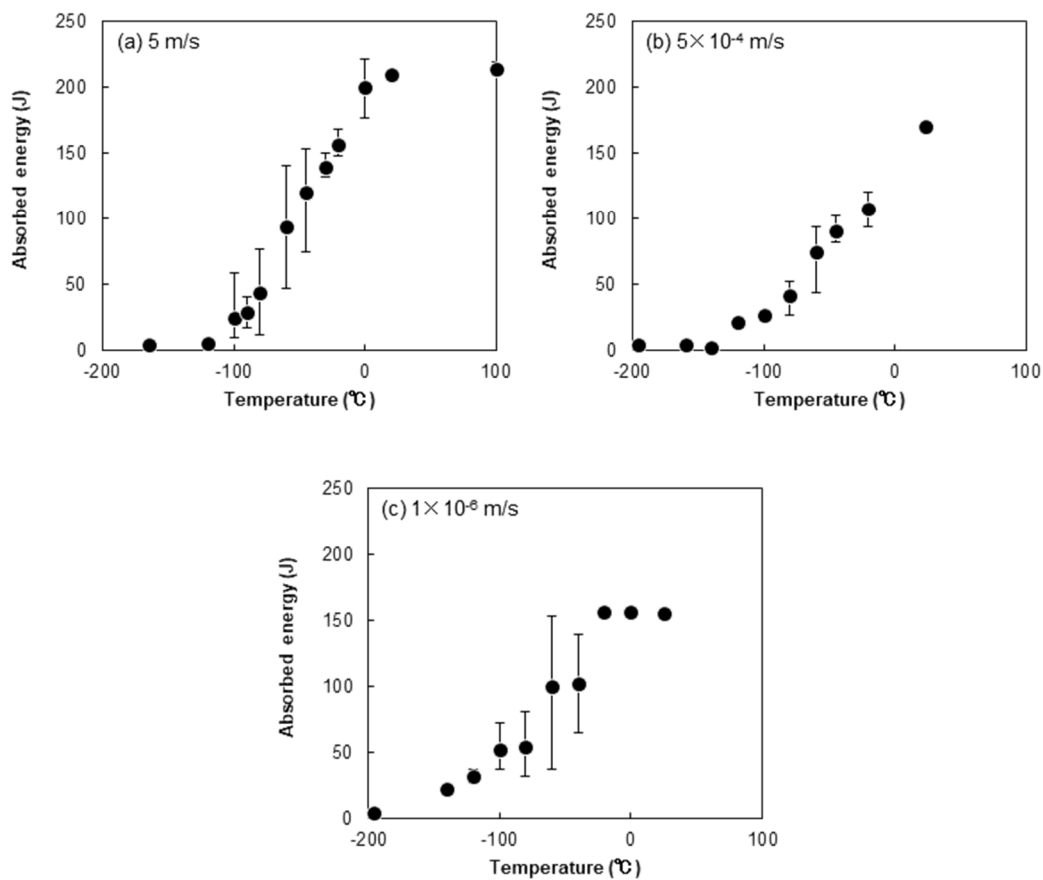


Fig. 6.14 ひずみ速度による吸収エネルギーの遷移挙動の変化 (Fig. 6.13) [63]

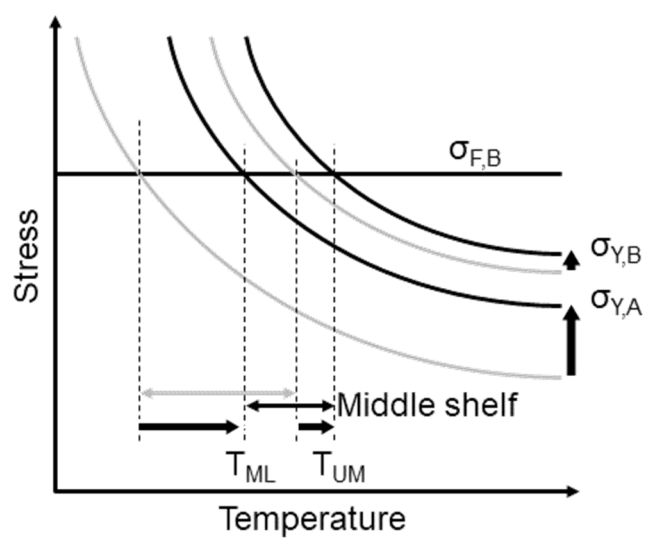


Fig. 6.15 ひずみ速度または応力三軸度の増大による破壊発生挙動の変化

Table 6.2 鉄鋼材料における破壊現象の特徴

	Dislocation		Fracture propagation path		Fractgraph
	Inactive	Active	Intergranular	Transgranular	
Fracture at US		✓		microvoid	Dimple
Fracture at MS (two-step DBT)		✓	✓	slip plane, cleavage plane	LEFS (quasi-cleavage)
Fracture at LS	✓			cleavage plane	LEFS (cleavage)
Fatigue fracture		✓		slip plane	LEFS (with striation)
Hydrogen embrittlement		✓	✓	slip plane, cleavage plane	LEFS (quasi-cleavage)
Liquid metal embrittlement		✓	✓		grain boundary fracture surface
Stress corrosion cracking		✓	✓		grain boundary fracture surface
Creep fracture		✓	✓		grain boundary fracture surface
Fracture at LS (γ -SUS)		✓		slip plane	LEFS (cleavage-like)

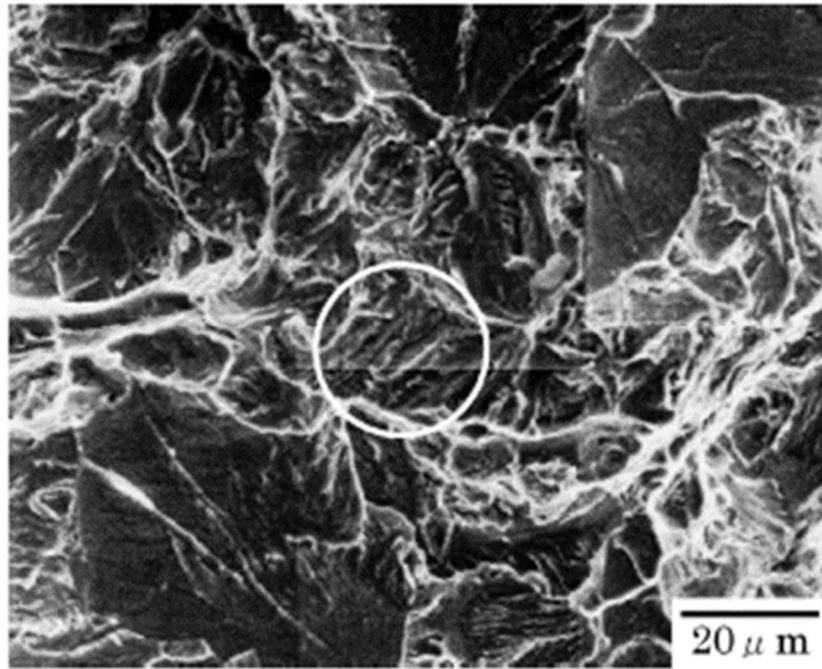


Fig. 6.16 水素添加したフェライト+パーライト鋼の破面[78]

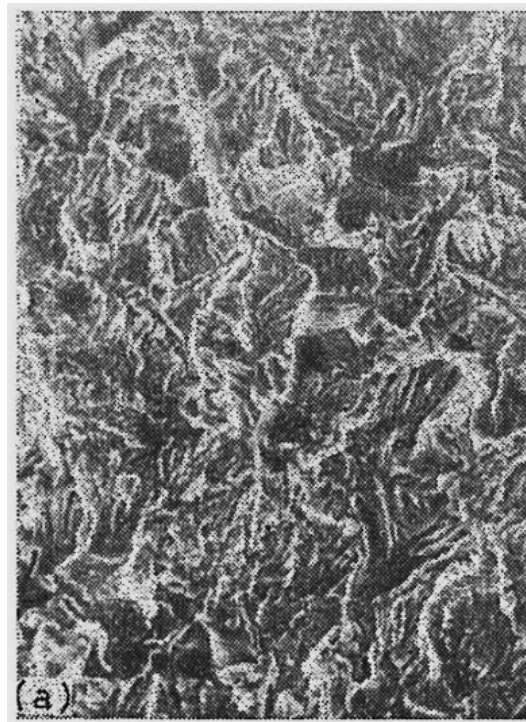


Fig. 6.17 疲労破壊した低炭素鋼の破面[79]

Table 6.3 地質学における結晶質岩の破砕—塑性遷移挙動[80,81]

破壊様式	<----- 脆性 -----><----- 延性 ----->
	<----- 準脆性 ----->
変形特性	<----- 破砕 -----><----- 塑性 ----->
破壊前の永久歪	<----- < 3% -----><----- > 3% -----><----- > 5% ----->
加工軟化	<----- ----->
応力降下	<----- ----->
固結性の損失	<----- ----->
微小破断	<----- ----->
体積増加	<----- ----->
アコースティック ミッション	<----- ----->
強度の圧力依存性	<----- ----->
強度の温度依存性	<----- 低い -----><----- 高い ----->
変形機構	局所化した、または 細部まで行き渡った 微小破断 細部まで行き渡った 微小破断、部分的塑性 完全塑性

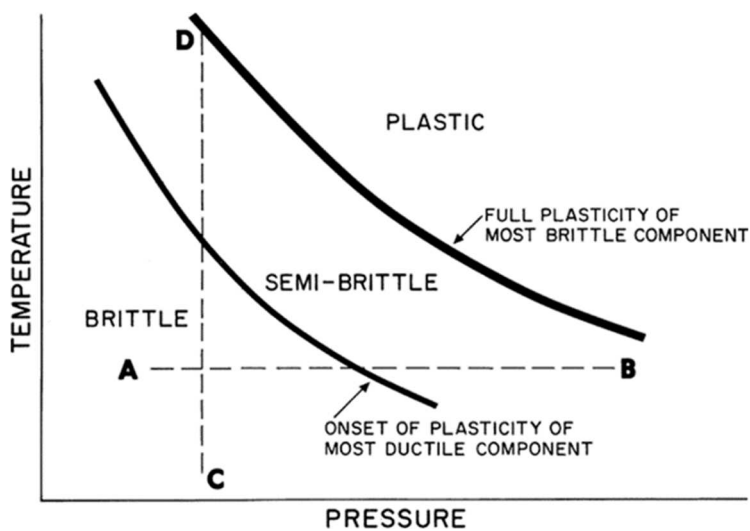


Fig. 6.18 地質学における岩石の脆性—延性遷移ダイアグラム[82]

Table 6.4 複合組織鋼における二段階延性脆性遷移に関する疑問点および本研究で得られた知見

A. 現象の全体観	A1. 再現性、判定基準	・ 様々な複合組織鋼で一般的に起こりうる現象。	2 章、6 章、Appendix 3
	A2. 普遍性	・ 吸収エネルギーと破面率との関係や、middle shelf 破面直下での塑性変形の有無によって判定できる。	
	A3. 発現条件	・ 特性の大きく異なる 2 つ以上の組織で構成されている。 ・ へき開き裂が、へき開破壊では容易に伝播しない。	4 章、5 章
	A4. 破壊の発生機構	middle shelf では軟質組織が先に塑性変形し、硬質組織が降伏する前にへき開破壊が発生する。(破壊発生モデル)	2 章、4 章、5 章
	A5. 破壊の伝播機構	middle shelf ではフェライト粒内の{112}, {001}, {011}および粒界を伝播する。すべり面の伝播はすべり面分離機構を想定。	2 章、3 章、5 章
B. 複合組織鋼の組織因子による影響	B1. 構成組織の特性	・ 構成組織の降伏応力、へき開破壊応力に応じて遷移温度が変化する。	5 章
	B2. 構成組織の分率	・ 硬質組織の分率上昇に伴い、遷移開始温度が上昇する。また、遷移挙動は、一段階→二段階→一段階と変化する。	4 章、5 章
	B3. 構成組織のサイズ	(推定) 微細化により遷移温度が低下する。	6 章
	B4. 構成組織の形態、配置	(本研究では検討していない)	
	B5. その他 (予ひずみなど)	(本研究では検討していない)	
C. 試験条件の影響	C1. 応力集中 (試験片サイズ、ノッチ形状)	(推定) 応力集中および予ひずみエネルギー増大により、第二遷移温度が大きく上昇し、一段階の延性脆性遷移に近づく。	6 章
	C2. ひずみ速度、投入エネルギー		
D. その他	D1. 他の破壊現象との関係	(推定) middle shelf での破壊は水素に助長された破壊や、疲労破壊との共通点が多い。	6 章
	D2. 実用上の課題との関係	(本研究では検討していない)	

付録

Appendix 1 Technical term の整理

A1.1. 背景

本研究は鉄鋼材料の脆性破壊を取り扱うものであり、シャルピー衝撃試験と破壊した試験片の破面観察によって、温度の低下に伴う延性破壊から脆性破壊への遷移 (DBT : ductile to brittle transition) 挙動を評価した。その議論にあたり、ここでは「脆性破壊」や「脆性破面」といった、基本的な technical term を整理し、本研究における意味を定義する。

材料工学において、材料の破壊は主要なテーマの一つである。構造材料として様々な用途で用いられる鉄鋼材料において、「脆性破壊」は数ある破壊現象の中でも重要なものである。「鉄鋼材料における脆性破壊」は、教科書によって記述の仕方は異なるが[1-11]、概ね Table A1.1 に示すように受容されている。鉄鋼材料では、1.4.1 でも述べた、戦時標準船における低温環境での破壊が「脆性破壊」の研究の起点となったことで、bcc 構造を取る α 鉄 (フェライト、パーライト、ベイナイト、マルテンサイト、焼戻マルテンサイトなど) を主体とした材料における低温脆化現象、すなわち、室温で起こる大きな塑性変形の後に破壊に至る「延性破壊」から、低温で起こる「脆性破壊」への変化に対する知見が一早く積みあがった。そして、そこで得られた Table A1.1 に整理した理解が、あたかも鉄鋼をはじめとする金属材料全般の様々な脆性破壊における共通事項であるかのように広まり、定着してしまっただけに見える[3,8,9,11]。

しかしながら、「脆性破壊 (brittle fracture)」という言葉は、本来は単に、塑性変形をほとんど伴わない破壊[1,4,7,12-19]、および/または、き裂が急速に伝播する不安定破壊[2,5,6,16]、そしてその結果として破壊に要するエネルギーが小さい破壊[1,12,20]のことを指し、Table A1.1 に示した破壊の機構や破面によって規定されるものではない。実際、鉄鋼材料の破壊においても、水素脆化[17,21,22] や液体金属脆化[23,24]のように、破壊機構や破面が低温脆化の場合とは異なるとされる破壊現象にも、「脆性破壊 (brittle fracture)」や「脆化 (embrittlement)」という言葉が一般に使われる。また、クリープによる破壊[25]や、応力腐食割れによる破壊[26]に対しても、同じく「脆性破壊」を用いる例がある。

対象をそこまで広げず、鉄鋼材料における低温脆化現象のみに絞ったとしても、例えば、窒素添加したオーステナイト系ステンレス鋼[27]では低温脆化が起こるが、その破面はすべり面に沿っており、へき開破壊とは異なる機構で破壊が進行していると考えられている[28]。また、一般的な鉄

鋼材料と同じく bcc 鉄からなる鋼材であっても、マルエージ鋼における低温脆化[29]では、破面はディンプルに覆われた、Table A1.1 に従えば、「延性破面」でありながら、吸収エネルギーが低下して「脆性破壊」を起こすことが知られている。

Table A1.2 に、梅澤[30]による巨視的な破壊に要する仕事 (=エネルギー) と破面の定義との整理を示す。材料の破壊について研究する目的は、破壊に要する仕事を大きく、かつ、安定にすることで、安全な材料を供することにある。「脆性破壊」、「延性破壊」という語句は、この目的と対応しており、両者はそのまま高エネルギー破壊、低エネルギー破壊などと称しても違和感が無い。一方、破面観察は、上述の研究目的を達成するための手段として、破壊の機構を知るために行うものである。破面から得られる破壊の機構の情報として、最も顕著なものはディンプルの有無であり、これに応じて、ディンプルに覆われた破面は「延性破面」、ディンプルが無いかわっても僅少な破面は「脆性破面」とされている。Table A1.1 に示したように、多くの鉄鋼材料の低温脆化現象では破壊と破面の分類は一致していたが、様々な鉄鋼材料および脆化現象を考慮する、あるいは、様々な金属材料 (アルミ合金[31,32]、チタン合金[33,34,35]、ニッケル合金[36]や、その他の金属材料[37]) における破壊を考慮すると、Table A1.2 に示したように、必ずしも両者は一致しない場合がある。

更に、「脆性破壊」と「延性破壊」は絶対的な現象を指す語句ではない。岸[12]による世界大百科事典での定義を参照すれば、「この術語（「脆性破壊」と「延性破壊」を指す）は対をなすが、本来の破壊までに材料が示す変形の大きさや破壊までに要するエネルギーの大きさの違いに対して用いられるものであり、絶対的な基準があるわけではなく、あくまでも相対的なもの」でしかない。そのため、個々の事象における想定、期待値、必要特性といった恣意的に決定された基準によって「脆性破壊」かどうかは判断される。例えば、切欠引張試験や低温引張試験などで見られる早期破断現象は、塑性変形が相当に進行した後の破断[38,39]であっても、試験者が比較する対象が室温での平滑試験片における延性であれば、Table A1.1 に示す「脆性破壊」にはふさわしくなくとも、それは「脆性破壊」として扱われる。むしろ、教科書によっては、金属材料における脆性破壊は、「ほとんど必ず塑性変形が前駆現象として現れ、一般にはかなりの塑性変形をきたす[40]」とするものさえある。

このように、「脆性破壊」、そして対になる「延性破壊」という語の持つ意味は広く、あいまいである。また、Table A1.1 に従わない低エネルギーでの破壊現象は、鉄鋼材料であってさえ、数多く存在する。本研究で対象とした複合組織鋼における二段階延性脆性遷移も、第2章で詳述するように、Table A1.1 に示した鉄鋼材料における脆性破壊の一般的な理解では整理しがたい現象である。middle shelf における破壊では、破面の特徴は明らかに「脆性破面」であるが、吸収エネルギーは鉄

鋼材料における典型的な「低温脆性破壊」よりも明らかに高い。

A1.2. 本研究における各語の定義および使用指針

以上に述べた見地から、本研究では、破壊の機構を詳細に議論するため、「脆性破壊」、「脆性破面」、「延性破壊」、「延性破面」の各語について、以下のように定義する。更に、混乱を避けるため、極力これらの語句は用いず、後述する、より具体的な語句 (Table A1.3) を用いることとする。

1. 「脆性破壊」および「延性破壊」

Table A1.2 の整理に従い、「破壊に要するエネルギーの小さい破壊」を「脆性破壊」、「破壊に要するエネルギーの大きい破壊」を「延性破壊」として、それぞれ定義する。シャルピー衝撃試験においては、破壊に要するエネルギーの大小は、そのまま衝撃吸収エネルギーの大小として評価することができる。しかしながら、本研究では中位の吸収エネルギーを示す破壊を取り扱うため、大小 2 つのみの区分では破壊現象を区別しがたい。よって、2~6 章および Appendix 1~7 においては、3 つの吸収エネルギーの準位を表す「upper shelf 相当」「middle shelf 相当」「lower shelf 相当」や、具体的な吸収エネルギーの値を示し、議論を行う。

2. 「脆性破面」

Table A1.2 の整理に従い、「ディンプルが無いかほとんど存在しない破面」を「脆性破面」として定義する。しかしながら、鉄鋼材料の分野においては、Table A1.1 に示した、「脆性破面=へき開破壊ないし粒界破壊によってできた破面」とする認識が強固に広がっており、破壊の機構を議論するにあたってこの語句を使用しては先入観を排除し得ないと判断した。よって、単なる言い換えであるが、「ディンプルが無いかほとんど存在しない破面」として、新たに「低エネルギー破面 (LEFS : low energy fracture surface)」という語句を作り、用いることとした (2.3.1)。本研究では、中位の吸収エネルギーを示す試験片であってもディンプルのほとんど無い破面に覆われるが、脆性という言葉を使わないことで、LEFS はこれらの破面も包括した概念として用いる。

また、ディンプルの有無のみで破面を特徴づけるのみでは、破壊の機構を議論するには不十分である。Table A1.2 に示す破面の分類のうち、特に擬へき開破面[41]は、へき開破面と相似であるが塑性変形の痕跡が認められる破面であり、破壊の機構を考えるうえで両者を分けて議論することが望まれる。しかしながら、擬へき開破面も、また、様々な定義[41-46]があり、へき開破面と区別する

手段も確立していない。本研究では、擬へき開破壊 (QCF : quasi-cleavage fracture) を、「明瞭な塑性変形の後にかかる、破面がディンプルを伴わない、低エネルギーの破壊」[42]と捉えて定義する。そして、擬へき開破面は、第2章において破面直下の結晶方位解析を行い、LEFS 周辺において大きな塑性変形が起きていることを確認し、区別した。また、へき開破面は、破面の様相から判断するのではなく、第2,3章において破面直下の結晶方位解析から、破壊が主に{001}面に沿って進展していることを確認し、区別した。さらに、第2,3章の結果を基に、第4,5章では、吸収エネルギーと破面における LEFS の割合との関係から、それぞれの試験片における破壊が擬へき開破壊であるかへき開破壊であるか、判断した。

3. 「延性破面」

Table A1.2 の整理に従い、ディンプルに覆われた破面として定義する。本研究で延性破面を呈した試験片は、いずれも吸収エネルギーが大きく、破壊の特徴と破面の特徴との齟齬は起きていない。しかしながら、破壊の機構を議論すべく「脆性破面」という単語を用いないようにするため、それと対となる「延性破面」という単語を用いることも避ける。より破壊の機構を具体的に表す語として、ディンプルに覆われた破面は、マイクロボイド連結型破面 (MVCFS : microvoid coalescence fracture surface) [42]と呼称する。また、破壊の機構を議論する際に、擬へき開破壊およびへき開破壊と対比する語として、マイクロボイド連結型破壊を用いる。

参考文献 (Appendix 1)

1. 荒木透 : 鉄鋼材料学, 丸善, 1970, 94
2. J.F. Knott : Fundamentals of Fracture Mechanics, 破壊力学の基礎, 宮本博 (訳), 培風館, 1977, 7
3. 講座・現代の金属学 材料編編集委員会 : 講座・現代の金属学 材料編 第4巻 鉄鋼材料, 日本金属学会, 1985, 61
4. 小林英男 : 破壊力学, 共立出版, 1993, 23
5. 三村宏, 町田進 : 基礎 材料強度学, 培風館, 2000, 60
6. 高木節雄, 津崎兼彰 : マテリアル工学シリーズ2 材料組織学, 朝倉書店, 2000, 422
7. C.R. Brooks and A. Choudhury : Metallurgical failure Analysis, 金属の疲労と破壊 —破面観察と破損解析— 第2版, 加納誠, 菊池正紀, 町田賢司 訳, 内田老鶴圃, 2001, 99

8. G. Krauss : Steels : Processing, Structure, and Performance, ASM International, Materials Park, OH, 2005, 201
9. T.L. Anderson : 破壊力学 基礎と応用 第3版, 栗飯原周二 監訳, 金田重裕, 吉成仁志 訳, 森北出版, 2008, 224
10. Metallurgy for the Non-Metallurgist, 2nd Ed., edited by A.C. Reardon, ASM International, Materials Park, OH, 2012, 396
11. 牧正志 : 鉄鋼の組織制御 その原理と応用, 内田老鶴圃, 2015, 107
12. 岸輝雄 : 世界大百科事典 15, 改訂新版, 平凡社, 2007, 351
13. 林邦夫 : 日本大百科全書 13, 小学館, 1987, 376
14. 日本語大辞典, 講談社, 1989, 1070
15. McGraw-Hill Dictionary of Scientific and Technical terms, 5th ed., マグロウヒル 科学技術用語大辞典 第3版, 日刊工業新聞社, 2000, 937
16. 岸輝雄 : 金属の百科事典, 丸善, 1999, 403
17. 東田賢二 : 鉄の事典, 朝倉書店, 2014, 311
18. 応用物理用語大辞典, オーム社, 1998, 477
19. (一社) 日本機械学会 機械工学辞典 電子版, <https://www.jsme.or.jp/jsme-medwiki/07:1006763>, 2017年10月30日時点
20. フリー百科事典『ウィキペディア (Wikipedia)』日本語版, <https://ja.wikipedia.org/wiki/%E8%84%86%E6%80%A7>, 2016年4月15日更新, 2020年10月8日時点
21. 南雲道彦 : 水素脆性の基礎 水素の振るまいと脆化機構, 内田老鶴圃, 2008, 253
22. A. Shibata, T. Matsuoka, A. Ueno, and N. Tsuji : Int. J. Fract, 205, 2017, 73
23. S.P. Lynch : Acta metall., 32, 1984, 79
24. T. Auger, S. Hémy, M. Bourcier, C. Berdin, M. Martin, and I. Robertson, Frattura ed Integrità Strutturale, 35, 2016, 250
25. 服部敏雄 : 最新 フラクトグラフィ 各種材料の破面解析とその事例, 塩谷義, 松尾陽太郎, 服部敏雄, 川田宏之 (編), テクノシステム, 2010, 63
26. T. Magnin, R. Chieragatti, and R. Oltra : Acta Metall. Mater, 38, 1990, 1313
27. J.D. Defilippi, K.G. Brickner, and E.M. Gilbert : Trans. Met. Soc. AIME, 245, 1969, 2141
28. Y. Tomota and S. Endo : ISIJ Int., 30, 1990, 656

29. W. Sha and Z. Guo : *Maraging Steels: Modelling of microstructure, properties and applications*, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, UK, 2009, 49
30. 梅澤修 : 講義資料, 2016
31. P. Das, R. Jayaganthan, and I.V. Singh : *Mater. Des.*, 32, 2011, 1298
32. S.P. Lynch, B.C. Muddle, and T. Pasang : *Acta mater.*, 49, 2001, 1298
33. 物質・材料研究機構 構造材料データシート, 宇宙関連材料強度データシート No.1, Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金 (φ180 鍛造材) の極低温破壊靱性および高サイクル疲労特性データシート, 物質・材料研究機構, 2003
34. C. Zheng, F. Wang, X. Cheng, K. Fu, J. Liu, Y. Wang, T. Liu, and Z. Zhu : *Mater. Sci. Engng. A*, 608, 2014, 53
35. 金森成志, 阿部英嗣, 田川哲哉, 宮田隆司 : *材料*, 51, 2002, 1352
36. F. Ebrahimi and T.G. Hoyle : *Acta mater.*, 45, 1997, 4193
37. S.P. Lynch : *Metal Sci.*, 15, 1981, 463
38. E. Merson, A.V. Kudrya, V.A. Trachenko, D. Merson, V. Danilov, and A. Vinogradov : *Mater. Sci. Engng. A*, 665, 2016, 35
39. A. Kumar, A.J. Wilkinson, and S.G. Roberts : *J. Microsc.*, 227, 2007, 248
40. 矢島悦次郎, 西野洋一 : 若い技術者のための機械・金属材料 第2版, 矢島悦次郎, 市川理衛, 古沢浩一, 宮崎亨, 小坂井孝生, 西野洋一共著, 丸善, 2002, 71
41. 梅澤修 : *熱処理*, 50, 2010, 458
42. G.R. Odette *J. Nucl. Mater.* 212-215 1994 45
43. 三村宏, 町田進 基礎 材料強度学 培風館 2000 97
44. 塩谷義, 松尾陽太郎, 服部敏雄, 川田宏之 (編集) : 最新 フラクトグラフィ 各種材料の破面解析とその事例, テクノシステム, 2010
45. 加部重好, 大槻洋三, 野口貴生 : 群馬県立産業技術センター研究報告書, 2012, 55
46. W. Zhang, H. Wang, J. Zhang, W. Dai, and Y. Huang : *Metals*, 198, 2017, doi:10.3390/met7060198

Table A1.1 鉄鋼材料分野における脆性破壊、延性破壊の一般的な理解

	脆性破壊 Brittle fracture	延性破壊 Ductile fracture
破壊に要するエネルギー	小	大
塑性変形	無し～ほとんど無し	大
破面	平坦な脆性破面	ディンプルに覆われた延性破面
破壊機構	へき開破壊 粒界破壊	マイクロボイドの発生、 成長、連結

Table A1.2 巨視的な破壊に要する仕事と対応する破面[30]

破面の名称	脆性破面		延性破面	
	へき開(粒内) 剥離(粒界)	ファセット混入 (擬へき開、粒界割れ)	微細ディンプル (粒内、粒界)	等軸ディンプル
破壊に要するエネルギー(=破壊の特徴)	低エネルギー			高エネルギー
破壊の名称	脆性破壊			延性破壊

Table A1.3 本研究における破面と破壊機構、吸収エネルギーとの関係

破面の名称	脆性破面※ 低エネルギー破面(LEFS, low energy fracture surface)		延性破面※※ マイクロボイド連結型破面 (MVCFS)
	破面の特徴	ディンプル僅少～無し	
破面直下の塑性変形	小	大	特大
破壊の機構を考慮した破面の名称	へき開破面 (CFS, cleavage fracture surface)	擬へき開破面 (QCFS, quasi-cleavage fracture surface)	マイクロボイド連結型破面 (MVCFS, microvoid coalescence fracture surface)
破壊の機構	へき開破壊 (CF, cleavage fracture)	擬へき開破壊 (QCF, quasi cleavage fracture)	マイクロボイド連結型破壊 (MVCF, microvoid coalescence fracture)
吸収エネルギー	低位、LS相当	中位、MS相当	高位、US相当

Appendix 2 極低炭素鋼板における延性脆性遷移挙動に及ぼすフェライト粒径の影響

A2.1. 目的

鉄鋼材料の強度-靱性バランスは、結晶粒径が微細になることで改善するとされる[1-4]。しかしながら、それらの結果はフェライト単相ではなく、セメンタイトやその他の組織を含む組織における結果である。フェライト以外の組織を含む材料では、結晶粒径とともに様々な組織因子も同時に変化するため、粒径のみの影響を抽出することは難しい。特に、粒径の微細化に加えて、破壊の起点となるセメンタイトの微細化による効果が重畳しており、後者の効果が大きいとする報告も多い[5-8]。

ここでは、結晶粒径による鉄鋼材料の延性脆性遷移挙動への影響を確認するため、含有する炭素量をフェライト中への固溶限以下に制限した、フェライト単相鋼を評価した結果を示す。

A2.2. 実験条件

Table A2.1 に、供試材の化学組成、フェライト粒径、硬さ、および延性脆性遷移温度を示す。供試材は真空溶解によって作成し、含有する炭素量をフェライトの固溶限近傍に制限し (Fig. 4.6)、セメンタイトの生成を抑制しつつ[9]母材のフェライト粒内が脆性破壊しやすいように[10]Si を 1 wt% 添加し、フェライト粒界が破壊しづらくなるように P を低減し[11]、更に、破壊の起点となる介在物[12,13]を減らすために S と N を低減した。その上で、フェライト粒径を変化させるため、Mn を 0 wt% と 2 wt%、Ti を 0 wt% と 0.03 wt% と、それぞれ 2 水準に振って組み合わせ、4 つの組成の極低炭素鋼 (LM、LMT、HM、HMT) を得た。なお、HM 材は 4 章で使用したフェライト単相材 (P0) だが、本章における他の供試材と対照させるため、本章では HM 材と呼称する。

真空溶解で作成した鋼塊に、1173 K 以上の温度で熱間圧延を施して板厚を 3.5 mm とし、そのまま 923 K に加熱した Ar 雰囲気炉内で 1 h 保持したのち、室温まで空冷した。その後、再び 923 K までは再加熱し、3 h 保持した。ThermoCalc による計算から、HM 材においてフェライトの固溶炭素量が最大となる温度は 932 K であり、セメンタイトの無いフェライト単相鋼を得るために、その至近である 923 K で等温保持してフェライトへの炭素の固溶を促進した。

フェライト粒径は、ナイタール腐食した TD 面の板厚 1/2 の箇所におけるマイクロ組織を FE-SEM で観察し、求積法によって得られる円相当径を採用した。

供試材の強度として、マイクロ組織を観察した箇所の周辺でビッカース硬さを測定した。測定荷重は1 kgfとし、5点測定した平均値を硬さとして採用した。

シャルピー衝撃試験は2.2.2.に記載の条件で行い、板厚3.5 mmの鋼板の両面を機械研削し、2.0 mmとし、Fig. 2.3に記載のサブサイズCVN試験片を作成して評価した。

A2.3. 実験結果

Fig. A.2.1に、供試材の二次電子像を示す。平均フェライト粒径は、最も大きい(a) LM材で76 μm であり、最も小さい(d) HMT材で19 μm であった。酸化物、窒化物、あるいは硫化物と見られる数 μm サイズの若干粗大な介在物は見られるが、粗大なセメンタイトは認められなかった。

Fig. A.2.2に結晶粒径の-1/2乗とビッカース硬さとの関係を示す。粒径が微細であるほど強度が高い傾向が認められた。

Fig. A.2.3にシャルピー衝撃試験における吸収エネルギーの遷移挙動を示す。4つの供試材とも、吸収エネルギーは二極化して鮮明なupper shelfとlower shelfとに分かれ、中間の吸収エネルギーを示す試験片は現れなかった。

低エネルギーでの破壊は、LM材において、最も高温の213 Kで発生した。一方、LM材では吸収エネルギーの大きい破壊も、203 Kまでは発生しており、203 Kおよび213 Kでは破壊の形態が試験片ごとに極端に異なっていた。この結果から、LM材の延性脆性遷移温度は、203 Kと213 Kの間である、208 Kとして評価した。同様に、LMT材、HM材でも高低両方の破壊を起こす試験片が現れる温度域があり、延性脆性遷移温度はそれら温度域の中間にあたる188 K、153 Kとして、それぞれ評価した。HMT材では133 Kではupper shelf相当の吸収エネルギーを呈する破壊のみが起り、113 Kではlower shelf相当の吸収エネルギーを呈する破壊のみが起きたことから、延性脆性遷移温度を123 Kとした。

Fig. A.2.4にフェライト粒径の-1/2乗を横軸とし、延性脆性遷移温度を縦軸として示す。フェライト粒径の微細化に伴い、延性脆性遷移温度は直線的に低下する。Fig. A.2.2に示したように、粒径の微細化は強度を上昇させ、この観点からはむしろ靱性を劣化させる懸念がある。また、マンガンの増加によって、そしてチタンの添加によってフェライト粒径は微細になっているが、前者[14]、後者[15]ともに、各元素の影響としては延性脆性遷移温度を上げると考えられる。それにも関わらず、フェライト粒径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が得られたことから、結晶粒の微細化によって靱性が改善したと判断できる。

A2.4. 小括

含有炭素量をフェライトの固溶限である 50 wt-ppm に制限した 4 つの極低炭素薄鋼板において、サブサイズ試験片を用いたシャルピー衝撃試験を行った。結果は以下の通りである。

1. 4 鋼種とも、吸収エネルギーは高温では upper shelf、低温では lower shelf を呈する。すべての試験片の吸収エネルギーはそのいずれかに属し、それらの中間の吸収エネルギーを示した試験片は現れなかった。
2. フェライト粒径が微細な供試材ほど低い延性脆性遷移温度を示した。フェライト粒径の微細化は、Mn 添加および Ti 添加といった、個別には靱性を劣化させる因子によって達成されていること、また、破壊の起点となる粗大なセメントイトはいずれの鋼種にも見られなかったことから、今回の試験結果はフェライト粒径の微細化に伴って靱性が改善することを示している。

参考文献 (Appendix 2)

1. 牧正志 : 鉄鋼の組織制御 その原理と応用, 内田老鶴圃, 2015, 125
2. M.J. Roberts and W. Jolley : Metall. Trans., 1, 1970, 1389
3. 市之瀬弘之, 田中淳一, 山田真, 越賀房夫, 田中甚吉, 生駒勉 : 日本鋼管技報, 57, 1972, 357
4. S. Matsuda, T. Inoue, H. Mimura, and Y. Okamura : Trans. ISIJ, 12, 1972, 325
5. 栗飯原周二, 土田豊 : 日本造船学会誌, 798, 1995, 886
6. N.J. Petch : Acta Metall., 34, 1986, 1387
7. B. Mintz, W.B. Morrison, and A. Jones : Metals Tech., 6, 1979, 252
8. D.A. Curry and J.F. Knott : Metal Sci., 12, 1978, 511
9. G. Ghosh and G.B. Olson : Acta Mater., 50, 2002, 2099
10. W.W. Gerberich, Y.T. Chen, D.G. Atteridge, and T. Johnson : Acta Metall., 29, 1981, 1187
11. 木村宏 : 鉄と鋼, 79, 1993, N754
12. 今井勇之進 : 鉄と鋼, 51, 1965, 2336
13. J. Du, M. Strangwood, CL. Davis : J. Mater. Sci. Technol., 28, 2017, 878
14. 田中將己, 前野圭輝, 吉村信幸, 星野学, 植森龍治, 潮田浩作, 東田賢二 : 鉄と鋼, 100, 2014, 1267
15. R. Langeborg, T.Siwecki, S. Zajac, and B. Hutchinson : Scand. J. Metall., 28, 1999, 186

Table A2.1 フェライト単相鋼供試材の化学組成、平均粒径、ビッカース硬さ、および、延性脆性遷移温度

Steel	Chemical compositions							Grain diameter (μm)	Hardness (HV1kgf)	DBT temperature (K)
	C wt.-ppm	Si wt%	Mn wt%	P wt%	S wt.-ppm	Ti wt%	N wt.-ppm			
LM	51	1.00	0.05	0.005	9	< 0.003	9	76	126	208
LMT	53	0.99	0.05	0.005	9	0.031	9	61	132	188
HM	54	1.02	1.96	0.005	11	< 0.003	8	28	146	153
HMT	54	1.04	2.20	0.005	16	0.030	12	19	147	123

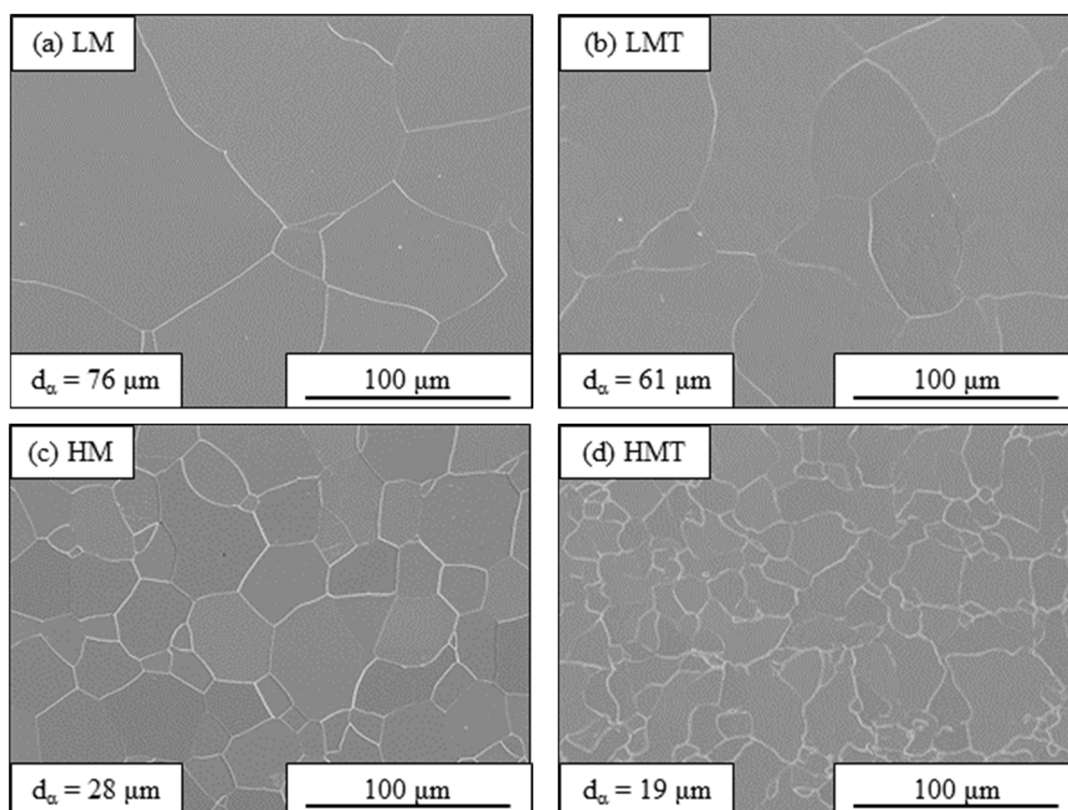


Fig. A2.2 フェライト単相鋼供試材のSEM観察結果

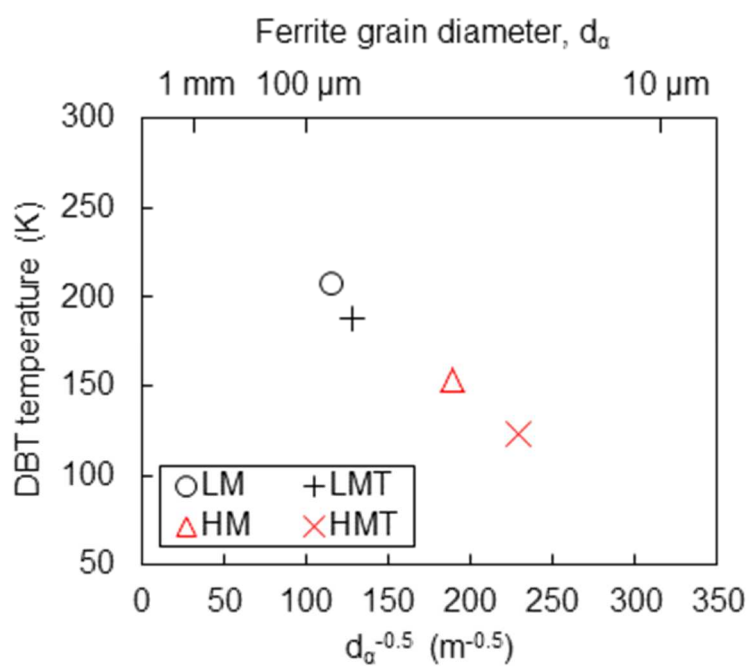


Fig. A2.4 フェライト単相鋼における延性脆性遷移温度と平均粒径の関係

Appendix 3 様々な複合組織鋼においてみられる二段階遷移挙動

A3.1. シャルピー衝撃試験結果

第2～5章で示した実験に先立って、様々な複合組織鋼板をシャルピー衝撃試験によって評価した。

Table A3.1 に、供試材として用いた複合組織鋼の一覧を示す。いずれも、真空溶解したインゴットから作成した実験材である。シャルピー衝撃試験には、Fig. 1.29 に示す積層シャルピー試験片[1-4]、あるいは、Fig. 2.3 に示すサブサイズ CVN 試験片を用いた。その他の試験条件は、2.2.2.に記載した条件に揃えた。

Fig. A3.1 に、A 材の遷移温度域における破面写真を示す。A 材の板厚は 1.2 mm であり、8 枚重ねて板厚の合計を 9.6 mm とした積層シャルピー試験片とし、シャルピー衝撃試験を行った。試験前の試験片の形状はフルサイズの CVN 試験片と相似であるが、8 枚の板で個別に破壊が発生し、それぞれの板の内部においてのみ破壊が伝播しており、鋼板を超えて破壊が伝播する例は認められなかった。また、個々の板の破面の様相は、Fig. 2.6～9 に示したサブサイズ試験片における破面と相似であった。

Fig. A3.2～7 に、各供試材における、シャルピー衝撃試験での吸収エネルギーの遷移挙動を示す。いずれの供試材においても、試験温度の低下に伴って吸収エネルギーが低下する、DBT が認められる。また、いずれの供試材においても、300～200 K に遷移開始温度が存在し、吸収エネルギーが大きく低下する。このうち、A、C、E、F 材においては、遷移開始直後に大きく吸収エネルギーが低下したのち、温度を低下させても吸収エネルギーがほとんど変動しない温度域が数 10 K に渡って続き、そこから、更に温度低下させると、吸収エネルギーは更に低下した。

供試材はいずれも複合組織を有する高強度薄鋼板であるが、Table A3.1 に示す A、C、E、F 材の特徴から、これらに共通する点を見出すことはできなかった。試験片形状は、A、C 材では積層試験片であり、板厚はそれぞれ 1.2、1.4 mm である。E、F 材ではサブサイズ試験片であり、板厚はそれぞれ 2.3、2.6 mm である。主体となるマイクロ組織は、A、E 材ではベイナイトであり、C 材では塊状のフェライトであり、F 材では低強度のマルテンサイトである。A、C、F 材は塊状のフェライトを含むが、E 材は含まない。A、C、E 材は硬質なマルテンサイト、およびまたは、残留オーステナイトからなる MA を含むが、F 材は含まない。また、A、C、E 材はベイナイトを含むが、F 材は含まない。また、いずれも高強度ではあるが、TS は 918～1168 MPa、 $\sigma_{0.2\%}$ は 456～857 MPa と、これら 4 つの供試材で、大きく変動している。

また、A、C、E、F 材のように明瞭ではないが、B 材は 233 K から 203 K において、D 材も 233 K

から 213 K において、A、C、E、F 材と同様に、それぞれ吸収エネルギーが下げ止まっているようにも見える。

Fig. A3.8 に、A 材における破面の遷移挙動を示す。A 材は積層試験片であり、その破面に占める LEFS の割合は、Fig. A3.1 に示した破面の観察結果から、8 枚の個々の板において、破面に占める LEFS の割合をそれぞれ求め、その単純平均をその試験片の破面に占める LEFS の割合とした。A 材では 193 K から 133 K にかけて、吸収エネルギーが下げ止まっていたが、その温度域においては破面のほとんどは LEFS に覆われている。そのため、133 K から 77 K にかけては、破面の特徴に変化は認められなかった。Fig. A3.9 に、A 材における破面と吸収エネルギーの関係を示す。吸収エネルギーは、LEFS の割合の上昇に伴い低下するが、298 K から 253 K の upper shelf から 77 K の LS へと遷移するのではなく、LEFS の割合の上昇に合わせて lower shelf よりも高いエネルギー準位に向けて直線的に低下した。そして、LEFS に覆われた時点では upper shelf と lower shelf に対して中位の吸収エネルギーを取り、そこから温度が低下すると、吸収エネルギーのみが低下した。

以上の結果から、これらの複合組織鋼では一般的な温度低下に伴う延性脆性遷移とは異なる事象が起きたと推定した。A～F 材において、共通する特徴は複合組織鋼であることであり、試験片、構成組織、強度などは異なることから、本現象は複合組織鋼において広く起こりうる現象であると着想した。そこで、鉄鋼材料において最も単純な複合組織鋼の一つであるフェライト+パーライト組織を用い、第 2 章からの検討を行った。

A3.2. Middle shelf における破面の起点近傍の観察結果

破壊の機構を議論するうえで、破壊の起点を知ることは重要である。しかしながら、本研究では、第 2～5 章における供試材、および、Table A3.1 に示した供試材のいずれにおいても、吸収エネルギーが中位で安定する middle shelf での破面における破壊起点を見つけることができなかった。

middle shelf において破壊した試験片の、破壊起点周辺の観察結果の例として、第 2 章で用いたフェライト+パーライト組織 (FP 材) における結果 (Fig. 2.11) を、改めて Fig. A3.10 に示す。更に、Fig. 3.11 にその拡大写真を示すが、矢印で示す、破壊の起点に見える領域[5-7]が複数観察される。しかしながら、Fig. 3.12 に例示するように、その領域をさらに拡大しても明瞭な起点を見つけることはできず、middle shelf における破壊の起点は判然としなかった。同様に、Table 3.1 に示した供試材において、いずれの場合も middle shelf における破壊の起点を捉えることはできなかった。

参考文献 (Appendix 3)

1. J. Wang, C.M. Enloe, J.P. Singh, and C.D. Horvath : SAE Int. J. Mater. Manuf., 9, 2016, 488
2. J.C. Pang, H.L. Yi, Q. Lu, C.M. Enloe, and J.F. Wang : JOM, 71, 2019. 1329
3. O.L. Tower : metal. constr., 18. 1986, 171R
4. J.D. Embury, N.J. Petch, A.E. Wraith, and E.S. Wright : Trans. Metall. Soc. AIME, 239, 1967, 114
5. 服部敏雄 : 最新 フラクトグラフィ 各種材料の破面解析とその事例, 塩谷義, 松尾陽太郎, 服部敏雄, 川田宏之編, テクノシステム, 2010, 3
6. 田川哲哉, 高山直樹, 今村駿吾, 伊木聡 : 鉄と鋼, 102, 2016, 295
7. C.R. Brooks and A. Choudhury : Metallurgical failure Analysis, 金属の疲労と破壊 ー破面観察と破損解析ー 第2版, 加納誠, 菊池正紀, 町田賢司 訳, 内田老鶴圃, 2001, 247

Table A3.1 延性脆性遷移挙動を評価した高強度複合組織鋼板の一覧

Steel	Thickness	Impact test specimen		Microstructure	$\sigma_{0.2\%}$	TS
	mm	Sub-size	Stacked		MPa	MPa
A	1.2		✓	B + α + MA	775	1168
B	1.6		✓	α + M + B	488	879
C	1.4		✓	α + B + MA	563	975
D	2.3	✓		B + MA	397	814
E	2.4	✓		B + MA	456	918
F	2.6	✓		M + α	857	1120

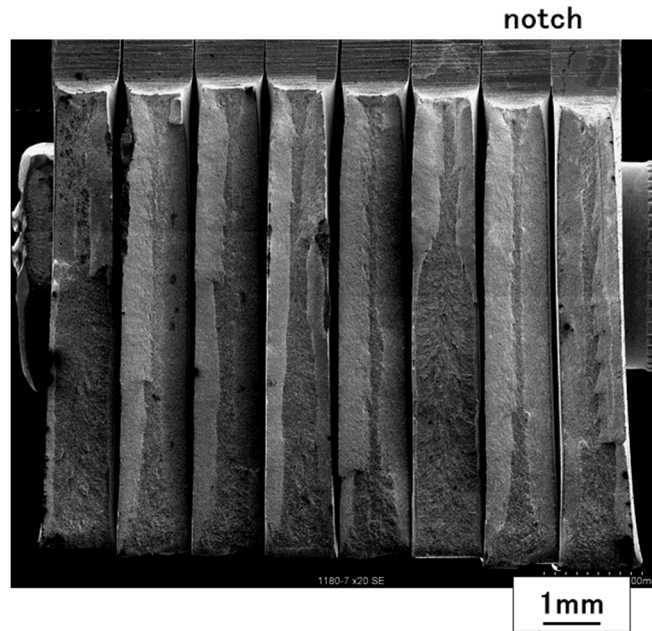


Fig. A3.1 遷移域で評価した積層シャルピー試験片の破面

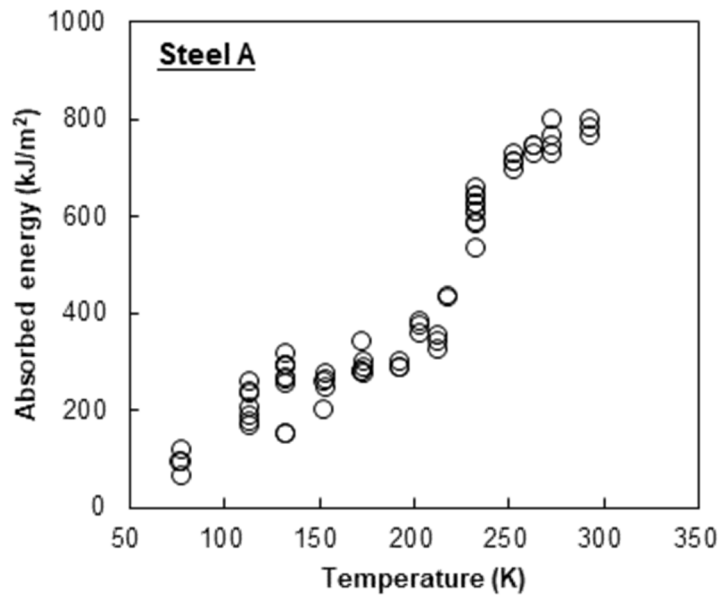


Fig. A3.2 A材におけるシャルピー衝撃吸収エネルギーの遷移挙動

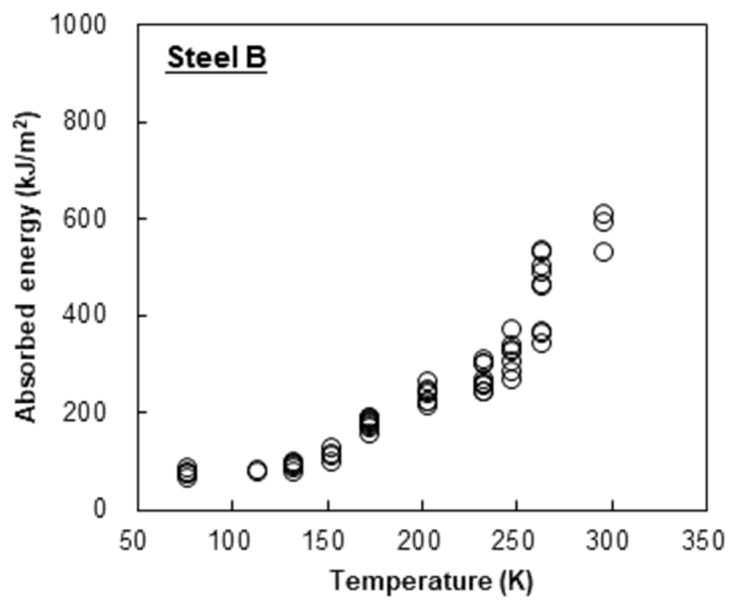


Fig. A3.3 B材におけるシャルピー衝撃吸収エネルギーの遷移挙動

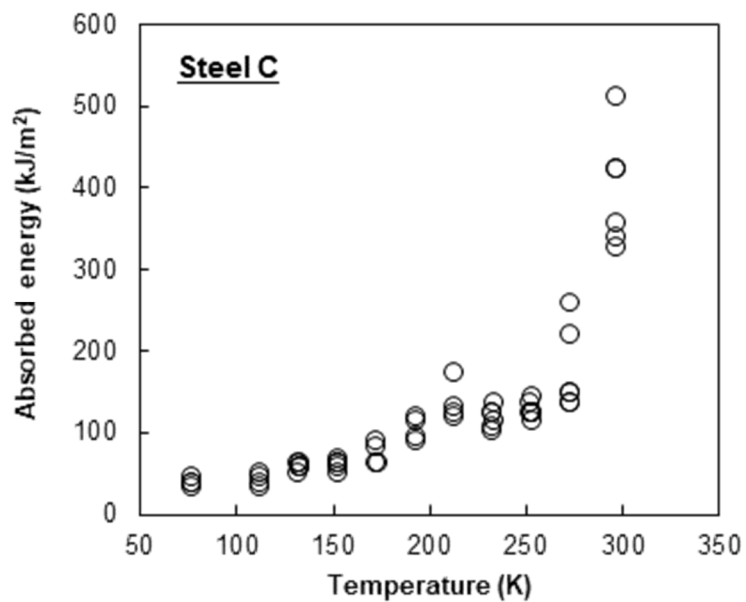


Fig. A3.4 C材におけるシャルピー衝撃吸収エネルギーの遷移挙動

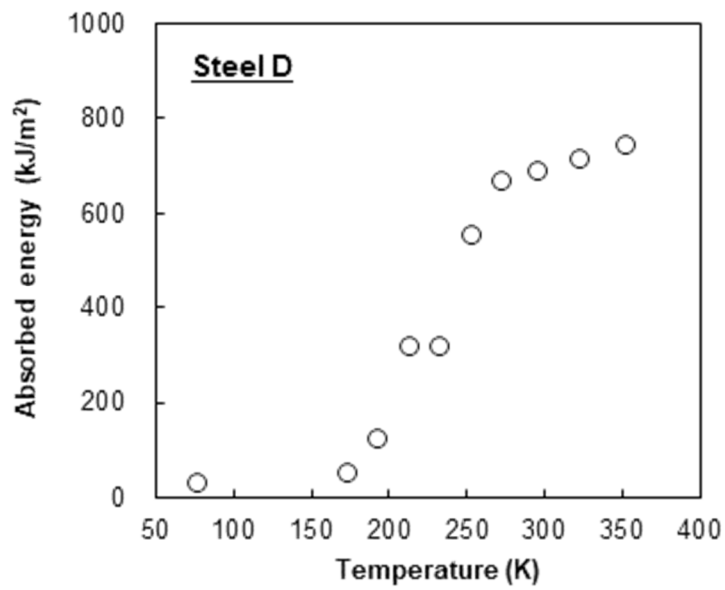


Fig. A3.5 D材におけるシャルピー衝撃吸収エネルギーの遷移挙動

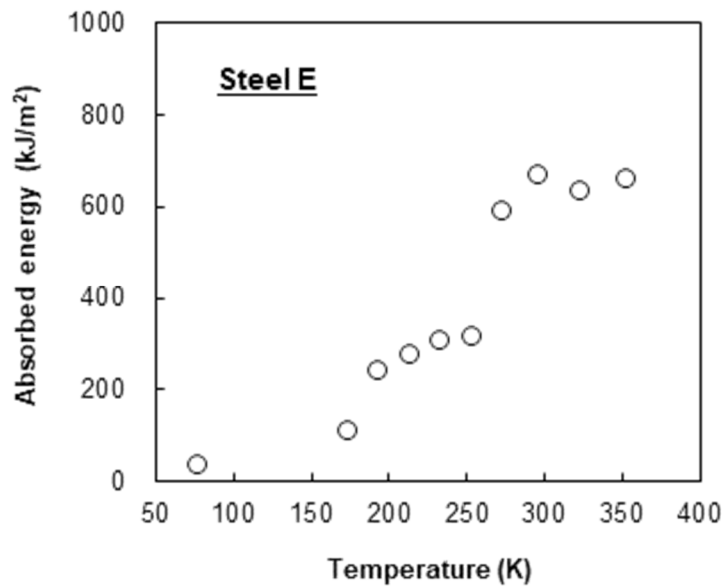


Fig. A3.6 E材におけるシャルピー衝撃吸収エネルギーの遷移挙動

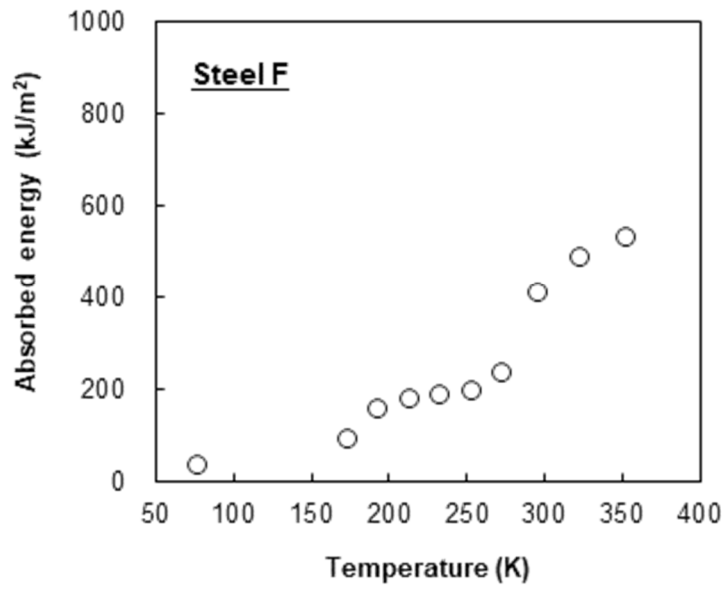


Fig. A3.7 F材におけるシャルピー衝撃吸収エネルギーの遷移挙動

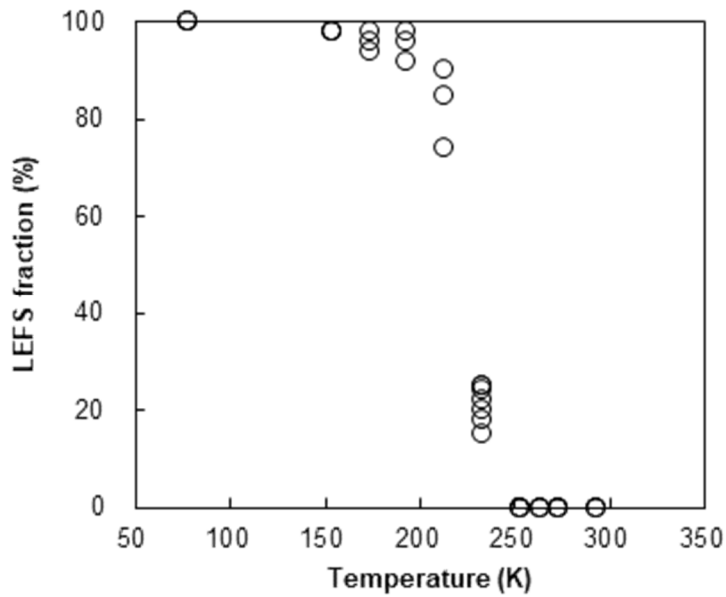


Fig. A3.8 A材におけるシャルピー衝撃試験での破面遷移挙動

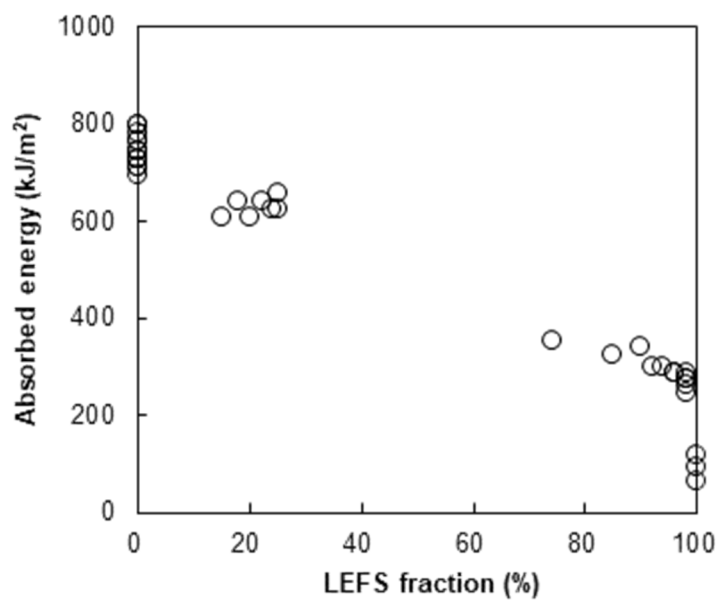


Fig. A3.9 A材における破面と吸収エネルギーの関係

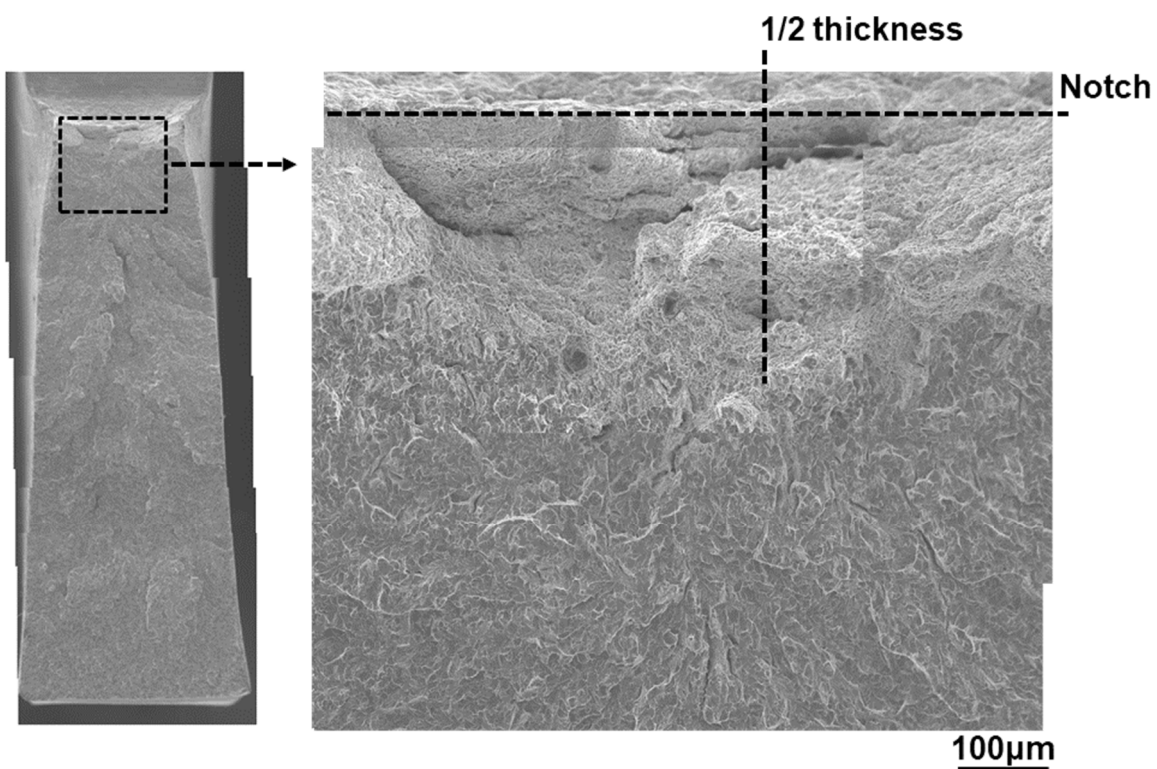


Fig. A3.10 Middle shelfにおいて破壊した試験片のノッチ底近傍のSEM観察結果
(FP材、Fig. 2.11再掲)

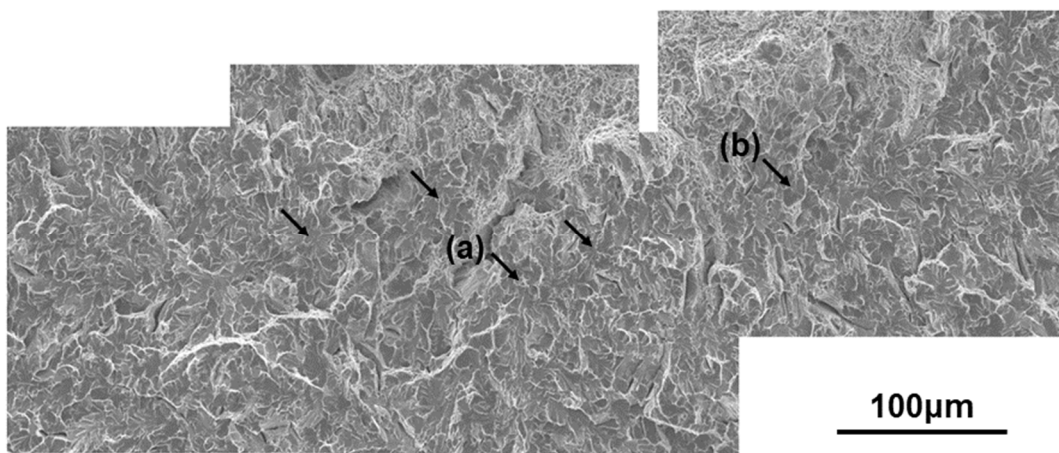


Fig. A3.11 Middle shelf において破壊した試験片の破壊起点近傍の観察結果
 (矢印は起点と推定される箇所を示す。)

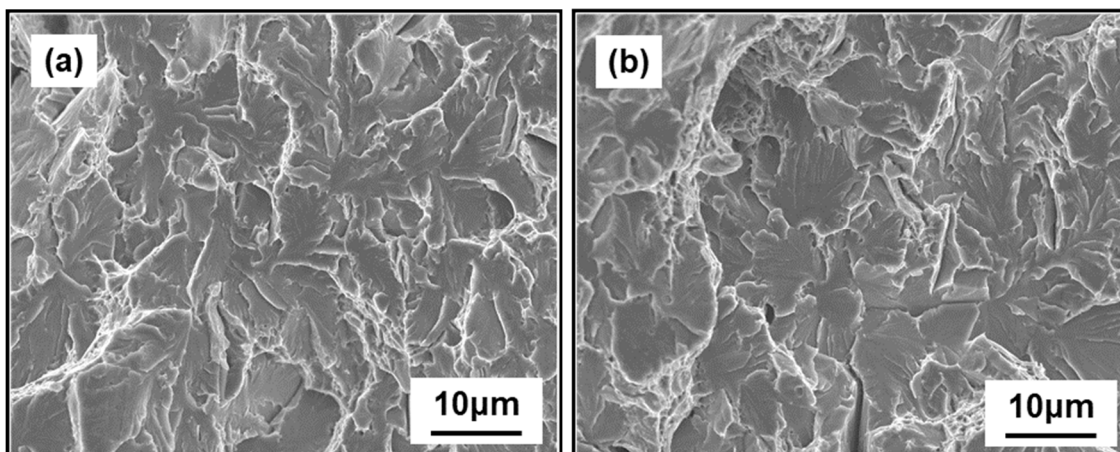


Fig. A3.12 Middle shelf における破壊の起点と推定される箇所の観察結果
 ((a), (b)はそれぞれ Fig. A3.11 の矢印(a), (b)の箇所と対応する)

Appendix 4 EBSD 法によって得られる破面トレースの精度検証

A4.1. 目的

本研究では、破壊の伝播する機構を明らかにするため、破面および二次き裂のトレースを EBSD 法[1]によって測定したマップ上で認識し、同時に測定した結晶方位から低指数面{001}、{011}、{112}がマップ上になすトレースと比較を行っている。この比較が妥当であるか、面の指数が既知であるオーステナイトの双晶境界[2]を用い、検証した。オーステナイト鋼の結晶方位を EBSD 法によって測定し、測定結果からマップ上の双晶境界とオーステナイトの{111}面がマップ上になすトレース群とを比較し、それらがなす角のうちで最も小さい角度、 θ_{111} を評価した。

A4.2. 実験条件

供試材としてオーステナイト単相鋼 (Fe-0.2C-3.0Mn-27.4Ni-0.015Ti、数字は wt%) を用いた。真空溶解で作成したインゴットを 1273 K 以上の温度で熱間圧延し、室温まで空冷した。EBSD 法による観察は、測定機器および測定手法とも、第 2 章に記載の手法に揃えて行った。

A4.3. 実験結果

Fig. A4.1 に IPF マップおよび大角境界のマップを示す。大角境界マップでは 10° 以上の方位差の大角境界のうち、境界を挟むオーステナイト粒同士が双晶の方位関係にあるものを赤線で、それ以外を黒線で、それぞれ示した。図中に黒矢印で示すように、多数の焼鈍双晶が観察された。一方、白矢印に示すように、粒界のほとんどでは、双晶の境界にないオーステナイト同士が隣接していた。

Fig. A4.2 に、15 箇所の焼鈍双晶境界における θ_{111} を示す。いずれの θ_{111} も小さく、平均で 1.1° 、最大でも 2.4° であり、マップ上に見える双晶境界と結晶方位から求めた{111}のトレースとは非常に良く一致していた。比較のため、14 か所のオーステナイト粒界についても同様に θ_{111} を示すが、これら粒界における θ_{111} はランダムに分布している。このことから、何らかの偽相関によって双晶境界における θ_{111} が小さくなったとは考えづらい。

A4.4. 小括

本研究における破面および二次き裂のトレース解析と同手法、同機器を用いて、オーステナイト鋼の双晶境界と{111}面トレースとの対応を評価した。両者のなす角は15箇所平均で 1.1° 、最大でも 2.4° と非常に良く対応しており、EBSD法で測定したマップ上のトレースと結晶方位とを比較することの妥当性が確かめられた。

参考文献 (Appendix 4)

1. 鈴木清一：ふえらむ, 18, 2013, 403
2. K. Tanaka and R. Oshima : Mater. Trans. JIM, 32, 1991, 325

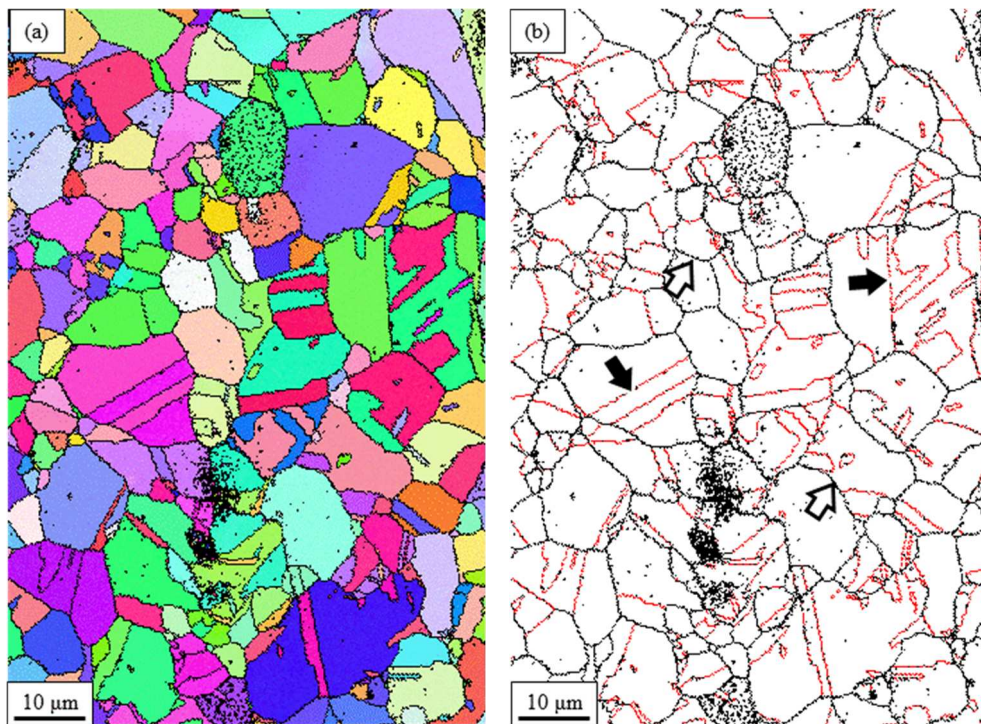


Fig A4.1 オーステナイト単相鋼のEBSD測定結果
(a) 逆局点図マップ (Inverse pole figure map)
(b) 大角境界マップ (赤：双晶境界、黒：方位差 10° 以上の双晶以外の境界)

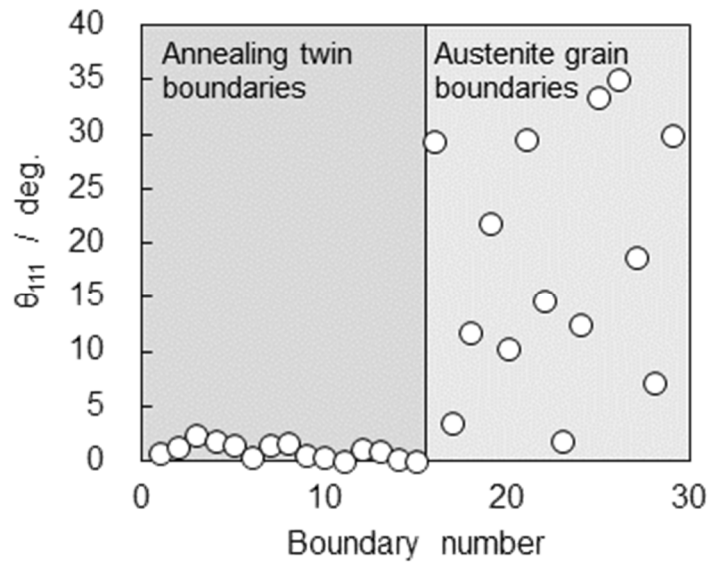


Fig. A4.2 焼鈍双晶境界並びにオーステナイト粒界のトレースが $\{111\}_\gamma$ トレースと成す角

Appendix 5 破壊がランダムな結晶面において起こる場合の破面トレースの見え方

A5.1. 目的

本研究では、破壊の伝播する機構を明らかにするため、破面および二次き裂のトレースを EBSD 法[1]によって測定したマップ上で認識し、同時に測定した結晶方位から低指数面{001}、{011}、{112}が観察面上になすトレースと比較を行っている。しかしながら、このような二次元観察では観察面の深さ方向の情報が失われてしまうため、トレース解析のみで面指数を決定することは妥当ではない[2]。

例えば、Fig. A5.1 に示すように、観察面が観察する結晶の(001)面と一致し、かつ、観察されたトレースが結晶の[010]方向に伸びる場合、このトレースは(100)面のトレースと完全に一致する。このため、Fig. A5.2 に示すトレースの結晶学的特徴の分類フロー (Fig. 3.7 再掲) に従えば、このトレースは{001}面と対応のよい 001 群に分類される。しかしながら、同じトレースを示す面は多種多様であり、Fig. A5.1 に例示するような(101)や(103)のような低指数面も、観察面(001)面上では、同じく [010] に伸びるトレースを示す。

そこで、本研究では、トレース解析の結果を積み上げてその結晶学的特徴を定量化し、それを破壊がランダムな面上で起こると仮定した場合の結果と比較し、その差が顕著であれば、実際にトレース解析によって得られた結晶学的特徴は優位であると判断することにした。

本章では、この、破壊がランダムな面上で起こると仮定した場合にトレース解析によって得られると想定される結果（以下および本文では“ランダム分布”と呼称する）の計算条件および結果を提示する。

A5.2. 計算条件

「ランダムな面上で破壊する」、ことは、「トレースの伸長する方向が、トレースのある結晶方位によらず、ランダムである」ことと等しい。また、後者は更に、「あるトレースに対して、その直下の結晶方位がランダムである」ことと等価である。よって、ここでの計算では、トレースの伸びる方向を固定し、その直下の結晶方位をランダムに変化させた場合、トレースが Fig. A5.2 に示すフローでどの群に分類されてしまうかを求めた。

Fig. A5.3 に計算内容の模式図を示す。観察系 (x y z) において、観察面を (001)、トレースの

ベクトルを[010]とする。トレース直下の bcc 結晶方位は、Bunge によるオイラー角[3] (φ_1 Φ φ_2) で与える。結晶方位に応じて、3つの{001}面、6つの{011}面、そして12の{112}面の観察系における方位が決まり、それぞれの観察面上におけるトレースを求めることができる。それぞれのトレースに対し、結晶方位と関係なく与えた、すなわちランダムと考えて差し支えないトレース[010]とのなす角を求め、それぞれの低指数面群において最小となる角度を、トレースと各面との一致度合いを表す指標 θ_{001} 、 θ_{011} 、 θ_{112} として評価する。その結果から、Fig. A5.2 のフローに従って、結果を4つの群に分類した。

結晶方位として、3つのオイラー角をそれぞれ $1.5 \sim 178.5^\circ$ の範囲で 3.0° 刻みで系統的に変化させ、合計で 216,000 通り ($=60^3$) の計算を行った。計算ソフトとして、MATLAB を用いた。

A5.3. 計算結果

Fig. A5.4 に計算結果の例として、 $\Phi = 1.5^\circ$ 、 $\varphi_2 = 1.5^\circ$ と固定した場合の、 φ_1 に伴う θ_{001} 、 θ_{011} 、 θ_{112} の変化と、それによる4つの群への分類の結果を示す。 Φ および φ_2 が小さく、 φ_1 に伴う結晶方位の変化の対称性が高いため、 θ_{001} 、 θ_{011} 、 θ_{112} の変化も 45° 刻みで周期する対称性の良いグラフとなる。図の上段に、分類の結果を示すが、この断面では 0° 、 90° 、 180° 近辺で 001 群が見られ、 26° 、 45° 、 63° 、 117° 、 135° 、 153° 近辺で 112 群が見られ、 45° 、 135° で僅かに 011 群が現れる。しかしながら、この断面ではこれら3つの群に分類されない、residue 群となる結果が多く、Fig. A5.5 に示すように、ほぼ半数の結果で、トレースはいずれの低指数面とも合致しなかった。

Fig. A5.6 に、もう一つの例として、 $\Phi = 46.5^\circ$ 、 $\varphi_2 = 31.5^\circ$ と固定した場合について、同様に示す。いずれの指標も、 φ_1 に対する周期性は無く、変化している。この断面では、先の例ではほとんど見られなかった、011 分に分類される結果が $30 \sim 70^\circ$ の範囲で頻出する。Fig. A5.7 に、この断面における結果をまとめると、Fig. A5.5 と比べ、011 群が増えた一方で、residue 群が大きく後退している。

このように、オイラー角を系統的に変化させて結晶方位を変化させ、その結晶方位と無関係に与えたトレースがどのような結晶学的特徴に分類されるかを計算した。すべての条件の結果をまとめて、Fig. A5.8 に示す (Fig. 3.8 再掲)。トレースと結晶方位の関係を無作為に与えた場合でも、001、011、112 群はそれぞれ 17%、18%、41%と、かなりのトレースが結晶学的特徴を有するようになってしまう。一方、結晶学的特徴を有さないように見える residue 群が 24%と全体の 1/4 を占める。この計算結果をランダム分布と呼称し、第3章でのトレース解析結果との比較に用いる。

A5.4. 小括

以上の計算結果から、本研究でトレース解析によって得られる結晶学的特徴について、residue 群の有無によってその結果が優位であるかを判断する。トレース解析によって得られる residue 群が少なければ、実際にトレースで解析した対象が結晶学的特徴を有する可能性が高いと判断できる。また、そのうえで、低指数面ごとの差異を見出すには、Fig. A5.8 に示した分布と照らし合わせ、各面の占める割合の大小関係がどのように変化したかを述べることで、ランダムな場合との比較ができる。

参考文献 (Appendix 5)

1. 鈴木清一：ふえらむ, 18, 2013, 403
2. T. Furuhashi, H. Kawata, S. Morito, G. Miyamoto, and T. Maki : Metal. Mater. Trans. A, 39A, 2008, 1003
3. 古林英一：再結晶と材料組織 金属の機能性を引きだす, 内田老鶴圃, 2000, 84

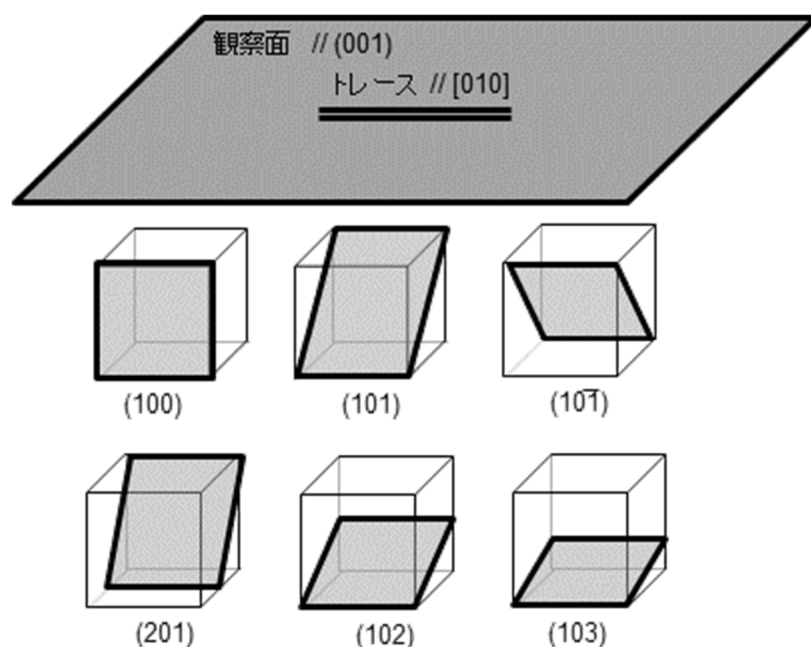


Fig. A5.1 (001)面と平行な観察面において、[010]方向に伸びるトレースと対応する低指数面の例

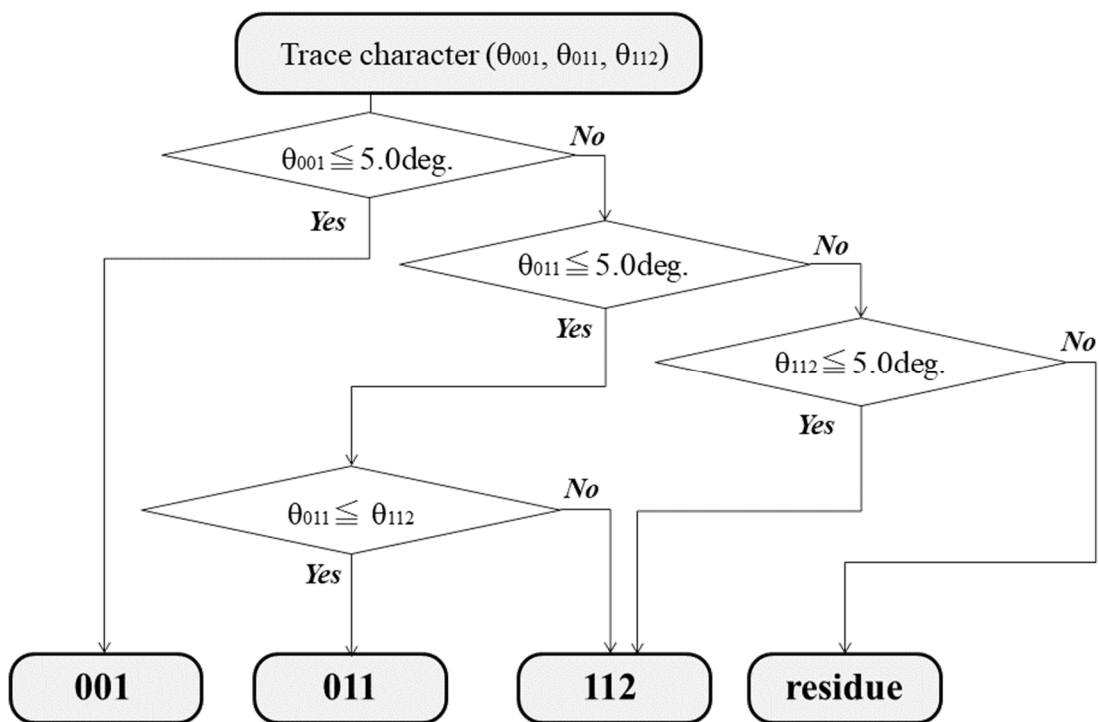


Fig. A5.2 破面トレースと低指数面トレースのなす角による破面トレースの結晶学的特徴の判定フロー (Fig. 3.7 再掲)

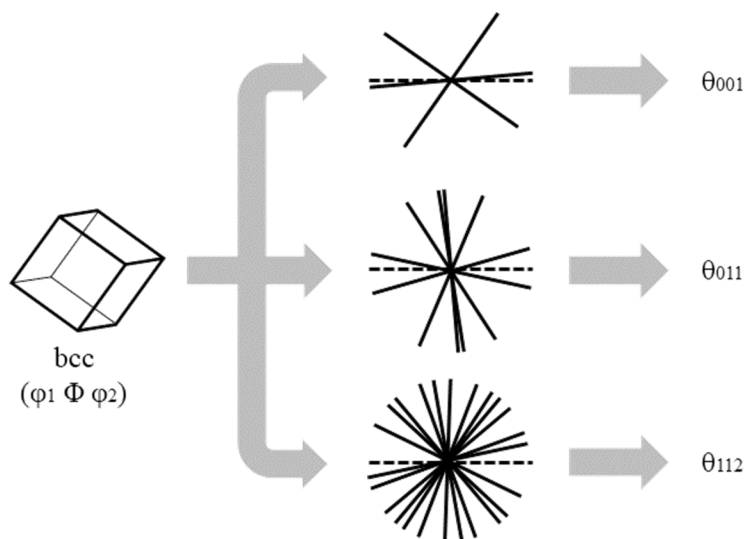


Fig. A5.3 計算内容の模式図

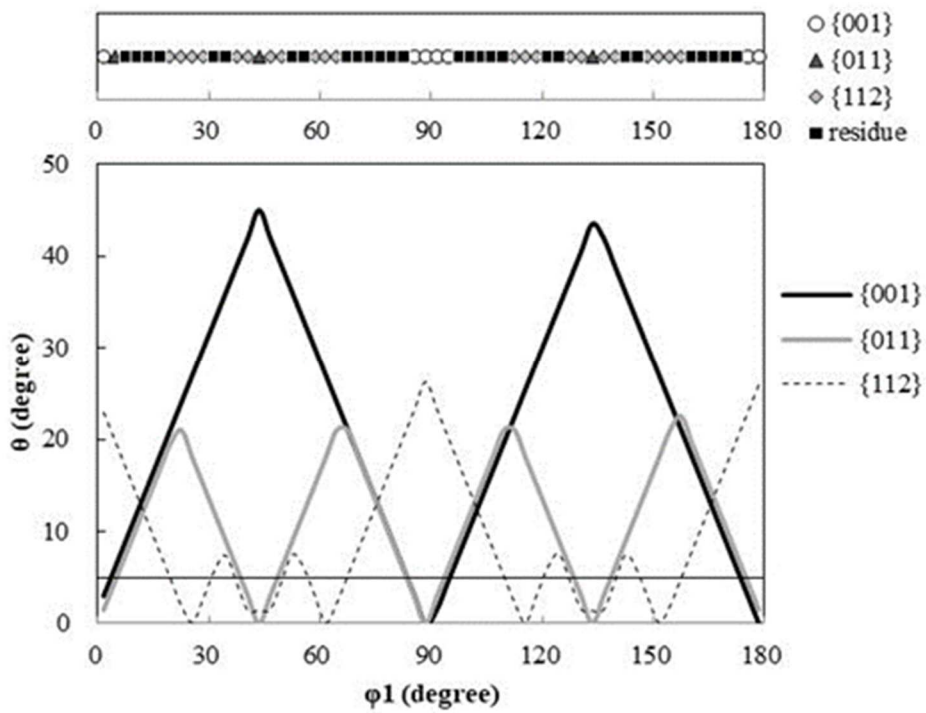


Fig. A5.4 結晶方位($\phi_1 = 1.5^\circ - 1.5^\circ$)における θ_{001} , θ_{011} , θ_{112} の計算結果
およびトレースの結晶学的特徴の判定結果

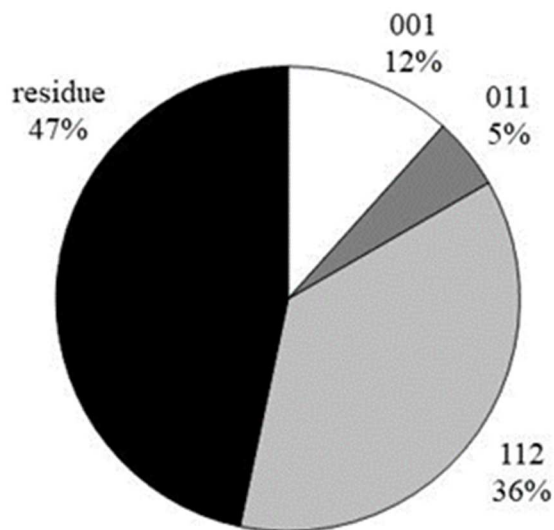


Fig. A5.5 結晶方位($\phi_1 = 1.5^\circ - 1.5^\circ$)におけるトレースの結晶学的特徴の内訳

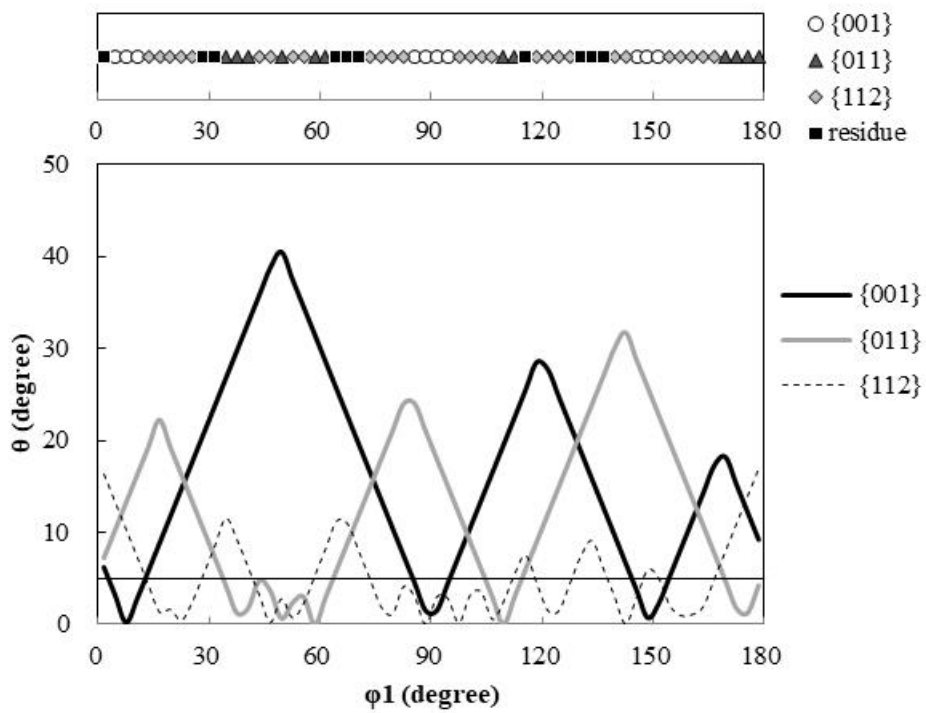


Fig. A5.6 結晶方位(ϕ_1 46.5° 31.5°)における θ_{001} , θ_{011} , θ_{112} の計算結果
 およびトレースの結晶学的特徴の判定結果

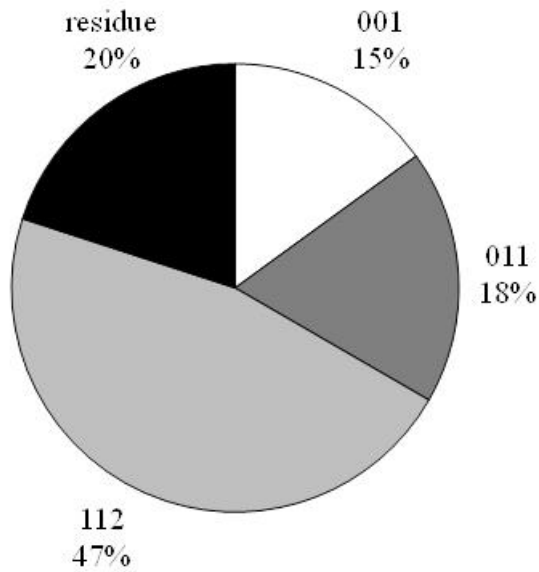


Fig. A5.7 結晶方位(ϕ_1 46.5° 31.5°)におけるトレースの結晶学的特徴の内訳

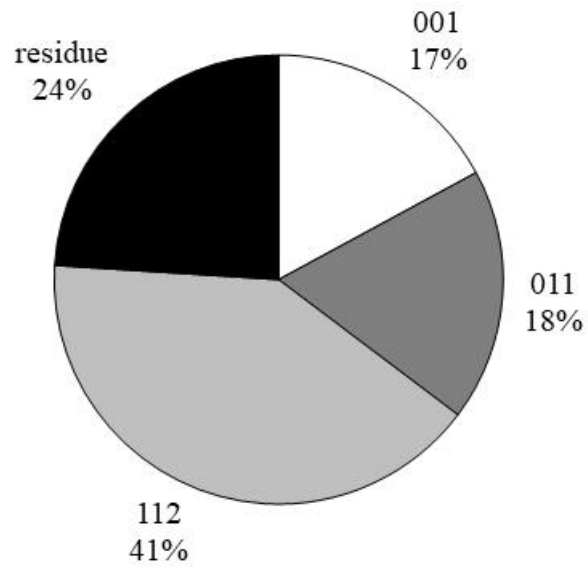


Fig. A5.8 破壊がランダムな結晶面において起こる場合に
破面トレースが分類される結晶学的特徴の内訳

Appendix 6 ランダムな粒界面において低指数面がなす twist 角度の計算結果

A6.1. 目的

1.4.1.で述べたように、フェライト粒内に発生したへき開破壊は、(001)面上を進み、フェライトの結晶方位が変化するフェライト粒界に到達する。粒界ではそこでの結晶方位関係および粒界面によって、き裂の動向は変化する。粒界が小角粒界であった場合は、き裂は連続して進展しうる[1-4]。Fig. A6.1[3]に示すように、この粒界が小傾角粒界であれば、粒界面における(001)面トレースが一致し、さらに伝播方向が近いことから、へき開き裂は粒界を越えて容易に伝播することができる。一方、小角粒界であっても、ねじれ粒界においては、き裂の進展方向は近いが、粒界において互いのフェライト粒の(001)面トレースが一致しないため、らせん転位列を形成して隣接粒のへき開面上にステップを形成して、複数の並行で従属するき裂として伝播する (Fig. A6.2[4])。き裂が到達した粒界が、結晶方位差の大きな大角粒界で、互いの(001)面が合致しない場合、き裂進展は粒界面でいったん停留する[5]。

このように、フェライト粒界をまたいだへき開き裂の伝播しやすさは、粒界における2つの結晶粒の(001)面の関係、特に twist angle に依存している[4,6]。また、本研究ではすべり面上における破壊の伝播も議論しているが、すべりが粒界を越えて伝播する際も、同様に、すべり面間での twist angle が、伝播のしやすさに影響する[7,8]。

以上の点を鑑み、本項では、き裂が粒界に到達したとき、それと粒界を挟んで反対側のフェライト粒における低指数面とがなす twist angle の大きさを求める。第3章では、規格化によって確定指数面の割れやすさの相対評価を行った。その結果、middle shelf では、{001}面が最も割れやすいにも関わらず、等価な面の多い{112}面のほうが伝播経路として優位であることが示唆された。この等価な面の多寡により、具体的にどのような差が生じるのか、twist angle の面から論じる。

A6.2. 計算条件

Fig. A6.3[4]に、結晶粒界の模式図を示す。中央に立っている面が粒界面であり、右の grain 1 から、incident dislocation plane 上を破壊が進展する。ここで、この破壊が grain 2 の incident dislocation plane 上に伝播しうるかには、2つの incident dislocation plane が粒界面上に作るトレースが作る角度 θ 、すなわち twist angle に依存する。ここで、grain 1 を伝播してきたき裂に対し、粒界面および grain 2 の

結晶方位をランダムとして、き裂と grain 2 の低指数面群、{001}、{011}、{112}とがなす twist angle を計算する。

twist angle の計算は、Fig. 6.4 のように行う。grain 1 の結晶方位は固定とするが、計算には用いないため、特に結晶方位を限定する必要はない。き裂の伝播面の法線ベクトルは、観察系に対して、(0 0 1)とする。粒界面の法線ベクトルは2つの変数、h、k で表し、 $(\cos(h) \cdot \cos(k) \quad \sin(h) \cdot \cos(k) \quad \sin(k))$ とする。grain 2 の結晶方位は Bunge のオイラー角[9]、 $(\varphi_1 \quad \Phi \quad \varphi_2)$ で与え、そこから、3つの{001}面、6つの{011}面、12の{112}面の法線ベクトルを求める。き裂および各低指数面の法線ベクトルと、粒界面の法線ベクトルとの外積から、き裂および各低指数面の粒界上におけるトレースの方向ベクトルを求める。さらに、き裂トレースの方向ベクトルと、各低指数面のトレースとの内積をとり、き裂トレースとこれらの面とがなす twist angle を求める。最後に、{001}、{011}、{112}のそれぞれの群のうちで、最小の twist angle となる面を見出し、その twist angle を、その計算条件における{001}、{011}、{112}の twist angle とする。

計算は h、k、 φ_1 、 Φ 、 φ_2 、のそれぞれを、0~90° の範囲で 2° 刻みで系統的に変化させ、205,962,976 通り (=45⁵) について行った。計算ソフトとして、MATLAB を用いた。

A6.3. 計算結果

Fig. A6.5 に、各低指数面における twist angle の分布を示す。twist angle を横軸とし、横軸の 1° ごとの区間に該当する場合の数を、全体の計算数で除した割合を縦軸として示す。

{001}面では、twist angle が 0° 以上、1° 未満の範囲となった計算結果は、10,047,895 条件であった。これは、全計算条件のうち、4.9%である。1° 以上、2° 未満の領域に該当する場合の数は約 3%であり、twist angle が大きくなると該当する数は徐々に減少する。twist angle が大きくなるほど減少する幅は大きくなり、twist angle が 45° を超える条件はない。

{011}面は、twist angle が 0° 以上、1° 未満となる条件は、11,902,830 条件であり、全条件のうち 5.8%であった。{011}面の等価な面は、{001}面の3つに対し、倍の6つであるが、twist angle が 1° 未満となる割合は大きくは変わらない。これは、計算条件の設定による影響である。系統的に条件を変化させる際、その境界とする 0°、90° を入力値とする条件では{001}面の twist angle が 1° 未満となる場合が多くなり、結果に偏りが生じたと考えられる。次の領域である 1° 以上、2° 未満となる場合の数を比べると、{001}面の 6,352,968 条件 (3.1%) に対して、{011}面は 12,176,489 条件 (5.9%) であり、等価な面の数と同様に、ほぼ倍増している。twist angle の増大とともに、1° あたりの該当

条件数も低減し、 30° 以上の領域ではその数は1%未満となる。但し、ゼロにはなかなか至らず、twist angle が 45° を超える計算条件も存在する。

{112}面は、twist angle が 0° 以上、 1° 未満となる条件は、26,069,822 条件であり、全条件のうち12.7%であった。 1° 以上、 2° 未満となる場合の数は、23,537,783 条件 (11.4%) であり、等価な面の数の比と同様に、{001}面の約3倍となっている。{112}面の twist angle が 30° 以上となる条件は存在しない。

各条件において、{001}、{011}、{112}面に対してそれぞれ求めた3つの twist angle のうちで最小の値をその条件における twist angle の評価値とした結果を“**All**”として示す。例えば、ある条件において{001}面のなす最小 twist angle が 6° 、{011}面では 10° 、{112}面では 3° となる場合、この条件における評価値は 3° となる。この評価値で見ると、計算条件全体の20%超において、いずれかの面との twist angle が 1° 未満となる。この評価値が 20° を超える条件は存在しなかった。

Fig. A6.6 に、Fig. A6.5 に示した twist angle の 1° 毎における頻度を、順に足し合わせていった結果を示す。これにより、各面の twist angle が指定の値よりも小さくなる確率を表すことができる。{001}面では、twist angle が 5° 未満となるのは17.7%、 10° 未満となるのは32.9%であった。一方、{011}面は 10° 未満で51.2%、{112}面は 5° 未満で51.6%と、過半の条件において、twist angle は小さくなる。

よって、き裂が粒界に到達した際、{001}面のみを伝播の対象とすると、twist angle の小さい組み合わせを見出せる確率は、仮に twist angle が 5° 未満で伝播可能と判定すると、20%未満となる。一方で、{011}面と{112}面への伝播を考慮しても良ければ、twist angle が 5° 未満となる可能性は78%となる。更に、伝播可能な範囲を 10° 未満まで広げれば、grain 1 のき裂と grain 2 の{001}、{011}、{112}面のいずれかが伝播可能な twist angle となる割合は98%まで高まり、ほとんどの粒界では twist angle の観点からは、伝播先を見つけられることになる。

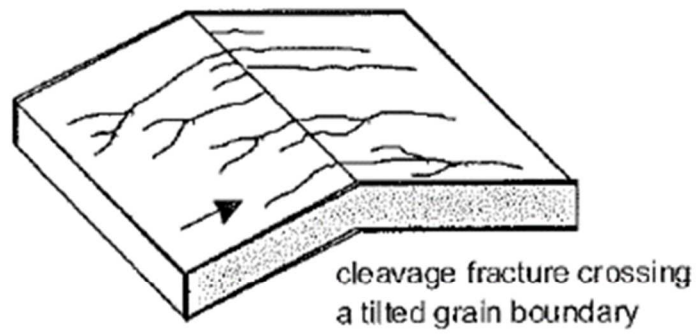
A6.4. 小括

破壊の伝播挙動に大きく影響する、フェライト粒界の twist angle について、き裂に対してランダムな粒界と粒界を挟んで反対側のフェライト粒の結晶方位を与え、き裂と{001}、{011}、{112}面とがなす最小の twist angle の分布を求めた。{001}面のみでは、小さい twist angle が得られる場合は限定的であり、ほとんどのフェライト粒界ではき裂の伝播が抑制されると考えられる。ここで、{011}、{112}面も伝播の経路として考慮できれば、ほとんどの粒界でき裂との twist angle が小さい面を見つ

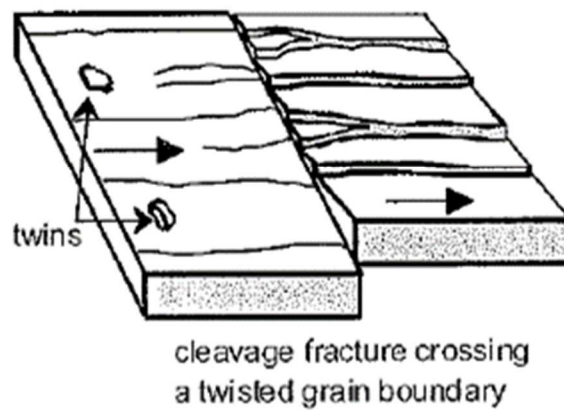
けることができる。なお、{011}、{112}面は{001}面に比べて破壊しづらいため、面の整合性のみでは伝播するか否かを判断することはできない。本計算は、{011}、{112}面によって伝播の機会を増やしうる可能性を示すが、実際にこれらの面をき裂が伝播しうるかは、伝播のメカニズムを考えて判断する必要がある。

参考文献 (Appendix 6)

1. A. Pineau, A.A. Benzerga, and T. Pardoen : Acta Mater., 107, 2016, 424
2. 石黒隆義 : 圧力技術, 12, 1974, 236
3. 梅澤修 : 熱処理, 50, 2010, 458
4. A. Pineau : Phil. Trans. R. Soc. A, 373, 2014, 20140131
5. J.W. Morris Jr., C. Kinney, K. Pytlewski, and Y. Adachi : Sci. Technol. Adv. Mater., 14, 2013, 014208
6. A. Andrieu, A. Pineau, P. Joly, F. Roch, and D. Ryckelynck : Procedia Mater. Sci., 3, 2014, 655
7. T.R. Bieler, P. Eisenlohr, C. Zhang, H.J. Phukan, and M.A. Crimp : Curr. Op. Solid State Mater. Sci., 18, 2014, 212
8. J. Genée, L. Signor, and P. Villechaise : Mater. Sci. Engng. A, 701, 2017, 24
9. 古林英一 : 再結晶と材料祖式 金属の機能性を引きだす, 内田老鶴圃, 2000, 84



(a)



(b)

Fig. A6.1 小角粒界におけるへき開き裂の進展 [3]

(a) 傾角粒界 (b) ねじれ粒界

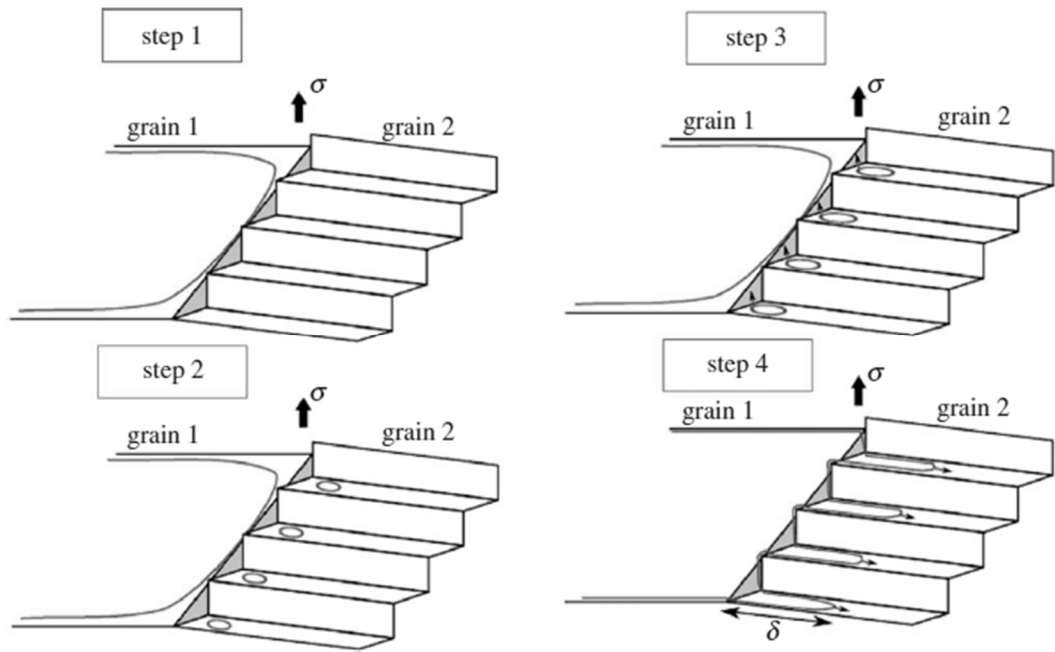


Fig. A6.2 小角のねじれ粒界におけるへき開き裂の伝播挙動 [4]

step 1: へき開き裂の粒界での停止

step 2: (100)ファセットでのへき開マイクロクラックの発生

step 3: マイクロクラックとへき開き裂との連結

step 4: へき開き裂の粒界を超えた伝播

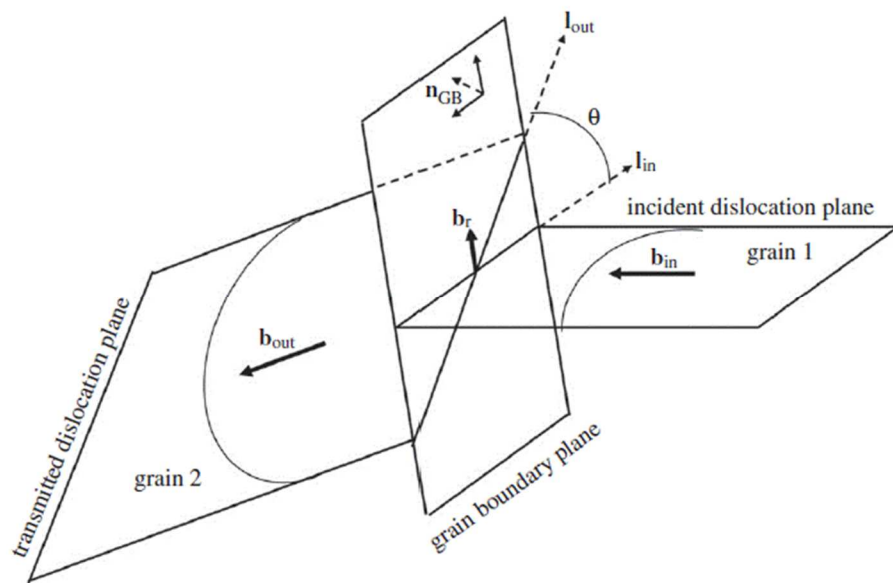


Fig. A6.3 ねじれ粒界の模式図 [4]

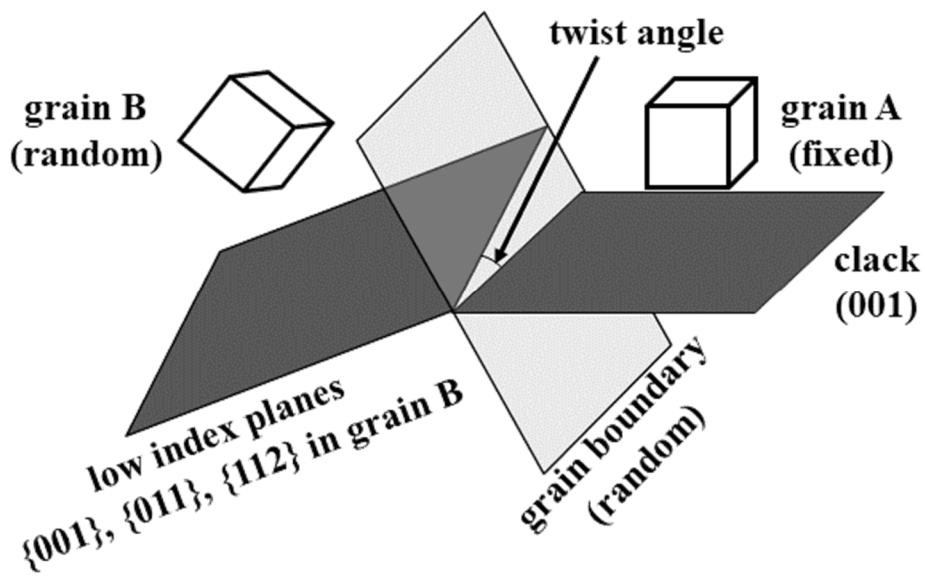


Fig. A6.4 計算条件の模式図

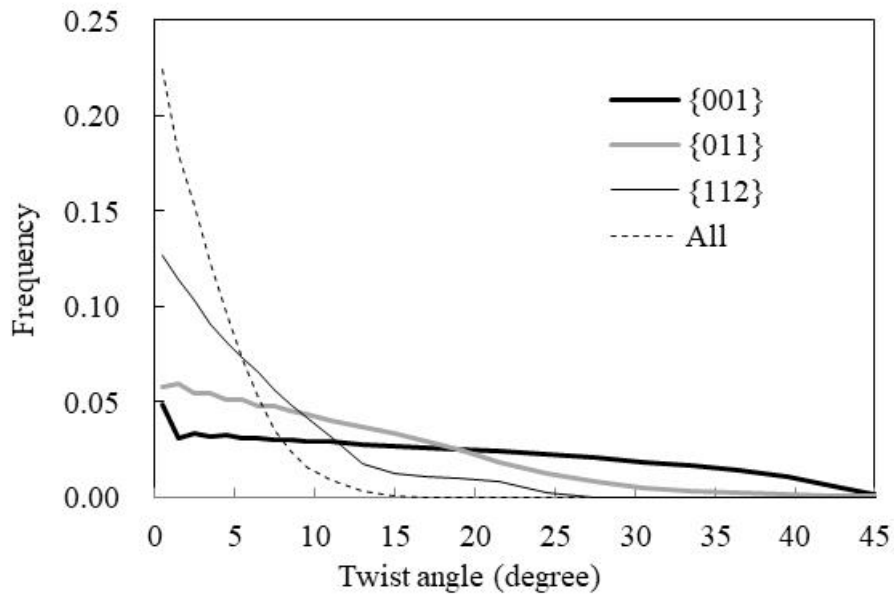


Fig. A6.5 twist angle の計算結果 : twist angle の分布

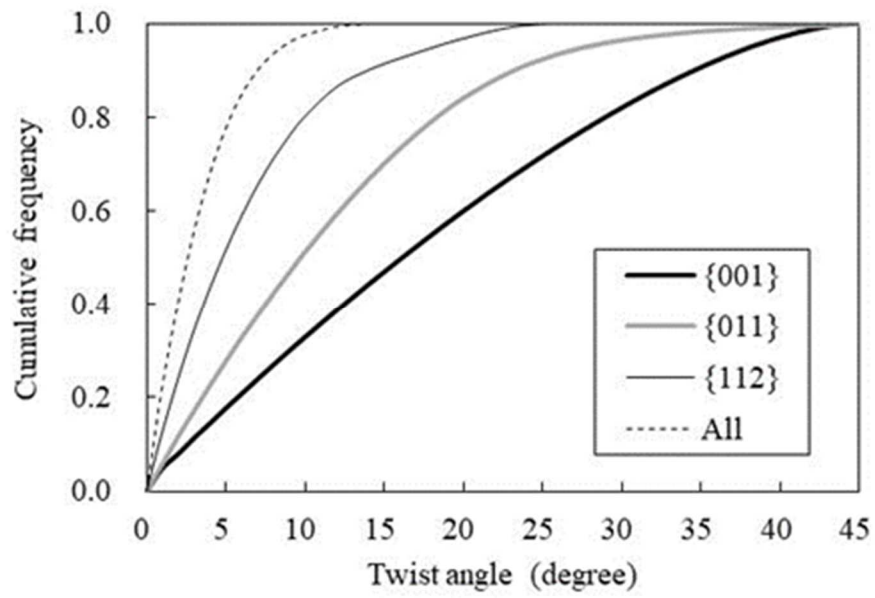


Fig. A6.6 twist angle の計算結果 : twist angle の累積分布

Appendix 7 等仕事量仮定によるフェライト+パーライト組織における引張特性のパーライト分率に伴う変化の予測

A7.1. 目的

本章では、第4章で用いたパーライト分率の異なる6種の供試材について、供試材に含まれるパーライトの特性が同等であることを示すため、パーライト分率に伴う引張特性の変化の実績と、計算により求めた特性変化の予測値との対応を調べた。

複合組織の特性に与える組織分率の影響を議論するには、分率を変化させた供試材において、個々の構成組織の特性を揃える必要がある。しかしながら、各組織の特性を確認することは容易ではない。フェライト+パーライト組織の場合、同様に塊状フェライトと島状のパーライトであるように見えても、個々のパーライトでは熱処理中に生成する場所やタイミングなどによって、フェライトとの合金元素の分配状態や、組織のサイズ、結晶方位が変化する。このため、パーライトの部分のみを取り出して評価し得たとして、その特性は一定ではない。よって、特性が同等であることを確認するには、多数のパーライトを評価して平均値を得る必要がある。また、評価手法によっては、実際の特性への影響とはつながらない場合があることにも注意が必要である。例えば、微小領域の機械特性を評価する手段としてナノインデンテーション法[1]があるが、評価領域が小さすぎるため、粒界による強化が巨視的な特性に与える影響を無視してしまうことがある[2]。

そこで、本研究では、構成組織の個別の特性を直接評価するのではなく、仮に同じ特性とした場合に分率変化によってどのような影響が出るかを計算によって求め、その計算結果と実際に実験で得られた影響とを比較することにした。計算によって得られた分率の影響と実験結果とが同等であれば、個別の構成組織の特性が分率を変えても同等である、とした仮定を支持することになる。

A7.2. 計算手法

計算対象として、引張特性を用いた。二相組織鋼の引張試験における均一伸び領域での加工硬化挙動は、単相組織の加工硬化挙動を用いて予測することができる[3,4]。その予測には様々な手法が提案されているが、本検討ではフェライト+パーライト組織における検討事例[5]のある等仕事量仮定 (Iso-work assumption) [6,7]を用い、パーライト分率 (V_p) の影響を検討した。

等仕事量仮定とは、2つの異なる加工硬化挙動を示す領域 A、B からなる複合組織において、それぞれの領域が為す仕事量 (=ひずみ量×応力) が等しいとする仮定である。式としては下記の式

(A7.1) で表される。

$$\sigma_A \cdot d\varepsilon_A = \sigma_B \cdot d\varepsilon_B \quad \dots (A7.1)$$

ここで、 σ_A 、 σ_B は各領域の応力を、 $d\varepsilon_A$ 、 $d\varepsilon_B$ は同じくひずみ増分を示す。引張変形の当初からこの仮定に従えば、Fig.A7.1に示す概念図の通り、2つの領域を代表する真応力-真ひずみ曲線において、それぞれの真応力-真ひずみ曲線が為す面積が等しくなる。そして、系全体の応力 σ 、および、ひずみ増分 $d\varepsilon$ は、A、Bそれぞれの分率 V_A 、 V_B に応じて下記の加算則 (A7.2) (A7.3) が成り立つとすることで、系全体の加工硬化挙動を平易に予測することができる。

$$\sigma = V_A \cdot \sigma_A + V_B \cdot \sigma_B \quad \dots (A7.2)$$

$$d\varepsilon = V_A \cdot d\varepsilon_A + V_B \cdot d\varepsilon_B \quad \dots (A7.3)$$

この仮定の提唱者である Bouaziz らの検討[6]によれば、この仮定によって得られる計算値は二相組織の加工硬化における上限（等ひずみの仮定）と下限（等応力の仮定）との中間に位置し、有限要素法を用いた計算結果ともよく対応する。

等仕事量仮定による計算には、構成組織単体での真応力-真ひずみ曲線が必要となる。塊状フェライトの真応力-真ひずみ曲線は、第4章で用いたフェライト単相鋼である P0 材での結果を用いる。また、供試材の共析点に近い化学組成からなるパーライト単相鋼 (Fe-0.61C-0.1Si-1.47Mn、数字は mass%) を作成し、4.2.2 に示した条件で引張試験を行った。Fig.A7.2 に、単相鋼における S S 曲線を示す。同時に示した破線は、フェライト、パーライトそれぞれの真応力-真ひずみ曲線を表すため、下記の式 (A7.4) (A7.5) で描いた曲線である。フェライト、パーライトの降伏点をそれぞれ 360 MPa、660 MPa とし、そこまでは 200 GPa をヤング率とする弾性変形とし、降伏以降は、各式で計算される応力が降伏点の応力を超えるまでは、降伏点における応力を示すものとする。

$$\sigma = 600 - 320 \cdot \exp(-8\varepsilon) \quad \dots (A7.4)$$

$$\sigma = 1080 - 580 \cdot \exp(-32\varepsilon) \quad \dots (A7.5)$$

式 (A7.1) を、式 (A7.3) に代入することで、軟質組織 A に分配されるひずみ増分は、下記の式 (A7.6) から得られる。

$$d\varepsilon_A = \{V_A + (\sigma_A/\sigma_B) \cdot V_B\}^{-1} \cdot d\varepsilon \quad \dots (A7.6)$$

この式を基に、 σ_A 、 σ_B には式 (A7.4) (A7.5) をそれぞれ用い、 $d\varepsilon$ を0.0001として、変形開始からの加工硬化挙動を計算した。降伏応力として、0.2%耐力 ($\sigma_{0.2\%}$) を評価した。また、加工硬化係数と真応力が一致する、塑性不安定条件を満たす点における応力を最大引張強度 (TS)、同じくひずみ量を均一伸び (UEI) とした。これらの評価値は真応力、真ひずみから公称応力、公称ひずみに換算し、実験結果と比較した。

A7.3. 計算結果

Fig. A7.3 に、パーライト分率 (V_P) が 10, 30, 50, 70, 90%と変動した場合の、均一伸び領域における真応力-真ひずみ曲線の計算結果を示す。パーライト分率の増加に伴い、強度が上昇し、均一伸びが低下する。

Fig. A7.4 に、パーライト分率に伴う $\sigma_{0.2\%}$ 、TS、UEI の変化を示す。実線は 0%から 100%まで順に変化させた計算結果を示す。各特性値は、フェライト単相からパーライト単相まで、連続して変化すると予測される。また、点は Fig. 4.9、および Table 4.2、3 に示した第 4 章で使用した供試材におけるパーライト分率と各特性値との関係を示す。パーライト分率を 0% (フェライト単相) から 21%まで変化させた際の引張特性値の変化は、計算による予測値とよく対応している。

Fig. A7.5 に、第 4 章の供試材のうち、B ($V_P=2\%$)、D ($V_P=6\%$)、E ($V_P=15\%$) の 3 つについて、実験と計算によって得られた真応力-真ひずみ曲線を比較する。計算によって得られた真応力-真ひずみ曲線は、単純な特性値のみならず、降伏から均一伸び到達までの加工硬化の挙動を再現している。

上記のように、本項での計算結果は第 4 章において得られたパーライト分率と引張特性の関係を再現している。各計算に用いた値は、Fig. 4.7 に示した SEM 観察によって得られるパーライト分率の他は、各供試材で共通のフェライト単相、パーライト単相の真応力-真ひずみ曲線のみであり、その他の供試材ごとに異なるパラメータは一切用いていない。このような計算で、組織分率に伴う特性の変化を精度良く予測できることは、計算に用いたフェライト単相、パーライト単相が各供試材の構成組織を代表することが妥当であったことを示唆する。すなわち、各供試材におけるパーライトの引張特性は同等であったと考えられる。

A7.4. 小括

等仕事量の仮定に則り、同じフェライト単相鋼とパーライト単相鋼の真応力-真ひずみ曲線から、フェライト+パーライト組織における引張特性へのパーライト分率の影響を評価した。その計算結果は、第4章での実験で得たパーライト分率の影響と良く対応していた。第4章では、いずれの供試材においてもパーライト分率が平衡量であり (Fig. 4.8)、パーライトに含まれる炭素量が変わらないこと、また、変態温度 (保持温度) が同じであることから、それぞれの供試材に含まれるパーライトは同等の特性を有すると判断していた。本章における計算結果と実際に得られた引張特性との対応は、この判断を裏付けるものである。

参考文献 (Appendix 7)

1. 大村孝仁, 津崎兼彰 : 日本金属学会誌 までりあ, 46, 2007, 251
2. T. Ohmura, K. Tsuzaki, S. Matsuoka : Scripta Mater., 45, 2001, 889
3. 友田陽, 田村今男 : 鉄と鋼, 67, 1981, 439
4. 上路林太郎, 国重和俊, 渡邊育夢 : 鉄鋼材料の加工硬化特性への新たな要求と基礎研究 加工硬化研究の最前線, 日本鉄鋼協会材料の組織と特性部会加工硬化特性と組織研究会編, 日本鉄鋼協会, 2011, 205
5. S. Allain and O. Bouaziz : Mater. Sci. Engng. A, 296, 2008, 329
6. O. Bouaziz and P. Buessler : Adv. Eng. Mater., 6, 2004, 79
7. 川田裕之 : 鉄鋼材料の加工硬化特性への新たな要求と基礎研究 加工硬化研究の最前線, 日本鉄鋼協会材料の組織と特性部会加工硬化特性と組織研究会編, 日本鉄鋼協会, 2011, 227

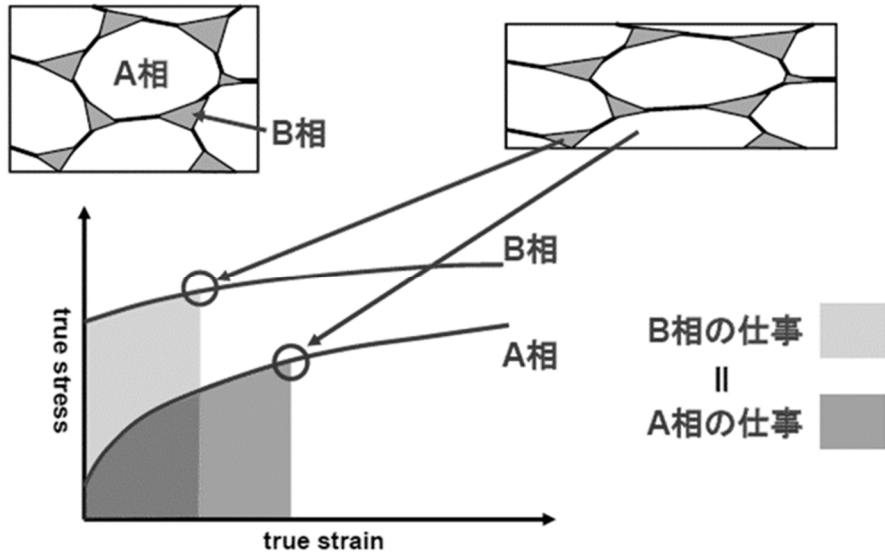


Fig. A7.1 二相組織における Iso-W 仮定の概念図

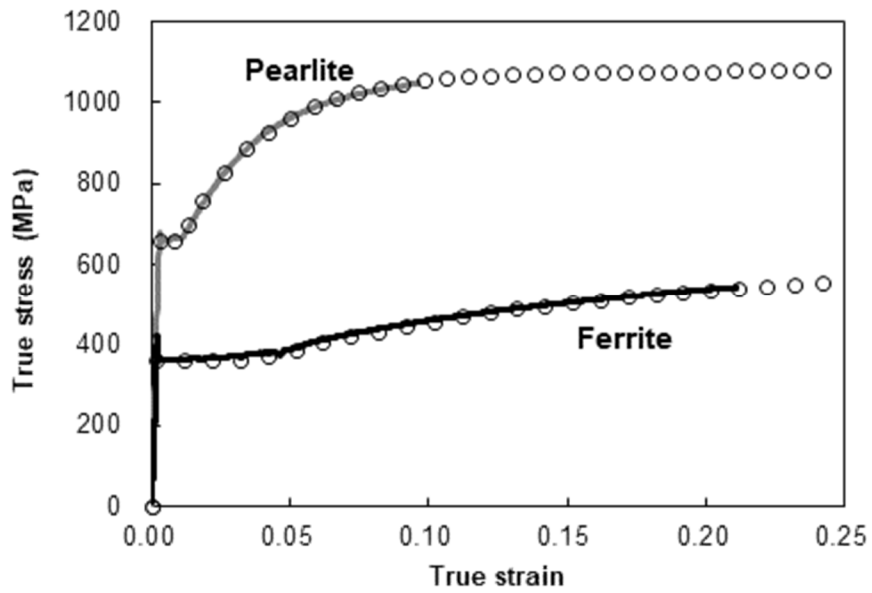


Fig. A7.2 フェライト単相鋼、パーライト単一組織鋼の
真応力-真ひずみ曲線

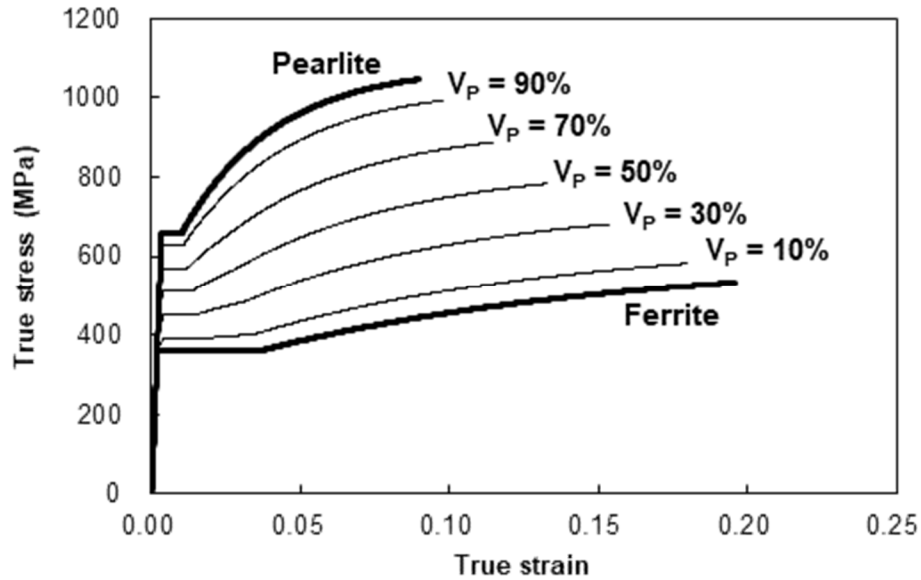


Fig. A7.3 パーライト分率の変化に伴う均一伸び領域での真応力-真ひずみ曲線の変化 (計算値)

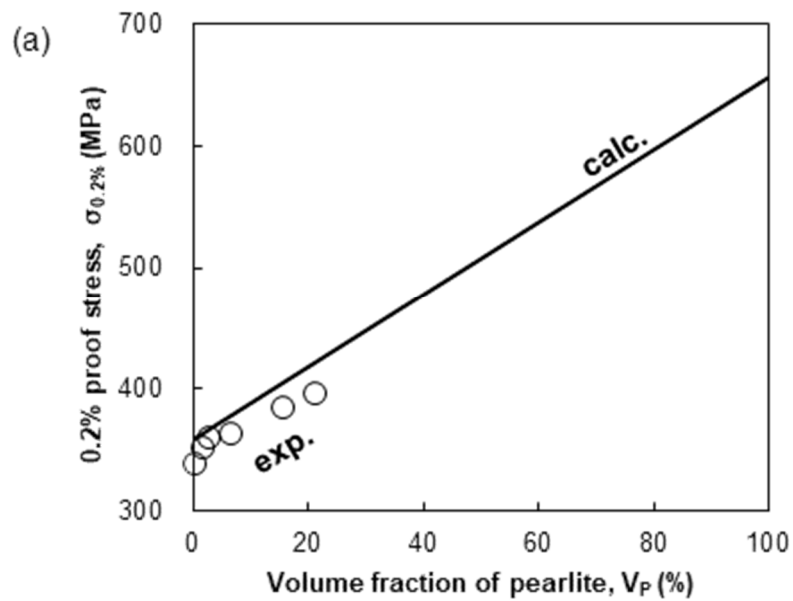


Fig. A7.4 パーライト分率に伴う引張特性値の変化 (実線：計算値、点：実験値)

(a) 0.2%耐力, (b) 最大引張強度, (c) 均一伸び

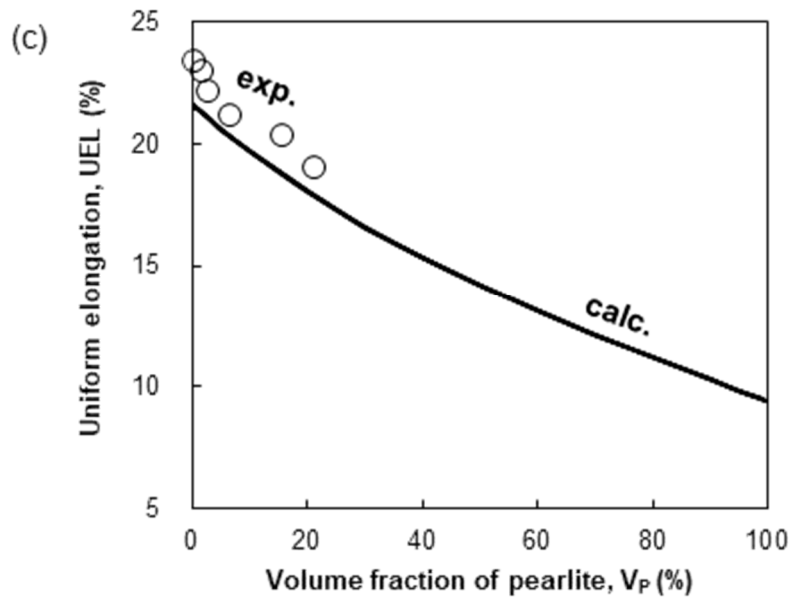
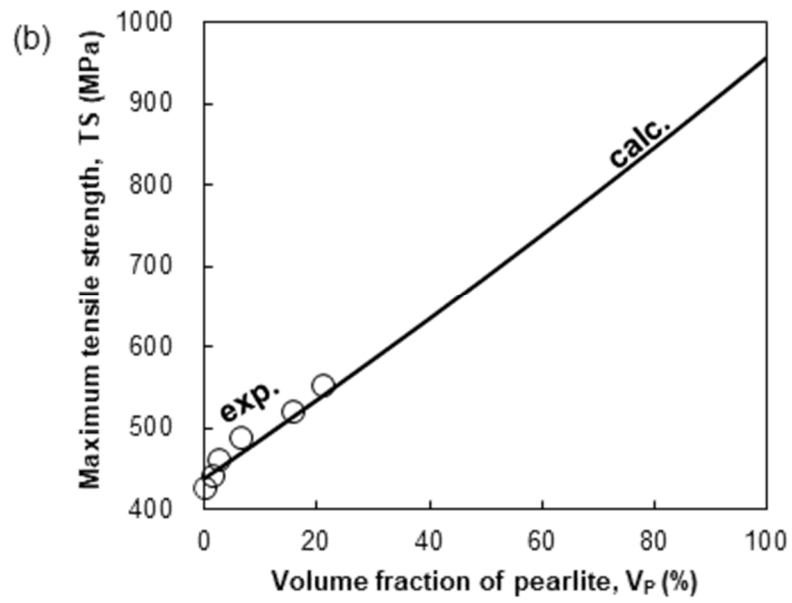


Fig. A7.4 (続き) パーライト分率に伴う引張特性値の変化 (実線：計算値、点：実験値)

(a) 0.2%耐力, (b) 最大引張強度, (c) 均一伸び

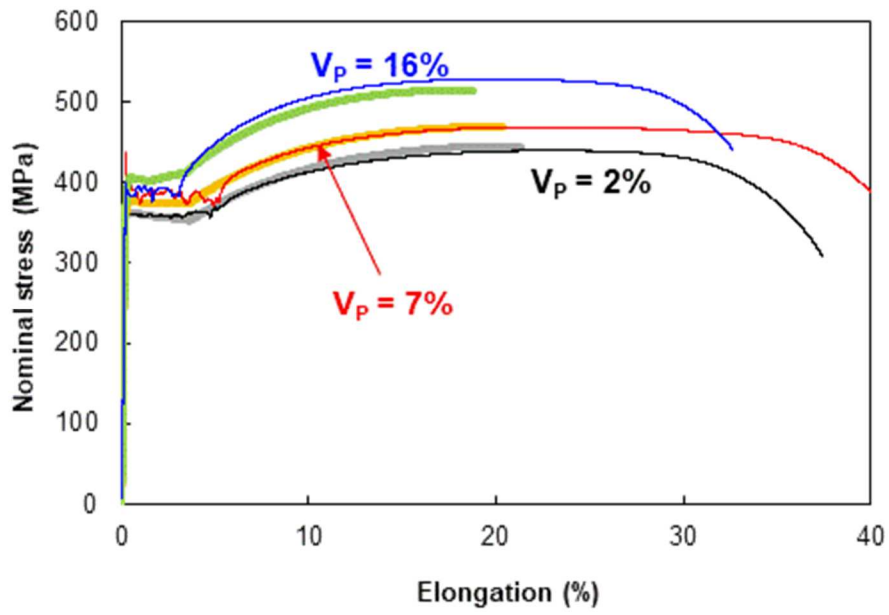


Fig. A7.5 公称応力-公称ひずみ曲線の計算値と実験結果との比較
 (太線：計算値 (均一伸び領域)、細線：実験結果)

Appendix 8 延性脆性遷移挙動における破壊発生現象と破壊発生モデルとの関係、並びにモデルの複合組織への適用に関する考察

A8.1. はじめに

本論文では、Orowan[1]の提案した延性脆性遷移の破壊発生モデルを基に、それを複合組織に拡張した二段階延性脆性遷移の破壊発生モデルを提案し、延性脆性遷移挙動とマイクロ組織の関係について考察を行った。付録の本章では、基とした Orowan のモデルと実際の破壊現象との関係、並びにその複合組織への拡張について述べ、第2章および第4章を補足する。

最初に、脆性破壊の発生に対する切欠きとマイクロ組織の影響について述べ、Orowan の提案した延性脆性遷移における破壊発生モデルとの関係を示す。Orowan のモデルは、破壊の発生する箇所に局所的にかかる応力とへき開破壊応力とを比較するものだが、実際にはより広い系を代表する印加応力とへき開破壊応力とを比較するものとして定性的に利用されている。これは、局所的にかかる応力と系を代表する印加応力との間に一定の関係が成り立つ場合、横軸を温度として、縦軸を局所応力と印加応力のいずれにとっても同じ関係が得られるからである。

一方、複合組織鋼は、変形に伴う応力の上昇挙動が大きく異なる組織からなるため、系を代表する印加応力と局所応力との関係が、組織毎に大きく異なる。組織間の応力分配を考慮し、Orowan のモデルと同等の破壊発生モデルを構築すると、横軸を温度として、縦軸を局所応力とした場合と印加応力とした場合とで、異なる関係が得られる。この破壊発生モデルは、延性脆性遷移挙動を定性的に説明するために考案したものであり、縦軸としていずれを取るかは、目的に応じて選択し、活用すればよい。

A8.2. 延性脆性遷移の破壊発生モデル

衝撃に伴う破壊は、材料が受ける応力がその耐力を超え、原子結合が切り離される現象である。ここで、原子面の分離に要する仕事と、原子面の分離によって新たに生成する2つの表面の持つ表面エネルギーが等しいと考えて求められる耐力が理想的破壊強度である[2]。フェライトにおける理想的破壊強度は48 GPaであるが、実際の破壊はこれよりもはるかに小さい応力で起こる。また、材料に固有の破壊強度があるとして、均質な材料に破壊強度に相当する応力をかけると、応力のかかるすべての原子面が同時に破断することになり、実際の破壊現象とは大きく異なる。破壊が、理想的破壊強度よりもはるかに小さい応力で、局所的に発生・進展する原因として、(1)応力上昇限の存

在、(2)原子の凝集力の局所的な低下、(3)塑性変形の介入、が挙げられる[2]。

(1)の応力上昇源として、き裂などの欠陥が挙げられる。シャルピー衝撃試験などの破壊試験において試験片に付与されるノッチや疲労予き裂では、その先端に応力集中が生じ、そこで材料は試験片全体にかかる平均応力と比べてはるかに大きな応力を受ける。Fig. A8.1[3,4]に、切欠き底における二次元弾性応力分布の模式図を示す。模式図の横方向を x 軸、縦方向を y 軸、紙面垂直方向を z 軸と見なして y 軸方向に引張応力を付与する。ここで、切欠き底では z 軸方向の応力は発生しないことから、平面応力を仮定すれば y 軸方向の応力 σ_y のみ、平面ひずみを仮定すれば σ_x と σ_y の 2 軸応力状態と考えられる。(a) 弾性域では σ_y は切欠き底からの距離の増加に伴って単調に減少する。 σ_x は切欠き底では 0 であり、切欠き底から離れると増大し、ある程度内部に入ると減少に転じて、再び 0 となる。試料全体にかかる応力を高めると σ_y 、 σ_x は増大するが、 σ_y が降伏応力に達すると局所的な塑性域が発生し、(b)弾塑性状態へと移行する。ここで、塑性域 (plastic zone) の内部における応力 σ_y 、 σ_x はいずれも切欠き底からの距離の増加に伴い上昇し、塑性域と弾性域の境界で最大となる。以上のことから、切欠き周辺において、応力が最大となるのは切欠き底からある程度内部に入った箇所であり、そこで最も強い 2 軸応力状態 (平面応力) ないし 3 軸応力状態 (平面ひずみ) が達成される。

Fig. A8.2 に、大畑ら[5]が三次元有限要素法解析により求めた、シャルピー衝撃試験におけるフルサイズ試験片の板厚中央での切欠き前方での応力分布を示す。この解析は、降伏強度 400 MPa、降伏比 0.70 の鋼材を用いた試験を模擬し、高ひずみ速度負荷による鋼材の強度上昇、塑性仕事による熱の発生と熱伝導による散逸、さらにその連成効果を考慮して行われている。最大主応力は切欠き底から約 1 mm 離れた箇所で最大となり、その前後では低下する。よって、破壊に対する耐力が試験片の中で均等であれば、このピーク近辺において破壊が発生する。Fig. A8.2 に示すように、応力のピークは先鋭なものではない。例えば、最大主応力がピークの 95%以上となるのは、切欠き底からの距離が 0.55 mm から 1.15 mm の範囲であり、600 μm に渡って高い応力がかかっている。

材料の破壊に対する耐力が均質であれば、僅かな最大主応力の変動であっても、そのピークとなる箇所が破壊する。しかしながら、ここまでに示した組織写真 (Figs. 2.2、4.7、5.5、A2.2) からも明らかのように、鉄鋼材料は数 μm オーダーで構造が変化する不均質な組織であり、例えフェライト単相鋼であっても、破壊に対する耐力は場所によって異なる。き裂によるマクロな応力の分布に加え、局所的な破壊に対する耐力のばらつきを考慮して、フェライト+セメンタイト組織における破壊発生挙動を Fig. A8.3 を用いて説明する。Fig. A8.3 には切欠き底の前方にある(a)~(f)の 6 箇所における応力と破壊に対する耐力との関係を示す。(a)(b)(f)は、切欠きによって発生する最大主応力の

ピークから外れた箇所であり、応力の系全体における代表値 (Applied stress) に対してその場に局部的に働く応力 (Local stress) が(c)(d)(e)よりも小さい。(a)は、破壊の起点となる箇所が無く、その領域における破壊の耐力 (Local fracture stress) が Local stress よりも十分に高いため、破壊は発生しない。(b)(f)は破壊しやすい粗大なセメントaitを含むため Local fracture stress は低いが、Local stress はより低く、この箇所で Local stress が Local fracture stress を上回って破壊するには高い Applied stress が必要となる。

一方、(c)(d)(e)は、いずれも Fig. A8.2 に示した最大主応力がピークを取る箇所に近く、Applied stress あたりの Local stress は大きい。この中で、(c)は破壊の起点となるセメントaitが存在せず、高い Local fracture stress を持つが、(d)(e)にはセメントaitが存在するため Local fracture stress が低く、特に割れやすい粗大なセメントaitを有する(d)の Local fracture stress が低い。

(a)~(f)を比較すると、系全体を代表する Applied stress を共通指標として、Local stress が高く、かつ Local fracture stress の低い(d)が、最も小さい Applied stress において Local stress が Local fracture stress を上回り、破壊が発生する。ここで、破壊の発生を支配する Local fracture stress が最も低い領域 (最弱部) が Fig. A8.2 に示す Local stress の高い領域に十分な頻度で含まれるならば、その値は材料を代表するへき開破壊応力 σ_F (Fracture stress) として取り扱うことができる。

Orowan[1]は、軟鋼における延性脆性遷移温度が切欠きによって大幅に上昇する理由を説明するための予測モデル (Fig. A8.4) を示した。なお、Fig. A8.4 中の文字は原典に則って示す。Orowan は、鋼材を代表するへき開破壊応力 (B) の温度依存性は小さいと仮定し、温度に大きく依存する降伏応力 (Fig. A8.4 中 Y、3Y) と比較している。ここで、2つの降伏応力 Y と 3Y は、前者が平滑試験片の引張における降伏応力であり、後者が切欠き試験片における降伏応力である。両者の比は 1.5 ~3 の間となり、切欠き試験片のほうが大きい。温度低下によっていずれの降伏応力も上昇するが、切欠きによって更に大幅に降伏応力が上昇するため、切欠き引張試験片の降伏応力がへき開破壊応力を上回る温度 (T_2) は、平滑試験片における温度 (T_1) と比べて高温となる。

このモデルの優れた点は、破壊における主要な要素が延性脆性遷移挙動に与える影響を直感的に容易に理解できる形で示していることにある。Fig. 1.23 に整理したように、破壊現象は材料因子、応力因子、環境因子が影響する複雑な現象である。Fig. A8.4 に示す概念図は、延性脆性遷移という破壊モードの変化に与える、材料因子 (降伏応力、へき開破壊応力)、応力因子 (局所応力 (縦軸)、初期切欠 (降伏応力の変化 (Y→3Y)))、環境因子 (温度 (横軸)) の相関を含んでいる。さらには、環境因子であるひずみ速度の増大による影響は降伏応力を高めることで、材料因子である粗大介在物の分布はへき開破壊応力を下げることで、それぞれ延性脆性遷移に与える影響を定性的に表すこ

とができるように、様々な因子による効果をモデル上で推定することができる。

Fig. A8.4 における縦軸は、へき開破壊応力が局所的な特性を反映する指標であるため、本来は局所応力として捉えるべきである。Fig. A8.5 は、横軸を温度、縦軸を Local stress (σ)、奥行軸を系を代表する印加応力 (Applied stress (σ')) とし、降伏応力と破壊応力との関係を示した図である。図の奥には Orowan のモデル (横軸温度、縦軸 Local stress) を置く。ここで、Local stress と Applied stress とが温度によらず同一の一次の関係にあるとし、奥のグラフに示された Local stress の値を、底面上に Applied stress としてプロットしていくと、底面には横軸が温度で、縦軸を Applied stress とする、Orowan のモデルと同じ図が描ける。このように、Applied stress に対して一定の関係で Local stress の最大値 (Fig. A8.3 における最大主応力のピーク高さ) が定まると仮定すれば、Orowan のモデルから縦軸を Applied stress に替えても同じ関係が描ける。

実際には、フェライト単相鋼であっても多結晶体であれば、結晶粒ごとの方位やサイズ差などを反映して、マクロには均質な応力状態であっても、ミクロには不均質にひずみ及び応力が印加される。一例として、Fig. A8.6[6]に、フェライト単相鋼において5%の引張ひずみを付与した際の50 μ m四方の範囲におけるひずみ分布を示す。デジタル画像相関法 (DIC 法) によって測定したデータからは、ほとんどひずみを受けていない箇所から、平均ひずみ量の倍のひずみを受けている箇所もあり、局所的なひずみ量は広く分布していることが分かる。このような、不均質なひずみとそれを反映した応力の分布は、降伏点の近傍ですでに確認されるものであり[7]、衝撃試験においても発生すると考えられる。

すなわち、Orowan のモデルは、概念としては破壊の発生するまさにその箇所における局所的な応力について整理したものではあるが、そのモデルが認知され、使用されるにあたって用いられる知見は系を代表する Applied stress や、それによって定量化されている Fracture stress である[8]。前述の通り、このモデルは、材料の均質性が高く、Applied stress と Local stress の間に一定の関係が成り立つのであれば、縦軸を Applied stress と読み替えても同様な図を与える。このため、これまで様々な研究において、定性的な検証に広く耐え、用いられてきたと考えられる。

A8.3. 複合組織における延性脆性遷移の破壊発生モデル

複合組織鋼においても、Applied stress と Local stress の間には切欠き形状などに応じた一定の関係が成り立つと期待される。しかしながら、応力-ひずみ関係の大きく異なる組織からなる場合には、その関係はそれぞれの組織において異なるものとなる。Fig. A8.7 に、Appendix 7 で用いた等仕事量

仮定によって求めたフェライト+パーライト鋼における系全体の示す応力 σ と、フェライトとパーライトのそれぞれの組織が担う応力 σ_a 、 σ_p との関係を示す。変形初期の弾性域では、フェライトとパーライトのヤング率は等しく、 σ 、 σ_a 、 σ_p は等しい。弾性変形によって σ が高まり、フェライトの降伏応力 $\sigma_{Y,a}$ に到達すると、フェライトは塑性変形を始める。塑性変形による変位当たりの加工硬化量は弾性変形による応力上昇と比べて小さい。一方、パーライトは引き続き弾性変形を進めるため、仕事量（変位増分 \times 応力）が各組織で一定となるように、フェライトは代表となる変位増分よりも大きく変形しつつ σ_a を低く保ち、パーライトでは変位増分は小さいが弾性変形によって大きく σ_p を高めることになる。そして、 σ_p がパーライトの降伏応力 $\sigma_{Y,p}$ に到達すると、パーライトも塑性変形を始めるため、フェライトとパーライトの変位当たりの加工硬化量が近くなり、 σ_a と σ_p はともに全体の応力 σ の増加に伴って上昇するようになる。このような複合組織鋼における応力の分配挙動は、複合組織鋼の引張試験中に中性子線回折を用いた in-situ 観察を行うことにより、実際に観察されている[9-11]。

このように、系全体の印加応力 Applied stress に対し、複合組織鋼ではそれぞれの組織における平均応力が異なって変化する。各組織における Local stress もまた、同様にそれぞれの組織において Applied stress に対して異なる変化をすると考えられる。Fig. A8.7 に示した Applied stress とそれぞれの組織における平均応力の関係が、Applied stress と Local stress との関係も定性的に代表すると仮定することで、Orowan のモデルと等価な図を複合組織鋼に対して描くことができる。

Fig. A8.8 に、フェライト+パーライト鋼における3つの異なる変形温度での Applied stress と Local stress との関係を、破壊の起点となると推定されるパーライトでの局所的なへき開破壊応力 σ_{FP} と比較して示す。ここで、ヤング率はフェライトとパーライトで同一とし、また、パーライトのへき開破壊応力は温度、組織分率、そしてフェライトとパーライトの変形量に依存しないとする。また、フェライトとパーライトの降伏応力は温度のみに依存するとし、組織の分率は影響しないとする。

(a)は lower shelf に相当する、最も温度の低い場合であり、 σ 、 σ_a 、 σ_p が一致する弾性変形によって破壊応力に到達する。温度が上昇した middle shelf では、(b)に示す通り、フェライトの降伏応力 $\sigma_{Y,a}$ が低下して σ_{FP} を下回るようになる。フェライトが降伏すると、パーライトにおける応力が一段と高まり、その降伏前にへき開破壊応力に到達する。更に温度が上昇して upper shelf に至ると、(c)に示す通り、パーライトの降伏応力 σ_{FP} がへき開破壊応力を下回る。フェライト、パーライトともに降伏して塑性変形を始めると、ひずみ増分当たりの応力の上昇量が小さくなり、Applied stress が高まりづらくなる。このため、十分に温度が上昇すると、切欠き底でのへき開破壊よりも延性き裂の発生が先行する臨界ひずみ[12,13]に到達するようになる。

Fig. A8.9 に、単一組織における延性脆性遷移を説明するモデル (Fig. A8.5) を、複合組織鋼に対して拡張した結果を示す。3つの温度に対する縦断面は、低温側からそれぞれ Fig. A8.8 に示した応力の関係図に対応している。(a)に示す三次元図を、画面奥の温度を横軸、Local stress を縦軸とする面に投影すると、Fig. A8.9(b)に示すグラフが得られる。これは、本論文の Fig. 2.21 に示す定性モデル、すなわち、複合組織鋼における二段階延性脆性遷移の破壊発生モデルである。一方、三次元図を底面である温度を横軸とし、Applied stress を縦軸とする面に投影すると、Fig. A8.9(c)に示すグラフが得られる。これは、本論文の Fig. 4.32 に示すフェライトの塑性変形開始によるパーライトでの応力上昇を考慮した二段階延性脆性遷移の破壊発生モデルを与える。

複合組織鋼における破壊発生モデルは、参考とした Orowan のモデルと同様に、延性脆性遷移挙動を定性的に説明するために考案したものである。縦軸を個別の組織にかかる応力とするか、系の代表応力とするかは、目的に応じて選択し、活用すればよい。Fig. A8.9 の導出に当たって、等仕事量仮定による応力の分配や、組織分率がへき開破壊応力と降伏応力とに影響しないと仮定したが、その仮定の確かさなど、今後モデルを活用するうえで確認していく必要がある。

参考文献 (Appendix 8)

1. E. Orowan : Rep. Prog. Phys., 12, 1949, 185
2. 小林英男 : 破壊力学, 共立出版, 1993, 1
3. 小林英男 : 破壊力学, 共立出版, 1993, 29
4. J.K. Knott : Fundamentals of Fracture Mechanics, Butterworths, UK, 1973, 12
5. 大畑充, 澤靖典, 高嶋康人, 南二三吉 : 日本船舶海洋工学会論文集, 4, 2006, 277
6. J. Marteau, H. Haddadi, and S. Bouvier : Exp. Mech., 53, 2013, 427
7. S. Banerjee, T. Dasgupta, S. Mukherjee, M. Shome, P.C. Chakraborti, and S.K. Saha : Mater. Sci. Technol., 32, 2016, 328
8. J.F. Knott, 宮本博 (訳) : Fundamentals of Fracture Mechanics, 破壊力学の基礎, 培風館, 1977, 188
9. Y. Tomota, H. Tokuda, Y. Adachi, M. Wakita, N. Minakawa, A. Moriai, and Y. Morii : Acta Mater., 52, 2004, 5737
10. 諸岡聡, 梅澤修, ステファヌス・ハルヨ, 長谷川浩平, 田路勇樹 : 鉄と鋼, 98, 2012, 311
11. S. Harjo, N. Tsuchida, J. Abe, and W. Gong : Sci. Rep., 7, 2017, 15149
12. 大塚昭夫, 宮田隆司, 西村誠二, 大橋真 : 日本機械学会論文集 (A 編) , 47, 1981, 286

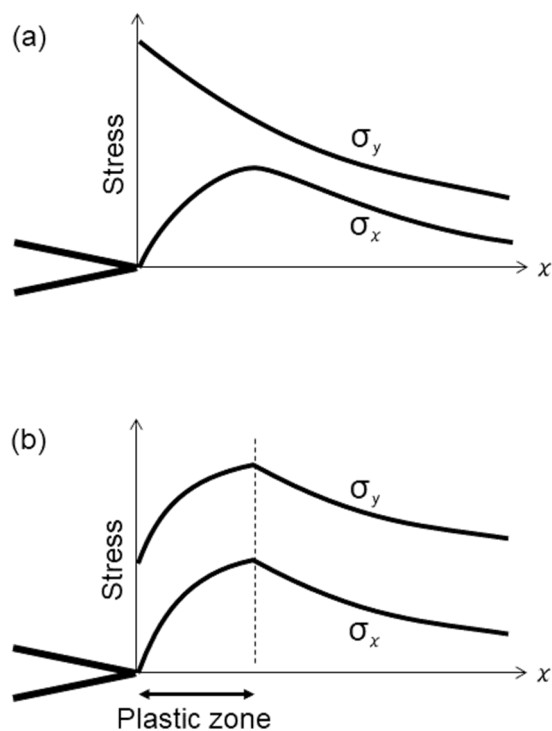


Fig. A8.1 切欠き底における応力分布[2] (a) 弾性状態、(b) 弾塑性状態

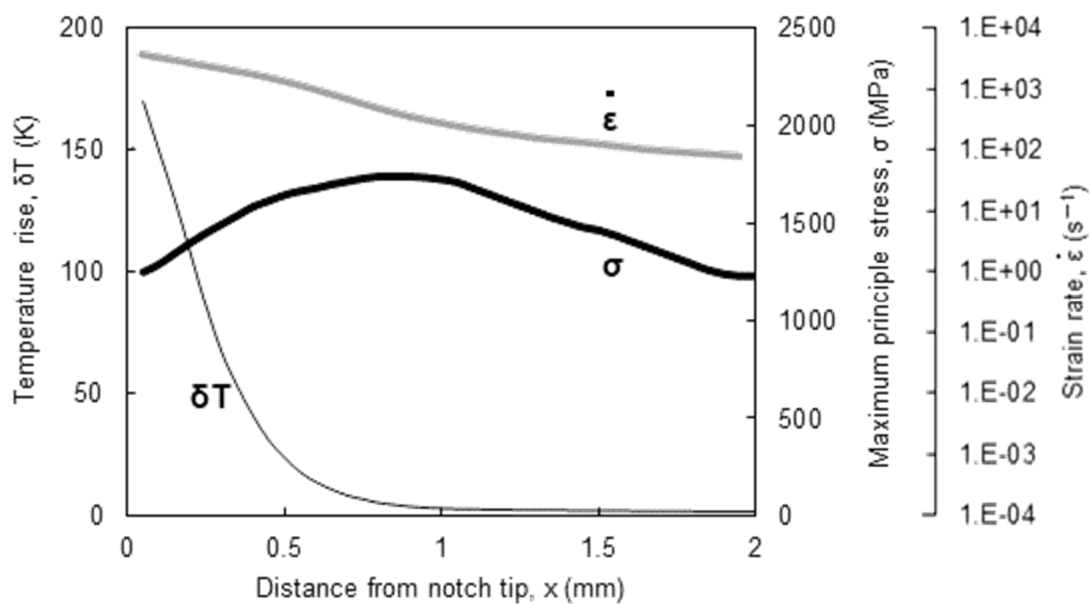


Fig. A8.2 シャルピー衝撃試験におけるノッチ底近辺の応力、ひずみ速度、温度上昇の分布[5]

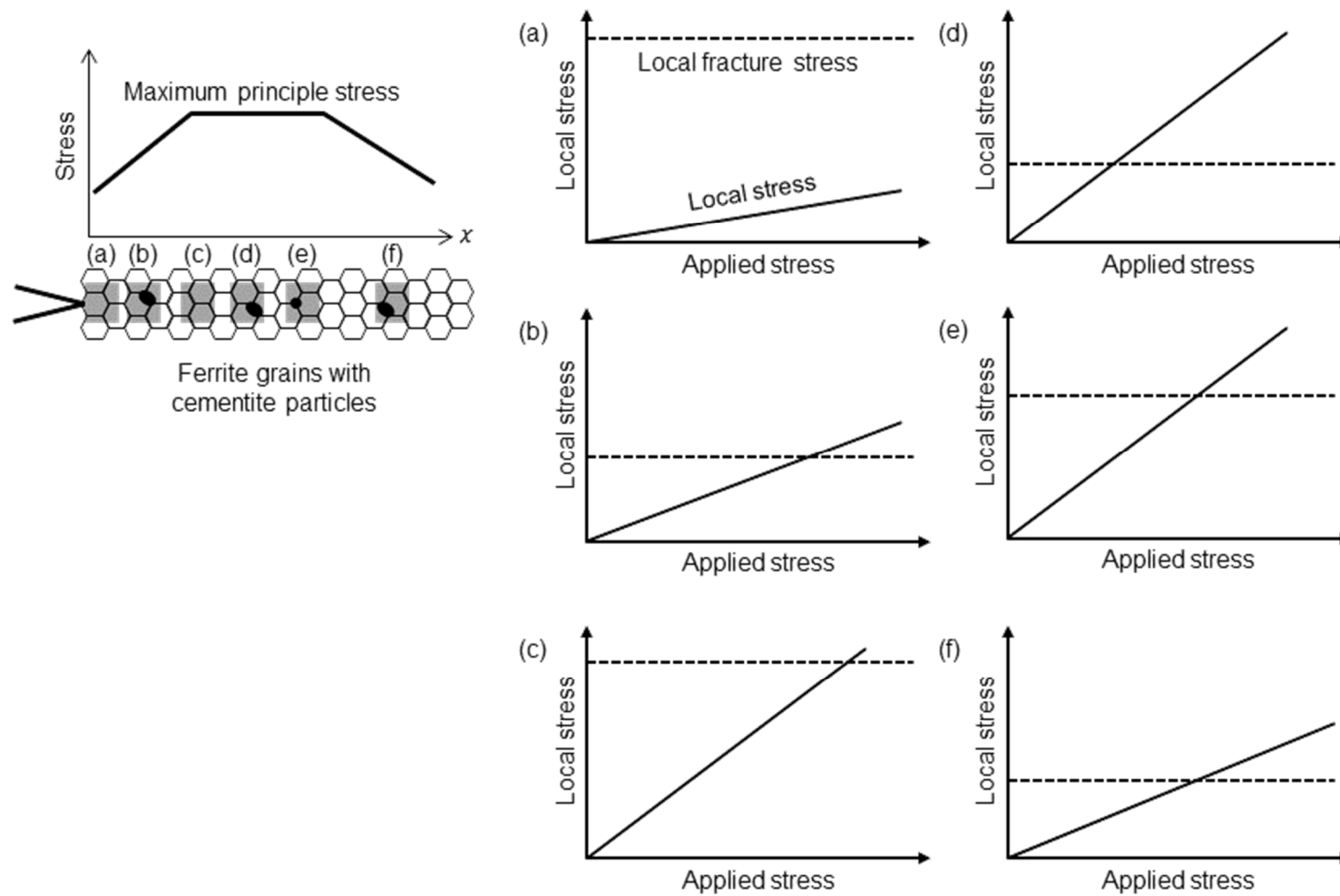


Fig. 8.3 引張応力のかかった切欠き底前方における局所的な応力と破壊応力との関係

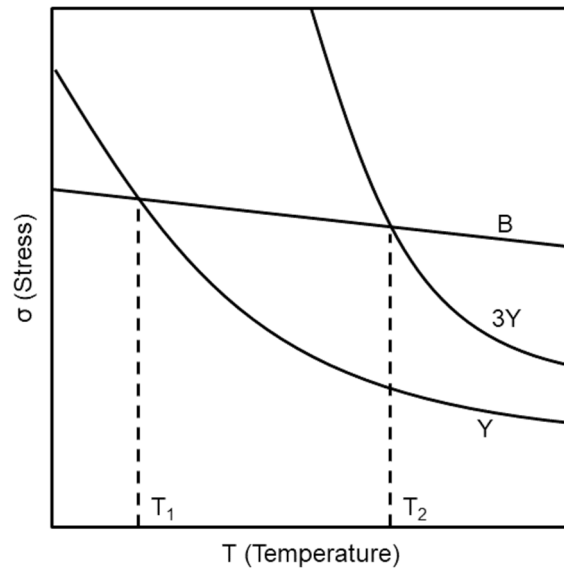


Fig. A8.4 Orowan の示した軟鋼における降伏応力とへき開破壊応力の関係[1]
 B : へき開破壊応力、Y : 平滑試験片の降伏応力、3Y : 切欠き試験片の降伏応力
 T₁ : 平滑試験片の延性脆性遷移温度、T₂ : 切欠き試験片の延性脆性遷移温度

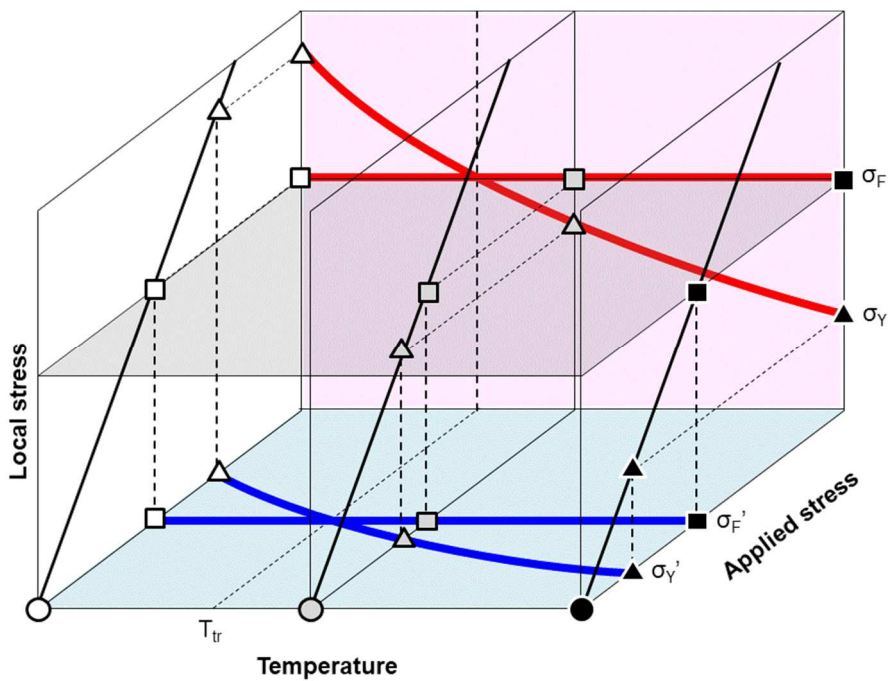


Fig. A8.5 局所応力および印加応力で整理した降伏応力とへき開破壊応力の関係
 σ_Y, σ_F : 局所応力で整理した降伏応力とへき開破壊応力、
 σ_Y', σ_F' : 印加応力で整理した降伏応力とへき開破壊応力、T_{tr} : 延性脆性遷移温度
 ● : 原点、▲ : 降伏応力、■ : へき開破壊応力

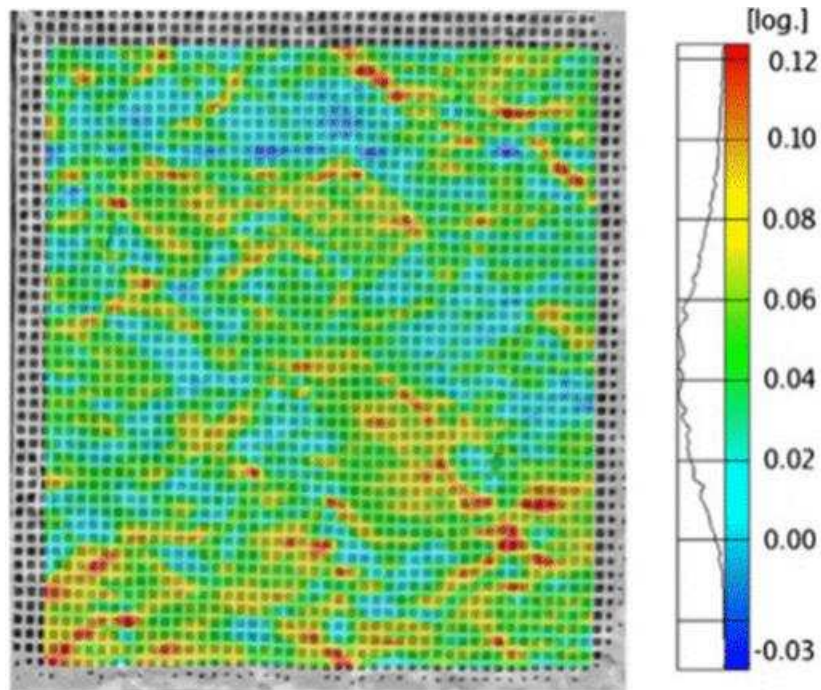


Fig. A8.6 フェライト単相鋼における 5%引張加工時のひずみ分布[6]

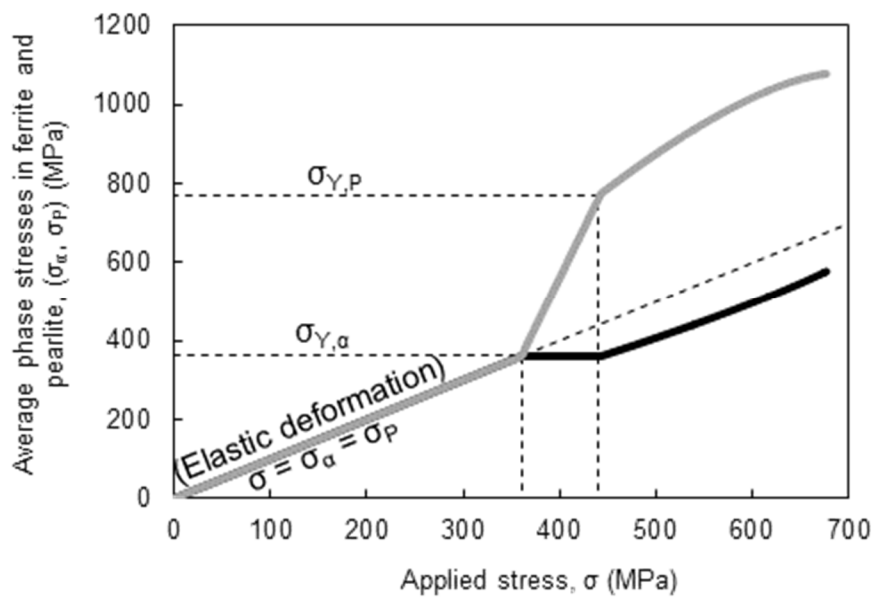


Fig. A8.7 フェライト+パーライト鋼における引張変形中のフェライトとパーライトへの
応力分配の予測結果

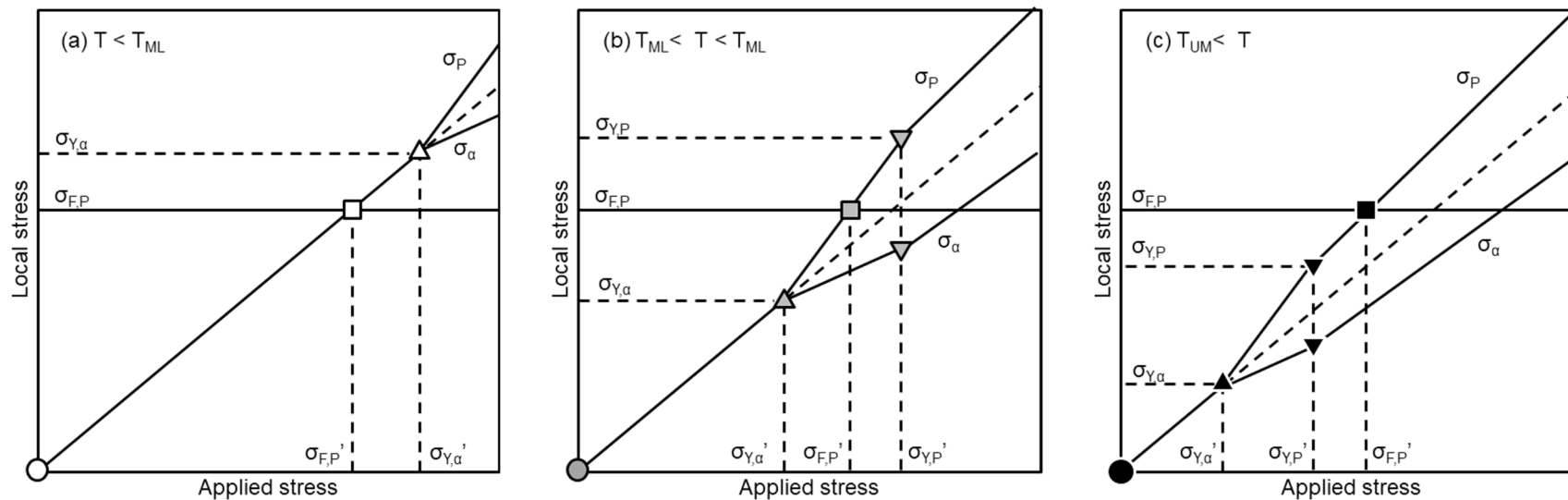


Fig. A8.8 フェライト+パーライト鋼における印加応力とフェライトおよびパーライトにそれぞれ発生する局所応力との関係

(a) Lower shelf, (b) Middle shelf, (c) Upper shelf

σ_α, σ_P : フェライト、パーライトにおける局所応力

$\sigma_{Y,\alpha}, \sigma_{Y,P}, \sigma_{F,P}$: 局所応力で整理したフェライトの降伏応力とパーライトにおける降伏応力およびへき開破壊応力

$\sigma_{Y,\alpha}', \sigma_{Y,P}', \sigma_{F,P}'$: 印加応力で整理したフェライトの降伏応力とパーライトにおける降伏応力およびへき開破壊応力

● : 原点、▲ : フェライトの降伏、▼ : パーライトの降伏、■ : パーライトのへき開破壊

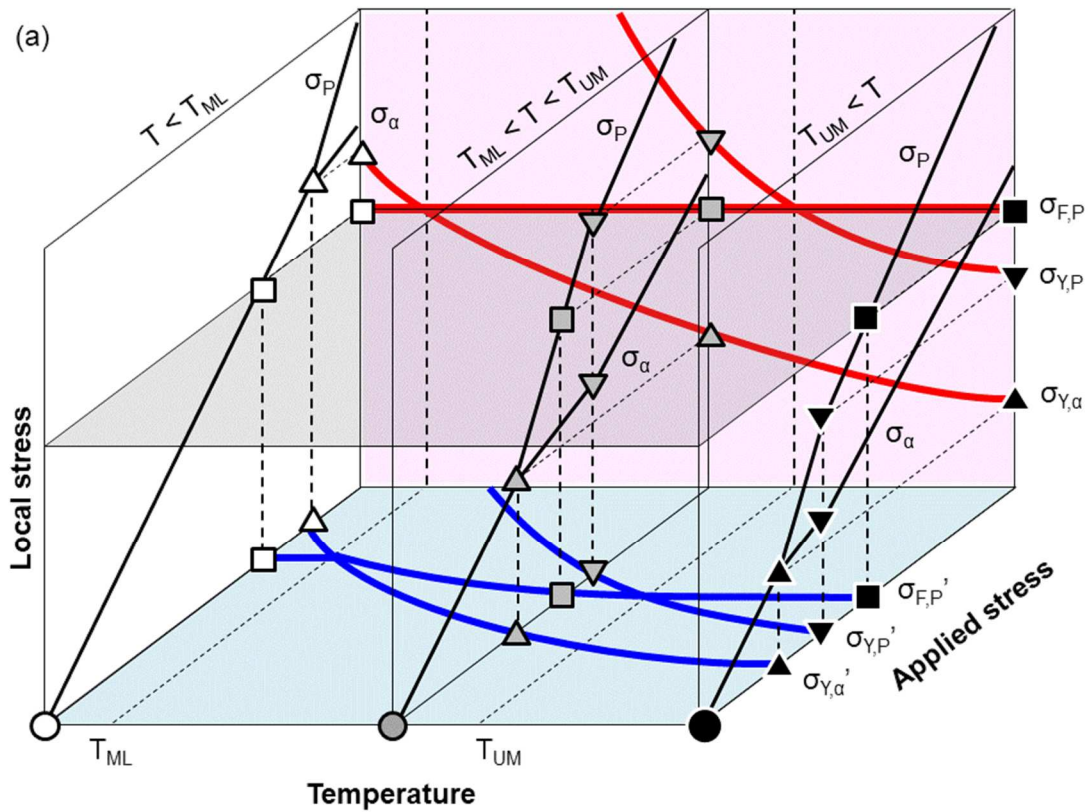


Fig. A8.9 フェライト+パーライト鋼における降伏応力とへき開破壊応力の関係

(a) 局所応力および印加応力で整理した三次元マップ

T_{UM} : upper shelf から middle shelf への遷移温度

T_{ML} : middle shelf から lower shelf への遷移温度

$\sigma_{\alpha}, \sigma_P$: フェライト、パーライトにおける局所応力

$\sigma_{Y,\alpha}, \sigma_{Y,P}, \sigma_{F,P}$: 局所応力で整理したフェライトの降伏応力とパーライトにおける降伏応力およびへき開破壊応力

$\sigma_{Y,\alpha}', \sigma_{Y,P}', \sigma_{F,P}'$: 印加応力で整理したフェライトの降伏応力とパーライトにおける降伏応力およびへき開破壊応力

● : 原点、▲ : フェライトの降伏、▼ : パーライトの降伏、■ : パーライトのへき開破壊

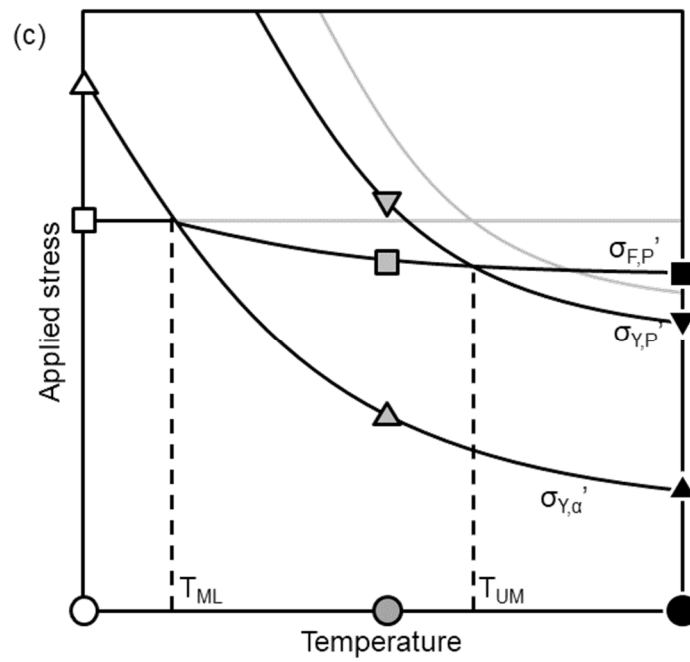
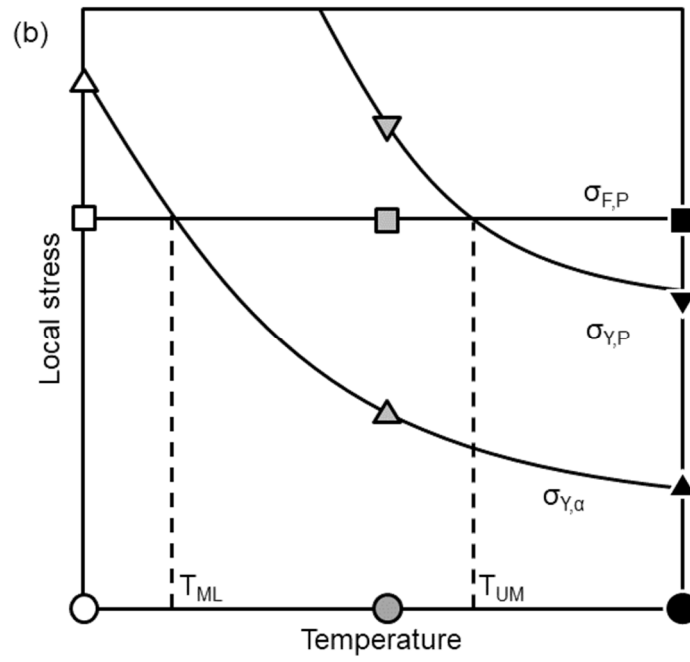


Fig. A8.9 (続き) フェライト+パーライト鋼における降伏応力とへき開破壊応力の関係

(b) 縦軸を局所応力として整理した二次元マップ

(c) 縦軸を印加応力として整理した二次元マップ

Appendix 9 二段階延性脆性遷移の破壊発生モデル適用の確度に関する半定量的検討

A9.1. 目的

本章では、第2章で提案し、以降の複合組織鋼における延性脆性遷移挙動の考察に用いた、破壊発生モデル (Fig. 2.21) について、その定量的な確からしさを様々な文献値を用いて考察する。

このモデルは Orowan[1]の提案した一般的な延性脆性遷移における破壊発生の定性モデル (Fig. 2.20) を基に考案したものである。Appendix 8において述べたように、Orowan のモデルは低温でへき開破壊、高温で延性破壊が起こる延性脆性遷移が起こる理由を定性的現象論的に説明[2]するものである。第2,4,5章では、複合組織鋼における二段階延性脆性遷移に対し、Orowan のモデルを拡張して考案した破壊発生現象の定性モデルを用いることによって、マイクロ組織と遷移挙動の関係をよく整理することができた。

これらのモデルはあくまでも定性的なものであり、現象の傾向を表現できるが、定量的な議論はできない。しかしながら、定性的な適用においても、モデルが想定する事象の半定量化が伴わないと、事象の可否やそのモデルの根拠が失われる。その場合、例えモデルによって定性的に現象を説明し得ても、必然性がないとみなして棄却すべきである。本稿での考察の結果を補強し、さらに、実際の材料開発に対しても提案モデルを適用するには、モデル適用の確度を半定量的に確認する必要がある。

ここで、このモデルが想定する事象とは、降伏応力と破壊応力との関係が温度等の条件によって変化し、高温では降伏応力のほうが低いが、低温では降伏応力が破壊応力を上回る逆転が起こることである。鉄鋼材料における降伏応力や破壊応力は様々な組織において検討されており、それらの文献値を用い、本研究が提案する二段階延性脆性遷移の破壊発生モデル適用における定量性について、考察を行った。

A9.2. 温度に伴う降伏応力の変化

金属材料の降伏とは、印加される応力に対して転位が運動を開始し、巨視的な塑性ひずみが生じることである。よって、降伏が起こる応力は転位の易動度に依存しており、温度が低下するほど降伏応力は上昇する[3]。様々な鉄鋼材料における降伏応力の温度依存性が、引張試験によって評価されている。例えば、田中ら[4]は、Ti を添加した極低炭素鋼において引張試験を行い、フェライト単

相組織における 0.2%耐力と試験温度の関係を報告している (Fig. A9.1)。合金元素をほとんど含まない base 鋼では、室温における 0.2%耐力は 100 MPa 未満と小さいが、温度の低下に伴って大幅に上昇し、この材料の延性脆性遷移温度 (175 K) 近辺では 350 MPa を超える。フェライト単相鋼における 0.2%耐力とその温度依存性は、様々な因子によって変化する。例えば、Fig. A9.1 に示す通り、添加される合金元素によって変化し、Mn や Ni を添加すると、室温における 0.2%耐力は上昇するが、温度低下に伴う上昇幅が小さくなり、低温では固溶元素を含まないフェライトに比べて 0.2%耐力が低下する固溶軟化現象[5]を示す。固溶元素のほか、粒径や結晶方位によっても降伏強度の温度依存性の大きさは変化するが、いずれの場合も、温度の低下に伴ってフェライトの降伏強度が大きく上昇することには変わりはない。

同様に、Fig. A9.2 (a)にフェライト[4]に加えてパーライト[6]、焼戻マルテンサイト[7]、フェライト+パーライト[8]、およびフェライト+マルテンサイト[9]の各組織を有する鋼における 0.2%耐力と引張試験温度との関係を示す。フェライトにおけるデータは、Fig. A9.1 に示したうち、他の鋼材と Mn 添加量の近い 2 wt%Mn 材における結果を並べた。室温における 0.2%耐力は、フェライトにおける 160 MPa から焼戻マルテンサイトにおける 615 MPa まで分布している。フェライトと同様に、他の鋼種においても温度低下とともに 0.2%耐力は上昇する。Fig. A9.2 (b)に、横軸を温度の逆数 ($1/T$ [K^{-1}]) として、各組織における 0.2%耐力と引張試験温度の関係を比較した。いずれの組織においても、0.2%耐力は温度の逆数に対して直線的に変化しており、最小二乗法によって求めた傾きは $4.4 \sim 6.7 \times 10^4$ (MPa \cdot K)であった。Fig. A9.2 (b)における直線は、各組織に対して求めた傾きの平均値 (5.3×10^4 (MPa \cdot K))を用い、切片のみを各組織に対して変えたものである。それぞれの直線は各組織における 0.2%耐力と概ね対応しており、降伏強度の温度依存性に組織ごとの大きな差異は無いと言える。

A9.3. ひずみ速度による降伏応力の変化

A9.2 において述べた降伏応力 (0.2%耐力) は一般的な引張試験によって求められており、試験におけるひずみ速度は $1 \times 10^{-4} \sim 1 \times 10^{-2}$ と小さい。一方、シャルピー衝撃試験において、試験片のひずみ速度はそれよりもはるかに大きい。鉄鋼材料における降伏応力はひずみ速度の増大に伴って上昇する[3]ことから、衝撃試験における降伏応力を議論するにはひずみ速度の影響を考慮する必要がある。

鉄鋼材料の降伏応力に及ぼすひずみ速度および温度の影響は、Benette ら[10]による活性化エネルギー

ギー論に則った考察から、Strain rate-temperature parameter (以下、Rパラメーター[11,12]と呼ぶ)によって同時に表すことができる。Rパラメーターを式(A9.1)に、Rパラメーターと降伏応力の関係を式(A9.2)に、それぞれ示す。

$$R = T \cdot \ln(A/\dot{\epsilon}) \quad \dots (A9.1)$$

$$\sigma_Y = B \cdot \exp(C/R) \quad \dots (A9.2)$$

ここで、RはRパラメーター、 σ_Y は降伏応力、Tは温度[K]、 $\dot{\epsilon}$ はひずみ速度[s⁻¹]をそれぞれ示す。また、A,B,Cは材料に依存した定数項である。Fig. A9.2に示したとおり、降伏応力の温度依存には鋼種ごとの差がほとんど見られないことから、490 MPa級鋼(フェライト+パーライト組織)における検討結果[11,12]である $A = 1.0 \times 10^8$ (s⁻¹)を本検討でも用いた。また、B,Cは、Fig. A9.2に示したフェライトおよびパーライトにおける0.2%耐力の温度依存性と、Appendix 7において示したフェライト単相鋼およびパーライト単相鋼の室温における降伏強度(それぞれ、ひずみ速度 2.5×10^{-3} s⁻¹において330 MPaと660 MPa)に合わせ、Table A9.1のように設定した。今回の実験において用いたフェライトとパーライトの降伏応力の温度ならびにひずみ速度に伴う変化を求めた。Fig. A9.3に、今回の実験において用いたフェライトとパーライトの降伏応力の温度依存性を、ひずみ速度0.0001、1、および100 s⁻¹において計算した結果を示す。ひずみ速度の上昇に伴い降伏応力が上昇するが、その上昇量は温度によって異なる。例えば、フェライトにおいて、ひずみ速度が0.0001 s⁻¹から100 s⁻¹まで増大することで、室温での降伏応力は318 MPaから422 MPaへ ($\Delta\sigma_Y = 104$ MPa)、200 Kでは364 MPaから552 MPaへ ($\Delta\sigma_Y = 188$ MPa)、100 Kでは552 MPaから1268 MPaへ ($\Delta\sigma_Y = 716$ MPa)、それぞれ増大しており、温度が低いほどひずみ速度の増大に伴う降伏応力の上昇量は大きくなった。また、Fig. A9.3に示す通り、パーライトにおいても同様に、ひずみ速度による降伏応力の変化は低温ほど大きくなった。

A9.4. 降伏応力と破壊応力との比較

続いて、様々な温度で行うシャルピー衝撃試験における、フェライトおよびパーライトにおける降伏応力と、それらのへき開破壊応力とを比較する。

大畑らによる検討[13,14] (Fig. A8.2) では、シャルピー衝撃試験において、破壊が発生すると想定される応力ピークの箇所におけるひずみ速度は100 s⁻¹程度である。また、シャルピー衝撃試験に

において印加される応力を求めるには、更に塑性拘束による実効的な降伏応力の増大[15]を考慮する必要がある。塑性拘束を考慮した三軸応力状態での降伏応力と、考慮しない平面応力状態での降伏応力との比を塑性拘束係数 (plastic constraint factor, λ) [16,17]と呼ぶ。き裂先端における λ は、例えば、Irwin ら[17]が $\lambda = \sqrt{2\sqrt{2}}$ ($=1.68$) と提唱するように、2 前後の値となる[18-21]。

パーライトにおける破壊応力 σ_{FP} は、Lewandowski ら[6]および Alexander ら[23]がそれぞれ求めたへき開破壊応力を採用して比較する。いずれもシャルピー衝撃試験による結果を基に、パーライト鋼における破壊応力の温度と組織サイズに伴う変化を求めており、その値は 1400~2000 MPa の範囲であった。一方、フェライトを主体とする組織の破壊応力についても、同様の検討を通じて概ね 2000 MPa 強の値が報告[18-21]されている。但し、これらの検討の対象組織はセメンタイトや MA を含んでおり、求められた破壊応力はフェライトではなく破壊の起点となるセメンタイトや MA のものである[23,24]。よって、Fig. 2.21 で示したフェライトの破壊応力 $\sigma_{F,\alpha}$ は 2000 MPa を大きく上回ると推定される。

以上の知見を基に、Fig. A9.4 に、シャルピー衝撃試験でのフェライト+パーライト組織における各組織の降伏応力と破壊応力とを比較して示す。なお、フェライトの破壊応力 $\sigma_{F,\alpha}$ は 2000 MPa を大きく上回るため、省略した。パーライトにおける破壊応力 σ_{FP} を 1700 MPa と置き、Fig. 2.21 で示した二段階延性脆性遷移の破壊発生モデルと比較する。モデル上で upper shelf から middle shelf への遷移温度 T_{UM} に対応する σ_{FP} とパーライトにおける降伏応力 σ_{YP} との交点は 250 K となる。同様に middle shelf から lower shelf への遷移温度 T_{ML} に対応する σ_{FP} とフェライトにおける降伏応力 $\sigma_{Y,\alpha}$ との交点は 133 K となる。このグラフにおける $\sigma_{Y,\alpha}$ および σ_{YP} は第 4 章で用いたフェライト+パーライト鋼における各組織と対応した引張試験結果を用いて求めているが、そのフェライト+パーライト鋼における遷移温度 (Fig. 4.23) は、 T_{UM} が 253 K、 T_{ML} が 143 K であり、このグラフにおける各応力の交点と良く対応している。

ここまで定量的にフェライト+パーライト組織における 2 つの降伏応力と破壊応力とを比較してきた。実際に定量性を求めるならば、更に、板厚および破壊前の塑性変形に伴う応力集中の度合いの変化と、印加応力に対する各組織への応力の分配を考慮する必要がある。また、今回は複合組織の内部における各組織の破壊応力など、実際に求めることが困難な項目には単一組織における破壊応力を仮定しており、その妥当性も検証されねばならない。二段階延性脆性遷移における破壊発生モデルは、基とした Orowan の破壊発生モデルと同様に、定性的に延性脆性遷移を説明するためのものである。更に様々な要素を無理に定量化して用いることはそれに要する労力を鑑みて現実的では無い。ここまで述べた通り、降伏応力と破壊応力との関係がモデルと実際とで定量的に大きく乖

離していないことを確かめたことによって、以降は二段階延性脆性遷移挙動の変化を簡便に理解・予測するためのツールとして活用すればよい。

A9.5. 小括

二段階延性脆性遷移の破壊発生を定性的に説明するモデルについて、フェライト+パーライト組織での各組織の降伏応力と破壊応力とを文献値から見積もり、定量的な考察を行った。

塑性拘束係数を固定し、塑性変形後の応力分配を考慮しない簡易な比較では、シャルピー衝撃試験におけるパーライトの降伏応力は250 K以下でパーライトの破壊応力を上回り、フェライトの降伏応力は133 K以下でパーライトの破壊応力を上回る。これらの温度は、フェライト+パーライト鋼における2つの遷移温度とよく対応している。

以上より、二段階延性脆性遷移の破壊発生モデルにおいて想定している事象が、定量的に見て起こりえないと判断されるものではないと言える。これは、本稿において、このモデルを用いた考察を補強するものである。

参考文献 (Appendix 9)

1. E. Orowan : Rep. Prog. Phys., 12, 1949, 185
2. 三村宏, 町田進 : 基礎 材料強度学, 培風館, 2000, 110
3. 土田紀之, ステファヌス・ハルヨ, 大貫貴久, 友田陽 : 鉄と鋼, 100, 2014, 1191
4. 田中将己, 前野圭輝, 吉村信幸, 星野学, 植森龍治, 潮田浩作, 東田賢二: 鉄と鋼, 100, 2014, 1267
5. 潮田浩作, 吉村仁秀, 海藤宏志, 木村謙 : 鉄と鋼, 100, 2014, 716
6. J.J. Lewandowski and A.W. Thompson : Metall. Trans. A, 17A, 1986, 1769
7. M. Holzmann, I. Dlouhý, and M. Brumovský : Int. J. Press. Vessel. Pip., 76, 1999, 591
8. 土田紀之, 小野匠, 友田陽, 長井寿 : 日本機械学会論文集 (A 編) , 68, 2002, 1547
9. 土田紀之, 井崎栄政, 田中和幸, 深浦健三 : 鉄と鋼, 97, 2011, 201
10. P.E. Bennett and G.M. Sinclair : ASME paper, 65-MET-11, 1965
11. 島貫広志, 古谷仁志, 井上健裕, 荻原行人, 豊田政男 : 日本造船学会論文集, 186, 1999, 475
12. 久保高宏, 南二三吉, 島貫広志, 栗原正好, 塩飽豊明, 有持和茂, 豊田政男 : 鉄鋼及び各種金属材料の種々の環境下における変形・破壊—破壊フォーラム最終報告一, 日本鉄鋼協会, 1999, 113

13. 大畑充, 澤靖典, 高嶋康人, 南二三吉 : 日本船舶海洋工学会論文集, 4, 2006, 277
14. 高嶋康人, 大畑充, 南二三吉 : 日本船舶海洋工学会論文集, 7, 2008, 271
15. 加藤雅治, 熊井真治, 尾中晋 : 材料強度学, 朝倉書店, 1999, 110
16. 小林英男 : 破壊力学, 共立出版, 2013, 99
17. G.R. Irwin : Proc. 7th Sagamore OMR Conf., IV-63, Syracuse Univ., 1960
18. D.A. Curry and J.F. Knott : Metal Sci., 12, 1978, 511
19. J. Chen, L. Zhu, and H. Ma : Acta Metall. Mater., 38, 1990, 2527
20. H. Ma : Int. J. Fract., 89, 1998, 143
21. G. Testa, N. Bonora, A. Ruggiero, G. Iannitti, and D. Gentile : Theor. Appl. Fract. Mech., 109, 2020, 102689
22. D.J. Alexander and I.M. Bernstein : Metall. Trans. A, 20A, 1989, 2321
23. A. L-Pearlade, A.F. Gourgues, J. Besson, T. Sturel, and A. Pineau : Metall. Mater. Trans. A, 35A, 2004, 1039
24. A. Pineau : Int. J. Fract., 138, 2006, 139

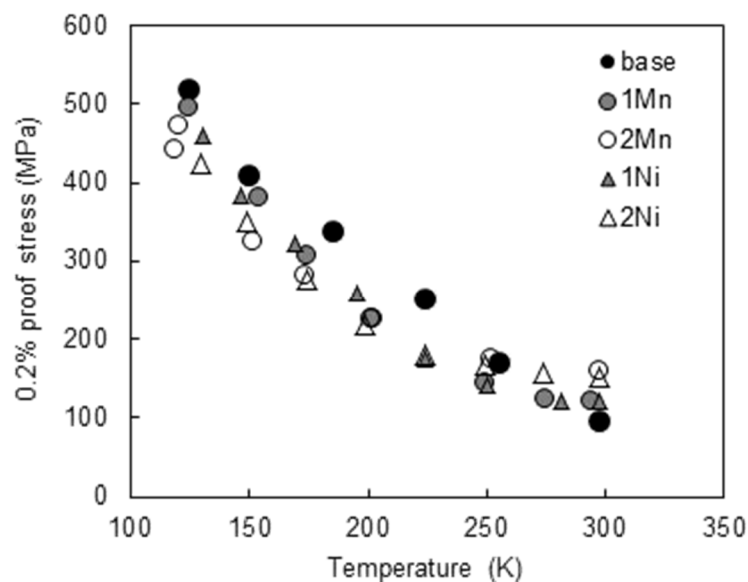


Fig. A9.1 フェライト単相鋼における引張試験温度と0.2%耐力の関係 [4]

base : 極低炭素低合金鋼 (0.002 wt%C-0.03 wt%Ti)

1Mn, 2Mn : Mn 添加極低炭素鋼 (数字は wt%Mn)

1Ni, 2Ni : Ni 添加極低炭素鋼 (数字は wt%Ni)

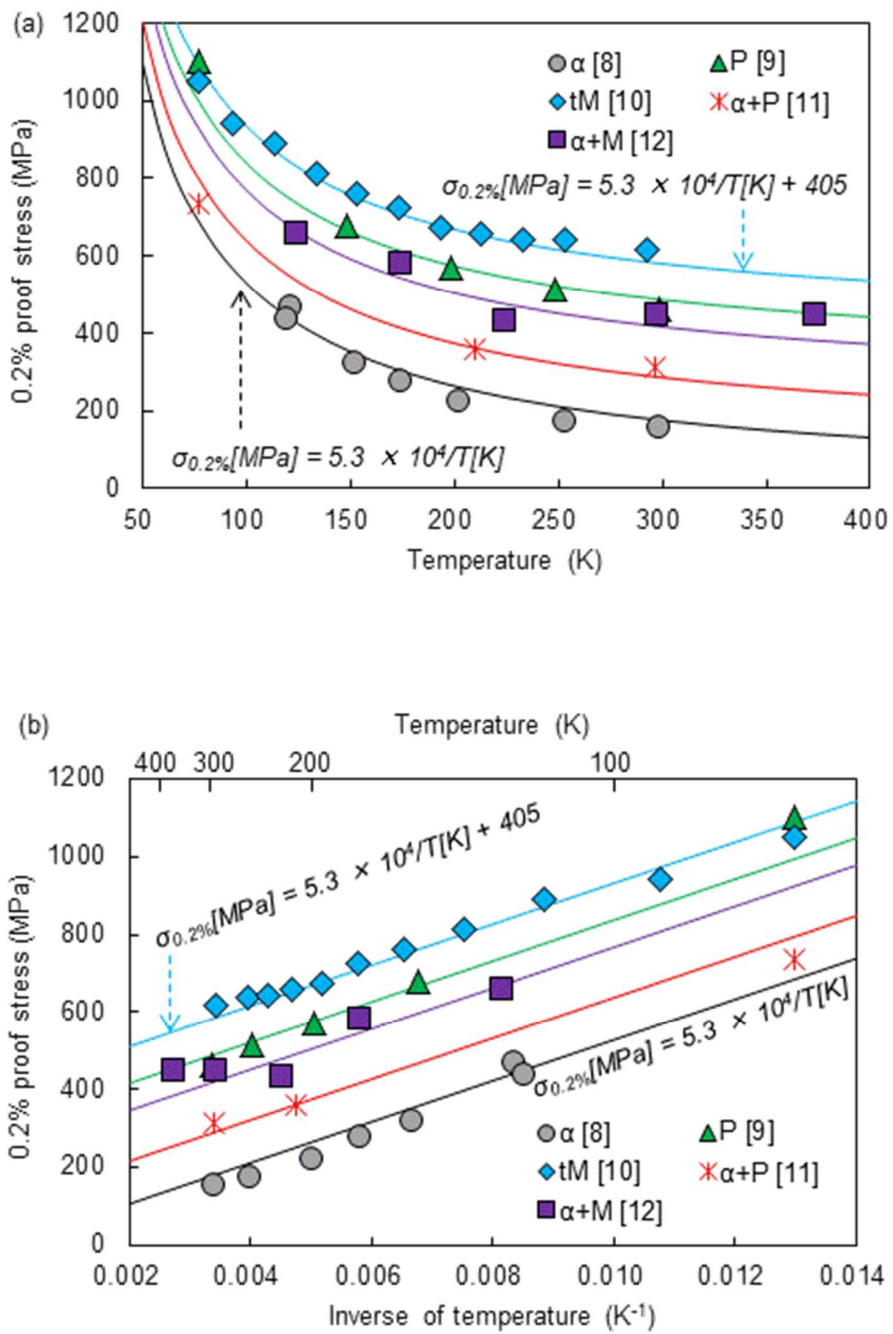


Fig. A9.2 様々なマイクロ組織を有する鋼材における0.2%耐力と引張試験温度の関係

(a) 0.2%耐力 vs. 試験温度、 (b) 0.2%耐力 vs. 試験温度の逆数

α : フェライト単相鋼 (2wt%Mn) [4]、 P : パーライト[6]、 tM : 焼戻マルテンサイト[7]

$\alpha+P$: フェライト+パーライト[8]、 $\alpha+M$: フェライト+マルテンサイト[9]

Table A9.1 フェライトおよびパーライトの降伏強度の推定に用いたパラメーター

Phase	$\sigma_{Y,RT}$ (MPa)	A	B	C
Ferrite	330	1.0×10^8	2.4×10^2	2.3×10^3
Pearlite	660	1.0×10^8	5.2×10^2	1.7×10^3

$\sigma_{Y,RT}$: 室温における 0.2%耐力

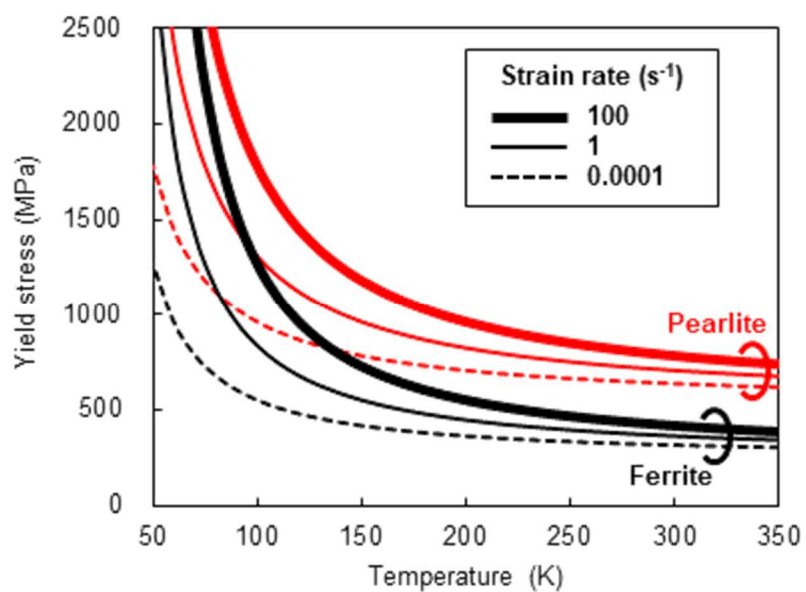


Fig. A9.3 温度およびひずみ速度によるフェライトおよびパーライトの降伏強度の変化

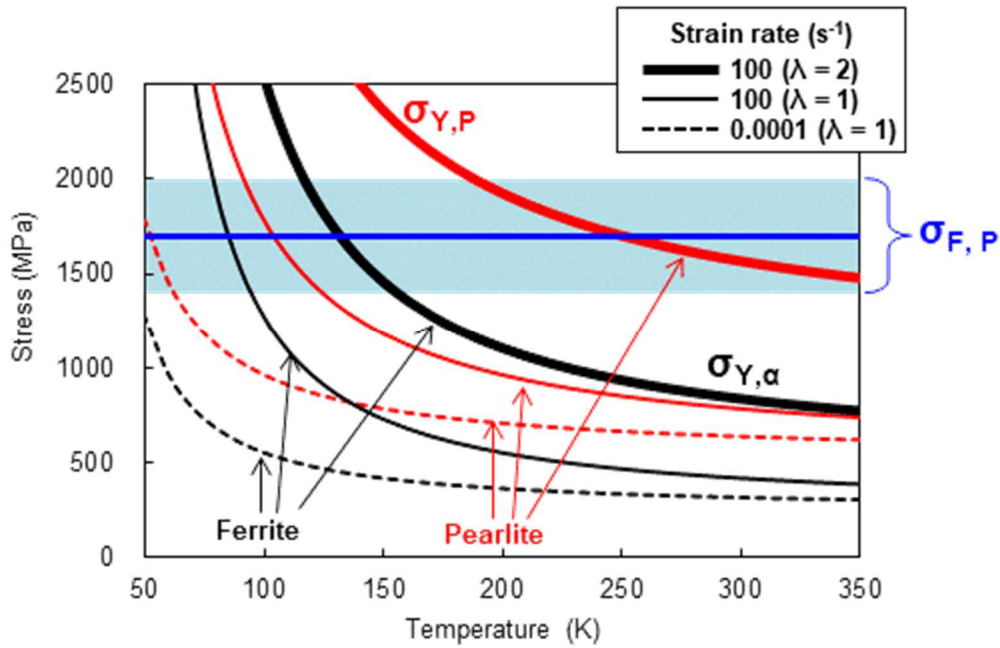


Fig. A9.4 シャルピー衝撃試験におけるフェライトとパーライトの降伏応力とパーライトの破壊応力との比較

$\sigma_{Y,\alpha}$, $\sigma_{Y,P}$: フェライトおよびパーライトの降伏応力、

$\sigma_{F,P}$: パーライトの破壊応力、 λ : 塑性拘束係数

謝辞

本研究を進め、学位論文をまとめるにあたり、終始温かくご助言頂きました横浜国立大学大学院工学研究院教授 梅澤修先生に心より感謝申し上げます。先生の広範なご知見からの適切なご指導が無ければ、本研究が形になることはありませんでした。また、本論文をご精読いただきました同教授 廣澤渉一先生、中尾航先生、同准教授 長谷川誠先生、前野智美先生に感謝申し上げます。

本研究を進める中にご議論を頂きました、東田賢二先生、田中將己先生（九州大学）、D. Ponge 先生（MPIE）、J.W. Morris 先生（UC Berkeley）、R.C. Reed 先生（Univ. Oxford）、故 加藤雅治先生（東京工業大学、日本製鉄）に感謝申し上げます。特に、二段階延性脆性遷移についての精緻な先行研究を成された東田先生、田中先生と短い時間とはいえ意見を交わせたことは、本研究への大きな助けとなりました。加藤先生には「色々と言いたいことはあるけど、企業の方の研究としてはもう十分でしょう」とご講評を頂きましたが、「色々」の中身をお伺いすることが叶わなくなりました。ご冥福をお祈りいたします。

日本製鉄株式会社にて本研究を進めるにあたり、ご支援を頂きました皆様に感謝申し上げます。特に、上西朗弘博士、岡本力博士、丸山直紀博士、原卓也博士、吉永直樹博士、そして高橋学博士にはひとかたならぬご尽力を頂きました。また、田畑亮氏、安富隆氏、中野克哉氏、竹田健悟氏、横山卓史氏、桜田栄作博士、富尾悠索博士、林邦夫博士、東昌史博士、匹田和夫氏、重里元一博士、岡村一男博士、潮田浩作博士には多様なご議論を頂きました。そして、本研究の実験を着実に実行いただいた、日鉄テクノロジー株式会社、石川金属工業株式会社、吉川工業株式会社の皆様に感謝申し上げます。中でも、山口紘一氏には結晶方位解析における類まれなる技術でご助力を頂きました。氏の力添え無しでは、自信を持って本研究を進めることはできなかったでしょう。

鉄鋼は、古いイメージも持たれていますが、Iron Man や Man of Steel が世界の銀幕を賑わせ、国内では日本刀、刀鍛冶、玉鋼といったアイテムが子どもたちの興味を引き付けています。技術的にも、基盤産業でありながら、ここまで新たな発見があり、開発のスピードが落ちない対象は少なく思います。非常にやりがいのある相手に引き合わせ、研究者としての基礎を鍛えて頂いた、牧正志先生、古原忠先生、森戸茂一先生に感謝いたします。

最後に、いつも助けて貰い、やる気をくれる妻、澄音、そして娘たち、実音、音葉、木音に心からの感謝を捧げます。ありがとう。

本論文に関連する公表論文

- [1] Hiroyuki Kawata, Osamu Umezawa, Two step ductile to brittle transition behavior on ferrite + pearlite structure steel sheet, *ISIJ International*, Vol. 57, No. 7, 1282-1288, (2017). [10.2355/isijinternational.ISIJINT-2017-026](https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2017-026)
- [2] Hiroyuki Kawata, Osamu Umezawa, Crystallographic characterization of the middle shelf in a two-step ductile to brittle transition for a ferrite + pearlite structure steel sheet, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 716, 252-259, (2018). [10.1016/j.msea.2018.01.030](https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.01.030)
- [3] Hiroyuki Kawata, Osamu Umezawa, Middle shelf during ductile to brittle transition on ferrite + pearlite structural steel sheet, *Materials Science Forum*, Vol. 941, 453-457, (2018). [10.4028/www.scientific.net/MSF.941.453](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.941.453)
- [4] Hiroyuki Kawata, Osamu Umezawa, Effect of pearlite volume fraction on two-step ductile to brittle transition in ferrite + pearlite structure steel sheets, *ISIJ International*, Vol. 59, No. 7, 1344-1353, (2019). [10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-764](https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-764)
- [5] Hiroyuki Kawata, Osamu Umezawa, Influence of microstructure constituents on ductile to brittle transition behavior in multi-phase steel sheets, *ISIJ International*, Vol. 61, No. 3, (2021). [10.2355/isijinternational.ISIJINT-2020-595](https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2020-595)