

その場中性子回折法によるフェライト-マルテンサイト型複合組織鋼における引張変形挙動の定量的解析

諸岡 聡*・梅澤 修*・ステファヌス・ハルヨ*²・長谷川 浩平*³・田路 勇樹*³

Quantitative Analysis of Tensile Deformation Behavior by In-Situ Neutron Diffraction for Ferrite-Martensite Type Dual-Phase Steels

Satoshi MOROOKA, Osamu UMEZAWA, Stefanus HARJO, Kohei HASEGAWA and Yuki TOJI

Synopsis : The yielding and work-hardening behavior of ferrite- martensite type dual-phase (DP) alloys were clearly analyzed using the in-situ neutron diffraction technique. We successfully established a new method to estimate the stress and strain partitioning between ferrite and martensite phase during loading. Although these phases exhibit the same lattice structure with similar lattice parameters, their lattice strains on (110), (200) and (211) are obviously different from each other under an applied stress. The misfit strains between those phases were clearly accompanied with the phase-scaled internal stress (phase stress). Thus, the martensite phase yielded by higher applied stress than macro-yield stress, which resulted in high work-hardening rate of the DP steel. We also demonstrated that ferrite phase fraction influenced work-hardening behavior.

Key words : work-hardening; dual-phase steel; neutron diffraction; intergranular stress; phase stress.

1. 緒言

自動車用薄鋼板は、軽量化による低環境負荷の対応および安全性向上のために高強度化が求められてきた。近年、化石燃料への依存を減らし温室効果ガスの排出量を下げするため、ハイブリット車や電気自動車のような環境対応車の需要が世界的に急激に高まっている。バッテリーやモーターなどの駆動システム導入にともなう、車体重量やコストの削減が大きな課題であるが、鋼板の高強度化、車体軽量化で得られる、駆動部のダウンサイジングが最も効果的であると見込まれている¹⁾。

高強度化には様々な手法があるが、鋼板の成形に必要な延性や加工性との両立を図ることが必要である²⁾。軟質なフェライトと硬質なマルテンサイトからなるDual-phase 鋼(以下DP 鋼)はその加工硬化能が大きく、高強度と高延性を両立した代表的な複合組織鋼である。DP鋼板における加工硬化挙動の理解は、複合組織鋼における高強度化と加工硬化特性との関係を明らかにする上で重要である。

まず、加工硬化を考えるには、長範囲応力理論と林転位理論を考慮する必要がある³⁾。前者は、不動転位の形成等によって主すべり面上を運動する転位が阻まれ、次々と転位が堆積し、その堆積転位群の長範囲に及ぶ逆応力が変形

を律速するという理論である。後者は、2次すべり面上に増殖された2次系転位が、主すべり面上を貫通する形で林立し、主すべり転位が運動する際にこれら林転位と種々の相互作用を引き起こすというものであり⁴⁾、後者を支持した報告が多い⁵⁾。しかしながら、Tomotaら⁶⁾は、DP鋼の塑性変形は、軟質相の降伏で開始し、2相間の不均一塑性変形が応力分配(相応力の発生)を起こし、形成された内部応力場と転位の相互作用により加工硬化が律速される特徴があると報告している。つまり、DP鋼における加工硬化の初期挙動は、林転位理論より長範囲応力理論が優先するとしている。これらの変形初期の挙動を理解するには、マイクロメカニクスによる記述が有効である⁷⁻⁹⁾。しかし、塑性変形が進行すると、局所的に大きくなる内部応力場が局所塑性変形によって緩和されて応力分配が抑制されるため、現象のモデル化は困難となる。

ところで、その場中性子回折実験は、変形中の内部応力状態(荷重除荷後は残留応力)の変化を追跡でき、結晶構造の異なる2相合金の加工硬化挙動を解明する有効な実験手法である。多結晶材料に生じる内部応力状態には、3種類の応力尺度が存在する。第1種(内部)応力は、材料の広範囲の平均的な応力状態を示す。第2種応力は、結晶粒間および構成相間に相互的に発生する応力状態を示す。中

平成24年2月16日受付 平成24年3月21日受理 (Received on Feb. 16, 2012; Accepted on Mar. 21, 2012)

* 横浜国立大学大学院工学研究院 (Department of Materials Science and Engineering, Yokohama National University, 79-5 Tokiwadai Hodogaya-ku Yokohama Kanagawa 240-8501)

*2 日本原子力研究開発機構 J-PARC センター物質生命科学ディビジョン (Materials and Life Science Facility Center, Japan Atomic Energy Agency)

*3 JFE スチール (株) (JFE Steel Corporation)

中性子線を用いた応力解析では、材料中の第1種応力により発生した平均格子ひずみと第2種応力により発生した第2種格子ひずみの和が測定できる。第3種応力は、結晶粒内に分布する応力状態を示す。これは、回折ピークの半価幅 (FWHM) の変化に反映される。2相組織を有する鉄鋼材料の中性子回折の報告は、フェライト-オーステナイト^{10,11)}、フェライト-セメンタイト¹²⁻¹⁴⁾、フェライト (ベイナイト) - 残留オーステナイトのような複数相¹⁵⁻¹⁷⁾ など多数に及ぶ。しかし、代表的なDP鋼の構成相はフェライト (体心立方格子) とマルテンサイト (体心正方格子) であるため、両者の回折ピークはほぼ重なってしまい、統計精度の問題から分離して解析することは困難であるため、報告が得られていなかった。

このような状況の中で近年、非常に強いビーム強度を使用するパルス中性子施設により、短時間に統計精度の高い回折プロファイルが得られるようになり、両相の区分に道が開けてきた。本研究では、パルス中性子線を用いてDP複合組織鋼の引張変形挙動を定量的に解析する。特に、フェライトとマルテンサイト間の塑性変位の不整合によって生じる軟質相内の平均内部応力 (逆応力) に注目し、降伏ならびに加工硬化挙動の関係を議論する。

2. 実験方法

2.1 供試材および試験片

供試材には3鋼種を用い、その化学組成をTable 1に示す。平衡状態でのマルテンサイト相分率がそれぞれ25%、50%、75%としたとき、マルテンサイト中の炭素濃度が同等となるように成分を調整し、それぞれsteel-A, steel-B, steel-Cと称する。なお、マルテンサイト体積率 (V_m) およびマルテンサイト炭素濃度 (C_m) は、Thermo-calcソフトウェアを用いて状態図を作成後、レバールールによって算出した (Table 2)。これら鋼は真空溶解によって50kgイン

Table 1. The chemical compositions of the test steels (in mass%).

Steels	C	Si	Mn	P	S	Sol.Al	N
steel-A	0.050	1.47	2.04	0.011	0.0017	0.035	0.0041
steel-B	0.124	1.45	2.02	0.012	0.0012	0.035	0.0043
steel-C	0.183	1.46	2.00	0.011	0.0017	0.030	0.0040

Table 2. The volume fraction of martensite and the carbon concentration of martensite for the test steels.

Steels	V_m (%)	C_m (mass%)
steel-A	25(25)	0.314
steel-B	50(56)	0.311
steel-C	75(72)	0.319

ゴットを溶製し、熱間圧延と冷間圧延により1.2mm厚の板材を作製した。冷延板に、ソルトバスを用いたフェライト+オーステナイト二相域焼鈍 (1073K, 1.8ks) を施し、その後直ちに水冷し、さらに焼戻し処理 (423K, 1.8ks) して、フェライト-マルテンサイト組織を得た。

引張試験片は、平行部長さ60mm、幅25mmの平板 (厚さ1.2mm) である。試験片の長手方向が板材の圧延方向と平行になるように採取した。引張試験は、クロスヘッド速度10mm/min (初期ひずみ速度 2.8×10^{-3} /s) で行った。

鋼の組織観察は走査型電子顕微鏡 (SEM) により、予ひずみを加えた鋼の組織観察は透過型電子顕微鏡 (TEM) により行った。SEM観察用試料は供試材の圧延方向 (RD) に垂直な断面を鏡面研磨した後、5%ナイタールでエッチングした。一方、TEM観察用試料は、供試材を機械研磨により0.1mm厚としたものを $\phi 3$ mmの円盤状に打ち抜き、ツイジェット式の電解研磨法により薄膜を作製した。

2.2 中性子回折法

中性子回折実験は、日本原子力研究開発機構 (茨城県東海村) の大強度陽子加速器施設 (J-PARC) / 物質・生命科学施設 (MLF) にある工学材料回折装置“匠”¹⁸⁾ を使用した。本装置では、白色パルス中性子を用いた飛行時間 (TOF) 型の中性子回折装置であり、 $0.05\text{nm} < \text{格子間隔} (d) < 0.27\text{nm}$ 範囲の複数の回折ピークの同時測定が可能である。本装置の最高分解能 $\Delta d/d$ が0.17%であるが、本実験では高強度モードで調整したため分解能 $\Delta d/d$ が0.4%程度であった。引張変形その場中性子回折実験の模式図をFig.1に示す。匠には一対の90度散乱検出器バンクを完備しているため、入射ビームに対して45度方向を引張軸にとることにより、

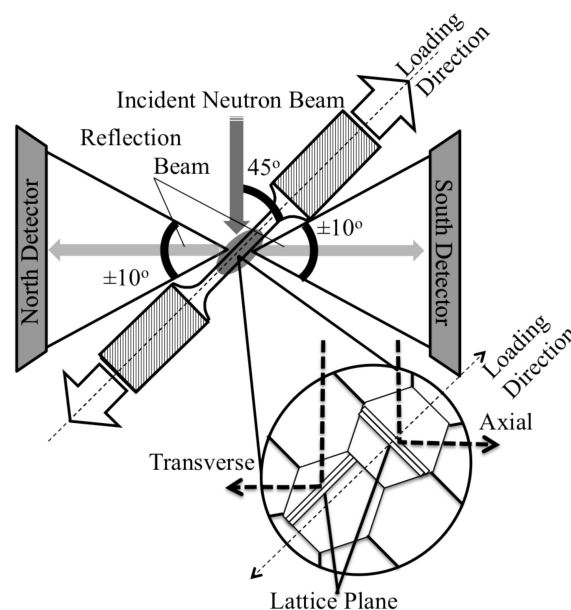


Fig. 1. Experimental configuration of the TAKUMI instrument on the beam line at J-PARC/MLF.

一つの検出器バンクでは引張方向に垂直な面 (Axial) の面間隔測定, もう一方の検出器バンクでは引張方向に平行な面 (Transverse) の面間隔測定を同時に行うことができる (Fig.2)。本実験では試料平均バルク情報を得るためにラジアルコリメータを使用しないが, 入射側に5.5×14mm幅スリットでビーム整形した。引張試験は荷重制御で段階的に行い, 試験片に目標の変位を与えた状態で荷重を一定に保持し, 中性子回折測定を240secで行った。これを試験片がネッキングする直前まで数十回繰り返した。

2.3 解析手法

ピーク解析手法に用いた解析例をFig.3に示す。変形前のフェライト-マルテンサイト (Fig.3 (a)) および, 変形後のフェライト-マルテンサイト (Fig.3 (b)) それぞれの(200)回折のピーク位置近傍であり, フェライトは体心立方格子, マルテンサイトは体心正方格子と考える。マルチピークフィッティング解析法は, 回折ピークが重なっている結晶に対して平均の弾性粒ひずみ (粒応力に対応) を求めるのに適した方法と考えられ, 類似した結晶構造で構成された材料への適応が提案されている^{19,20}。ただし, 本解析では, 各相の強度比 (相面分率) は組織観察の結果を用い, 転位密度の増加は線形を仮定し, 変形による体心正方格子の軸比c/aの変化はなく一定とした。変形前の格子面間隔 (d_{hkl}^0) と変形状態の格子面間隔 (d_{hkl}) から, 式 (1) を用いて粒ひずみ (ϵ_{hkl}) を算出し, 結晶粒群間の応力分配の評価を行った。

$$\epsilon_{hkl} = (d_{hkl} - d_{hkl}^0) / d_{hkl}^0 \dots\dots\dots (1)$$

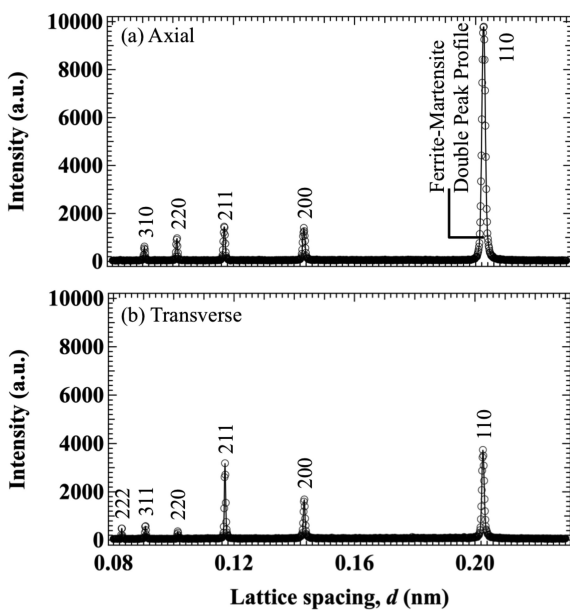


Fig. 2. An example of diffraction pattern for the steel-A: (a) axial and (b) Transverse. Axial is scattering vectors aligned axially (parallel) to the loading axis. And transverse is scattering vectors aligned radially (perpendicular).

相ひずみは, 粒ひずみの平均格子定数から算出した。変形前の格子定数 (α_{ph}^0) を基準とし, 変形状態下のみかけの格子定数 (α_{ph}) から相ひずみ (ϵ_{ph}) を次式 (2) により求め, 構成相の平均的な変形挙動の評価を行った。

$$\epsilon_{ph} = (\alpha_{ph} - \alpha_{ph}^0) / \alpha_{ph}^0 \dots\dots\dots (2)$$

3. 実験結果ならびに考察

3.1 初期組織状態ならびに引張特性

Fig.4 (a)-(c) は, それぞれ供試材 steel-A, steel-B, steel-C の組織写真であり, Fig.4 (d)-(f) は, それぞれを拡大した写真である。steel-Aでは, フェライト (F) を囲むようにマルテンサイト (M) が分布しており, 典型的なDP鋼の組織を呈している。steel-B, steel-Cとマルテンサイト相分率が增大するとともにマルテンサイトの結合度が増加し, フェライトはマルテンサイト内に離散的に分散する。フェライトの平均結晶粒径は, マルテンサイト相分率の増大とともにそれぞれ, およそ17μm, 7.5μm, 4μmと微細化した。また, マルテンサイトの平均粒径は, 5μm程度であり, 3鋼種に大きな違いは見られない。

Fig.5は, steel-A, steel-B, steel-Cの引張試験で得られた公称応力-公称ひずみで表した曲線である。得られた引張特性をTable 3に整理した。マルテンサイト相分率の増大とともに, 降伏応力, 引張強度ともに大きくなった。steel-Cでは, 降伏応力が約70MPa, 引張強度が約700MPa, それぞれ

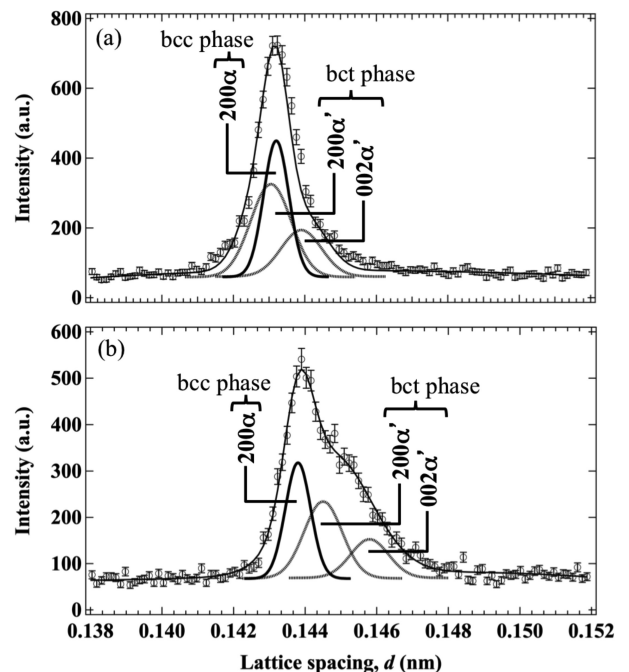


Fig. 3. {200} diffraction peaks for ferrite and martensite phases at an applied stress of (a) 0 MPa and (b) 1465 MPa (steel-C).

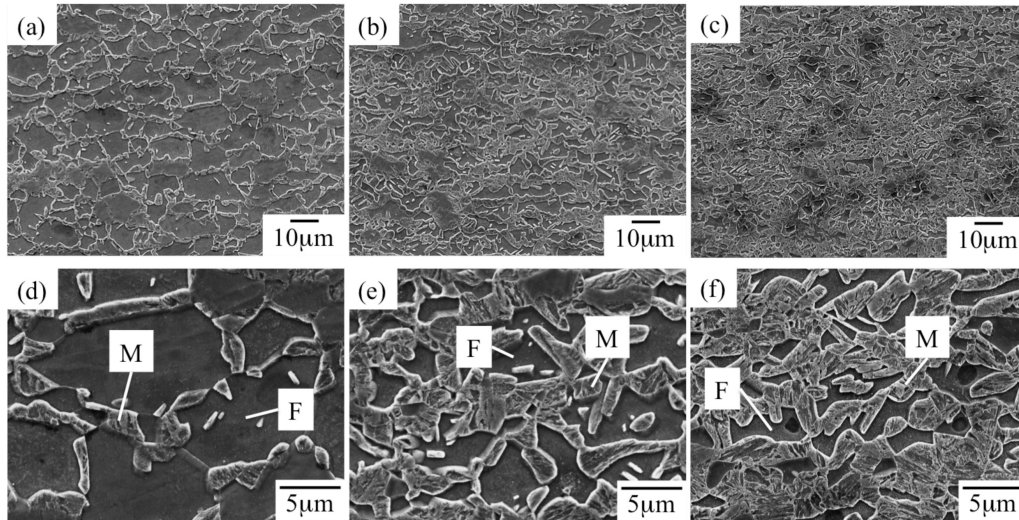


Fig. 4. SEM micrographs of (a) steel-A, (b) steel-B, (c) steel-C, (d) enlarged of (a), (e) enlarged of (b) and (f) enlarged of (c). F and M stand for ferrite and martensite phases, respectively.

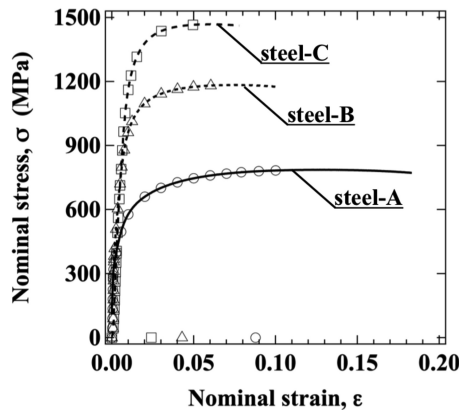


Fig. 5. Nominal stress-strain curves of the test steels. Each plot indicates the measurement point done by neutron diffraction for 240 sec.

Table 3. Mechanical properties of the test steels.

Steels	YS (MPa)	TS (MPa)	U.EL (%)	T.EL (%)
steel-A	280	786	12.5	24
steel-B	311	1184	7.5	14
steel-C	351	1476	6.0	10.8

*YS is yield strength, TS is tensile strength, U.EL is uniform elongation, T.EL is total elongation.

steel-A より高い。一方、伸びは、steel-A の方が全伸びで約 25%、均一伸びで約 12.5%、steel-C を上回っている。真ひずみと加工硬化率 ($d\sigma/d\varepsilon$) の関係を steel-A, steel-B, steel-C についてそれぞれ Fig.6 に示す。初期の加工硬化率 (真ひずみ $\varepsilon_t = 2.0\%$ 前後) は、マルテンサイト相分率が高い程、大きい。すなわち、steel-C > steel-B > steel-A の順である。高ひずみ領域に移行するに従い ($\varepsilon_t = 5.0\%$ 前後)、マルテンサイト相分率が低い程、加工硬化率は大となる。すなわ

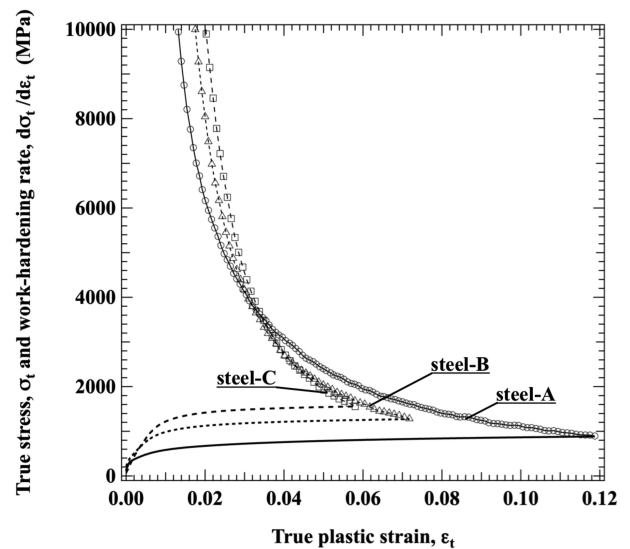


Fig. 6. Work-hardening rate as a function of true plastic strain for the test steels.

ち、steel-A > steel-B > steel-C である。つまり、マルテンサイト相分率の違いは、均一変形過程の加工硬化挙動に影響する。そこで、加工硬化挙動を組織学的に検証するため、予ひずみ $\varepsilon = 3.0$ および 6.0% を与えた steel-A と steel-C のフェライト粒内の TEM 観察を行った。両鋼ともに、転位セル組織が形成されており、予ひずみの増加に伴う転位密度の増加は見られるものの、大きな違いは見られない (Fig.7)。転位セルサイズは、サブミクロン径であり、フェライト単相材の引張変形により形成される転位セルサイズ²¹⁾と同様である。したがって、steel-C が示すような初期の加工硬化率が大きく、塑性変形の進行に伴って加工硬化率の低下が著しい変形挙動をフェライト粒内の転位組織から説明することは困難である。

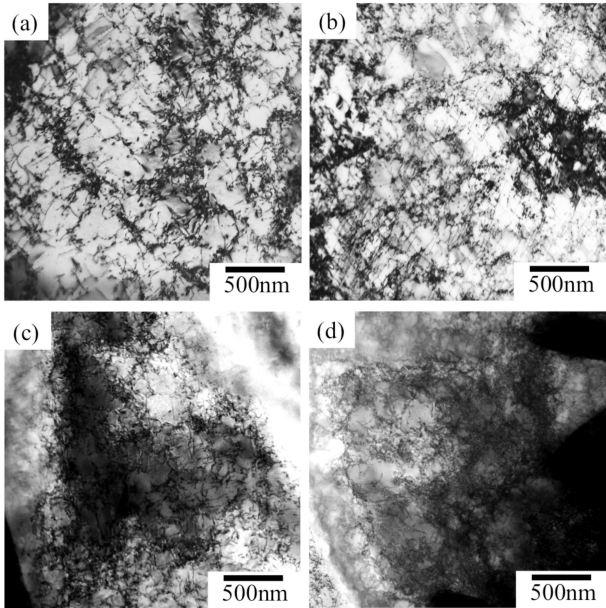


Fig. 7. Bright-field STEM micrographs of ferrite phase in steel-A and steel-C: (a) steel-A strained by 3.0%, (b) steel-C strained by 3.0%, (c) steel-A strained by 6.0% and (d) steel-C strained by 6.0%.

3・2 $\{hkl\}$ 結晶粒群間のひずみ分配挙動

Fig.8は、供試材steel-Bにおける引張変形中の $\{110\}\alpha$ 、 $\{200\}\alpha$ 、 $\{211\}\alpha$ の引張軸方向に対して垂直面に配向したフェライト結晶粒群と $\{110\}\alpha'$ 、 $\{200\}\alpha'$ 、 $\{211\}\alpha'$ の引張軸方向に対して垂直面に配向したマルテンサイト結晶粒群の格子ひずみの形成について示す。結晶粒群とは、特定の $\langle hkl \rangle$ 方向に配向した結晶粒の集合体の総称である。また、引張変形時に与える外力を Applied stress、塑性変位の変化によって生じる巨視的ひずみを Applied strain と称する。図中の P1、P2 はそれぞれ軟質相の塑性変形の開始、硬質相の塑性変形の開始を示す。ここで、フェライトおよびマルテンサイトの中で、最初に塑性変形を開始する $\{110\}\alpha$ 結晶粒群とその後、塑性変形を開始する $\{110\}\alpha'$ 結晶粒群の曲線が Hooke 則 ($\sigma = E \cdot \epsilon$) から外れる点を塑性変形開始点とし、それぞれ P1 と P2 に選定した。また、点線 ($\epsilon = \sigma/E$) は巨視的な弾性変形の応力-ひずみ関係を示し、この点線から外れることが弾性的異方性を示すことになる。すなわち、多結晶体では、各 $\{hkl\}$ 結晶粒群の回折弾性係数がそれぞれ異なるため、弾性域の傾きに差が生じる。これが弾性異方性である。この $\{hkl\}$ 回折弾性係数は、フェライト単相鋼を用いたマイクロメカニクスの Kröner モデル²²⁾ による予測に良い一致を示す。フェライト結晶粒群の格子ひずみは、およそ 300MPa (P1) で Applied stress に対する格子ひずみの傾きが変化し、格子ひずみの増加率が小さくなる (Fig.8 (a))。これはフェライト結晶粒群の塑性変形開始を示す。また、 $\{200\}\alpha$ 結晶粒群は $\{110\}\alpha$ 結晶粒群より大きな引張応力を担う。このようにフェライト結晶粒群

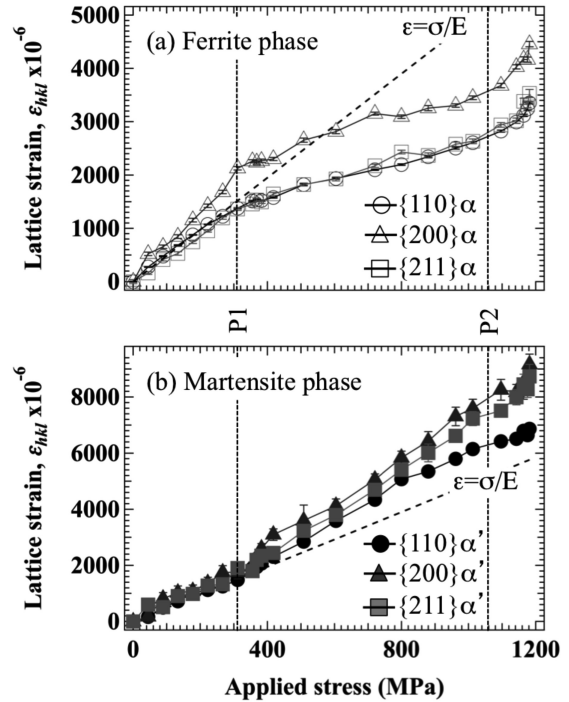


Fig. 8. Lattice strains during tensile deformation of the steel-B: (a) ferrite phase and (b) martensite phase.

間でも顕著なミスフィットひずみが生じ、内部応力 (粒応力) が発生する起源を与える。一方、マルテンサイト結晶粒群の格子ひずみは、P1以降、加速的に増加率が大きくなる (Fig.8 (b))。これは、フェライト結晶粒群の塑性変形開始にともない、引張応力を担う、フェライト結晶粒群とマルテンサイト結晶粒群に応力分配が生じ、マルテンサイト結晶粒群が Applied stress より大きな引張応力を分担することを意味する。Fig.8 (b) ではその後、およそ 1050MPa (P2) で Applied stress に対する格子ひずみの傾きが変化し、格子ひずみの増加率が小さくなる。これは、マルテンサイト結晶粒群の塑性変形開始を示す。同時に、フェライト結晶粒群の格子ひずみは、加速的に増加率が大きくなる。マルテンサイト結晶粒群が降伏することで、フェライト結晶粒群の塑性ひずみ速度は減少すると推定される。したがって、マルテンサイト結晶粒群の降伏前と比較して両結晶粒群のミスフィットひずみの増加は小さくなり、マルテンサイト結晶粒群の引張応力の増加率は減少する。その結果、フェライト結晶粒群への応力分配の割合が高まるため、フェライト結晶粒群の格子ひずみは加速的に増加率が大きくなったと理解できる。

3・3 構成相間のひずみ分配挙動

Fig.9は、それぞれ供試材steel-A、steel-B、steel-Cにおける引張軸方向に対して垂直な面のフェライトとマルテンサイトの相ひずみの変化について示す。図中のP1、P2はそれぞれ軟質相の塑性変形開始、硬質相の塑性変形開始を示す。Fig.8 (a) の結果と同様に、先にフェライトの相ひずみ

の Applied stress に対する相ひずみの傾きが変化することから、フェライトから塑性変形を開始することが分かる。ここで、フェライトの降伏応力は、steel-A < steel-B < steel-C の順で大きい。これは、マルテンサイト相分率の増大にともなうフェライトの結晶粒微細化効果 (Fig.4) により、マルテンサイト相分率が高い steel-C のフェライトの降伏応力が大きくなったと考えられる。これは、Shinozaki ら²³⁾ の報告している共析パーライト鋼のラメラ間隔とフェライトの降伏強度の関係と良い傾向の一致を示す。その結果、降伏応力の上昇には、母相であるフェライトの結晶粒微細化つまり、軟質相内のすべり距離を小とすることが条件となる。その後、マルテンサイトの拘束によるフェライトの変形抑制が生じるため、フェライトの強度は steel-A < steel-B < steel-C の順のまま維持される。一方、マルテンサイトにおける相ひずみは、各 P1 以降、加速的に増加率が大きくなる。この場合、フェライトが軟質相、マルテンサイトが硬質相となり、それらに間にミスフィットひずみが生じ、内部応力を与える (相応力)。その後、それぞれ P2 に達すると、マルテンサイトの降伏応力に達し、塑性変形が開始する。ここで、マルテンサイトの降伏応力は、steel-A < steel-B < steel-C の順で大である。これらより、DP 鋼における高い加工硬化の要因は、マルテンサイトの拘束によるフェライトの変形抑制とマルテンサイト自身が高応力側まで塑性変形せず、弾性変形の状態を維持することにあることがわかる。特に、塑性変形初期段階では、Fig.8 で示したフェライト結晶粒群間または、Fig.9 で示したフェライト-マルテンサイト相間で生じる内部応力場が転位運動の抵抗となり、変形を律速することで、大きな加工硬化を生み出す要因となると著者らは考えている。

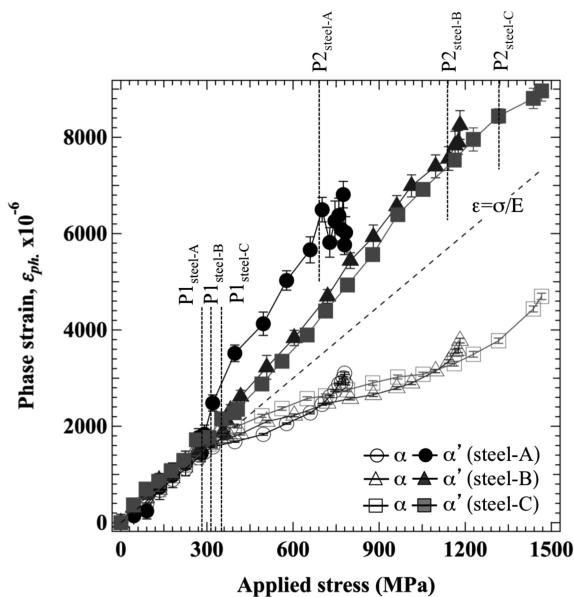


Fig. 9. Phase strains (average lattice strains) partitioning between ferrite and martensite phases.

3・4 加工硬化挙動に及ぼす内部応力の影響

steel-A と steel-C で得られた実験結果から定量的にフェライトとマルテンサイトに生じる巨視的応力を推定し、加工硬化挙動と内部応力の影響を考察する。フェライトとマルテンサイトの引張方向に生じる応力は、等方弾性論²⁴⁾によれば、(3) 式 (Hooke 則) で推定できる。

$$\sigma_{Axial}^{ph} = \frac{E^{ph}}{(1+\nu^{ph})(1-2\nu^{ph})} [(1-\nu^{ph})\epsilon_{Axial}^{ph} + 2\nu^{ph}\epsilon_{Transverse}^{ph}] \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 E^{ph} はそれぞれフェライトとマルテンサイトの回折弾性係数、 ν^{ph} はそれぞれフェライトとマルテンサイトの回折ポアソン比、 ϵ_{Axial}^{ph} は引張方向に垂直な面の平均相ひずみ、 $\epsilon_{Transverse}^{ph}$ は引張方向に平行な面の平均相ひずみである。応力算出に使用した回折弾性係数と回折ポアソン比を Table 4 に整理する。回折弾性係数は、Applied stress- ϵ_{Axial}^{ph} 曲線の弾性域に対して、最小二乗法によって得られた直線の傾き (縦弾性係数) とした。また、回折ポアソン比は、回折弾性係数と同様に Applied stress- $\epsilon_{Transverse}^{ph}$ 曲線の弾性域に対して、最小二乗法によって得られた直線の傾き (横弾性係数) を用いて、縦弾性係数と横弾性係数の除算によって求めた。(3) 式を用いて算出した応力と巨視的ひずみの関係を Fig.10 に示す。ここで、巨視的ひずみはひずみゲージ法により算出し、それぞれの回折弾性係数、回折ポアソン比は巨視的ひずみ量に関係なく一定とした。図中には、本実験で得られた応力-ひずみ曲線 (実線) と、算出したフェライトの引張応力とマルテンサイトの引張応力から複合則に従って求めた応力-ひずみプロット (X) を併せて示す。いずれの鋼種においても応力分配が確認され、フェライトとマルテンサイト内の炭素含有量が同一にもかかわらず、steel-C のフェライトの引張応力ならびにマルテンサイトの引張応力は steel-A より大きい。これは Fig.9 で示したように steel-C では、フェライトの結晶粒微細化効果とマルテンサイトの拘束によるフェライトの変形抑制とマルテンサイト自身が高応力側まで塑性変形せず、弾性変形の状態を維持することによりそれぞれの引張応力は steel-A より上昇したと考えられる。また、steel-A と steel-C いずれの応力-ひずみ関係ともその実験値と計算値とが良い一致を示しており、本解析の精度が高いことを示している。

引張変形後の残留応力 (引張変形中は内部応力) を算出すると、塑性ひずみ 10% 時の steel-A のフェライトとマルテンサイトの内部応力は、それぞれ -190MPa, 525MPa であり、塑性ひずみ 5.0% 時の steel-C では、-365MPa, 173MPa であった。これは、steel-C の塑性ひずみが小さいにもかかわらず、フェライト内に大きな内部応力が生じていることを示している。このことは、塑性ひずみが小さい範囲の加工硬化挙動は、フェライト結晶粒群間ならびにフェライト

Table 4. The bulk elastic constants of the test steels.

Steels	Diffraction elastic constant, E_{α} (GPa)	Diffraction poisson's ratio, ν_{α}	Diffraction elastic constant, $E_{\alpha'}$ (GPa)	Diffraction poisson's ratio, $\nu_{\alpha'}$
steel-A	205	0.26	190	0.30
steel-C	200	0.27	187	0.28

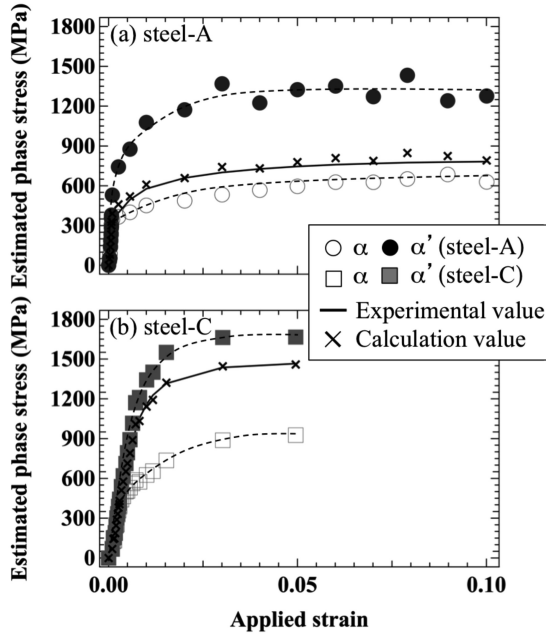


Fig. 10. Relationship between estimated phase stress and strain : (a) steel-A and (b) steel-C.

とマルテンサイト相間に生ずるミスフィットひずみにより発生するフェライト内の逆応力 (内部応力場) に強く依存しているという考えを支持する。

また, steel-Aとsteel-Cについて, 巨視的ひずみと引張変形後の残留格子ひずみの関係をFig.11に示す。この残留相ひずみは, 変形中のミスフィットひずみによって生じる内部応力に対応する。相ひずみ-応力曲線図 (Fig.9) より, ある任意のひずみ量に対応する応力を求め, 外挿法を用いて, その応力から弾性直線を仮定して, 除荷した場合の残留相ひずみを求めた²⁵⁾。両鋼種ともに, フェライトの残留相ひずみは, 圧縮であり, マルテンサイトは, 引張である。これはフェライト内の塑性変形を担った運動転位は, すべて相界面に衝突すると堆積して, 大きな逆応力が与えられるため圧縮の残留応力が形成され, 一方, 均一変形の場合フェライトに逆応力が働くと, 巨視的応力をバランスするためそれと反作用の応力がマルテンサイトに働き, 引張の残留応力が形成されたと考えられる。特にマルテンサイトが降伏するまでの範囲で, この内部応力によって変形は律速され, 加工硬化率は増大する。これは, マルテンサイト相分率が高いsteel-Cが塑性ひずみの小さい範囲で高い加工硬化挙動を示す要因と考えられる。この結果は, Tomota

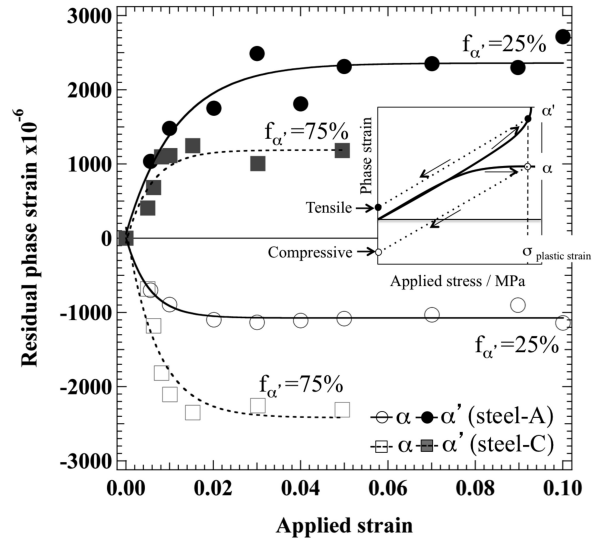


Fig. 11. Residual phase strain partitioning between ferrite and martensite phases.

ら^{26,27)}が報告している内部応力と巨視的ひずみの関係をモデル化したSelf-consistentモデル (マイクロメカニクス) やFEMモデルによる結果と良い一致を示しており, モデル計算結果を実験的に裏付けるものである。また, 内部応力の緩和はマルテンサイトの塑性変形開始に対応し, 内部応力によって供給されていたマルテンサイトの引張応力の増加率は減少する。その結果, フェライトへの応力分配の割合が再び高まると推察でき, 高応力で加工硬化率の維持は, フェライト自身の加工硬化に強く依存するようになると考えられる。これは, フェライト相分率が高いsteel-Aが高ひずみ領域で最も高い加工硬化率を示す要因であると考えられる。

ここまでの理論の展開を以下の (4) 式 (Brown-Stobbsの理論)²⁸⁾で理解する。

$$\sigma = \sigma_0 + Agb\sqrt{\rho_{local}} (f_p)^{1/2} + fg\epsilon^* \dots \dots \dots (4)$$

ここで, σ_0 は降伏強さ, A は定数, G は剛性率, b はバースペクトル, ρ_{local} は転位密度, f_p は塑性緩和機構の働く領域の体積分率, f は硬質相の体積分率, ϵ^* は2相間の緩和されないミスフィットひずみである。この (4) 式は, 巨視的応力が転位密度と内部応力の増加によって考えられることを意味する。つまり, 加工硬化は, これらの因子がど

の領域で支配的になるか考えれば良い。

次に、相ひずみの Applied stress 増加に伴う変化を予測した模式図 (Fig.12) から加工硬化挙動を決定する支配因子の優劣に関して整理する。図中の Stage I, Stage II, Stage III はそれぞれ、軟質相・硬質相ともに弾性変形領域、軟質相は塑性変形領域・硬質相は弾性変形領域、軟質相・硬質相ともに塑性変形領域とする。Stage I は、Table 4 で示した固有の回折弾性定数の勾配に従い、引張応力は両相とも直線的 (Hooke 則) に増加する。Stage II は、軟質相の塑性変形が開始し、軟質相の引張応力の増加率は減少する。その結果、硬質相への応力分配の割合が高まるため、硬質相の引張応力は加速的に増加する。つまり、ここでは、ミスフィットひずみの発生により、大きな内部応力場が形成される。したがって、マルテンサイトの引張応力は律速され、加工硬化率が大きくなる。ここで、加工硬化への寄与は林転位効果より内部応力の方が支配的であると考えられる。Stage III の段階では、硬質相も塑性変形を開始し、内部応力の緩和が生じるため、内部応力によって供給されていた硬質相の引張応力の増加率が減少する。その結果、転位密度の増加した軟質相への応力分配の割合が再び高まることから、軟質相の引張応力は加速的に増加する。ここで、加工硬化の支配因子は内部応力から林転位効果へと次第に変化すると考えられる。したがって、硬質相の粒径が同じ場合、硬質相の体積率が增大するほど硬質相と軟質相の界面が増大することになる。その結果、界面に蓄積することができる Geometrically necessary dislocation (GN 転位) 数が増大して、引張強度と均一伸びが共に大きくなる Ashby の分散強化理論²⁹⁾へ集束する。しかしながら、Hasegawa ら³⁰⁾の微細マーカー法による検討によると、高ひずみ領域にもかかわらず、マルテンサイトの塑性ひずみ増分は、フェライトのそれと比較してかなり小さい。つまり、マルテンサイトの降

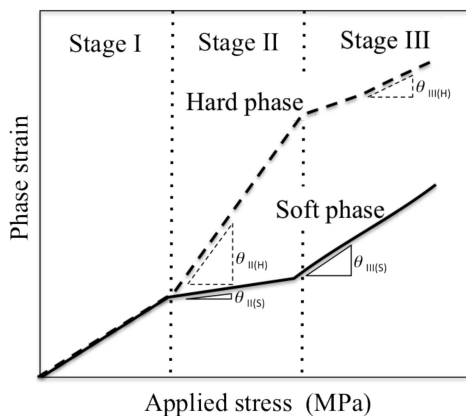


Fig. 12. Schematic illustration to explain the generation of work-hardening caused by internal stress and dislocation density. These phase strain–applied stress responses are classified into Stage I (fully elastic stage), Stage II (partially plastic stage) and Stage III (fully plastic stage).

伏後も、マルテンサイトへの内部応力の寄与は降伏前と比較すると小さくなるものの依然として大きく、マルテンサイトがフェライトより大きな引張応力を分担していることを示唆している。一方、Ojima ら³¹⁾によるオーステナイト系ステンレス鋼 (SUS316L) とマルテンサイト鋼 (WT780C) からなる複層鋼板では、Stage III 以降の応力分配挙動は異なる。すなわち、マルテンサイトは降伏し、引張応力の増加率が減少する。その結果、オーステナイトの引張応力は応力分配の割合が再び高まり、加速的に増加する。つまり、転位密度の増加した軟質相への応力分配の割合が再び高まることを意味する。この結果は、Fig.12 の模式図と良い一致を示し、我々の提案を指示する結果となっているが、加工硬化能の高いオーステナイトとの組み合わせである影響について更なる検証が必要である。したがって、マルテンサイトの降伏後、加工硬化の支配因子が内部応力から林転位効果へと次第に変化するが、それぞれの大小関係を論証するに至らなかった。

以上、巨視的な観点から降伏・加工硬化挙動を長範囲応力理論で解釈してきたが、本解析は組織因子との対応に乏しい。今後、EBSD-Wilkinson 法^{31,32)}や微細マーカー法³³⁾などマイクロ組織因子を考慮した応力解析法と併用して、マルチスケールな応力解析に展開していく必要がある。

4. 結言

パルス中性子線を用いてフェライト–マルテンサイト型複合組織鋼の引張変形挙動を定量的に解析し、内部応力と降伏ならびに加工硬化挙動の関係が得られた。すなわち、(1) 降伏応力の上昇には、母相であるフェライトの結晶粒微細化つまり、軟質相内のすべり距離を小とすることが条件となる。(2) 塑性変形初期段階の加工硬化は、フェライト結晶粒群間ならびフェライトとマルテンサイト相間に生ずるミスフィットひずみにより発生するフェライト内の逆応力 (内部応力場) が変形を律速することが主要因である。(3) 高ひずみ領域の加工硬化挙動は、内部応力の緩和によりマルテンサイトの引張応力は減少する。その結果、フェライト相分率が大きであることが、高応力下での加工硬化の維持に貢献すると考えられる。

研究は、平成22年度上期J-PARC物質・生命科学実験施設 (MLF) 実験課題公募 (成果公開型: 課題番号「2009B0017」) で実施した内容の一部である。透過型電子顕微鏡観察をいただいた香川大学工学部・上路林太郎准教授、実験結果について議論いただいた加工硬化特性と組織研究会 (主査: 九州大学・東田賢二教授) 各位に感謝申し上げます。また、日本鉄鋼協会鉄鋼研究振興助成 (石原・浅田研究助成) の支援をいただきました。記してお礼申し上げます。

文 献

- 1) Y.Kuriyama: NIPPON STEEL MONTHLY, NSC, Tokyo, (2010), 5.
- 2) K.Hasegawa, K.Kawamura, T.Urabe and Y.Hosoya: *ISIJ Int.*, **44**(2004), 603.
- 3) P.B.Hirsch: *The physics of Metals*, Cambridge University Press, London, (1975), 189.
- 4) M.Morinaga, T.Furuhara and H.Toda: *Forming and Microstructure of Metals*, Kyoritsu, Tokyo, (2010), 59.
- 5) D.Kondo, K.Kunishige and R.Ueji: *Tetsu-to-Hagané*, **92**(2006), 457.
- 6) Y.Tomota, S.Morooka, K.Ikeda, M.Ojima, S.Harjo and Y.Adachi: *Proc. of the 2nd Int. Sympto. on Steel Science (ISSS 2009)*, ISIJ, (2009), 27.
- 7) J.D.Eshelby: *Proc. Roy. Soc.*, **A241**(1957), 376.
- 8) T.Mori and K.Tanaka: *Acta Metall.*, **21**(1973), 171.
- 9) Y.Tomota, K.Kuroki, T.Mori, and I.Tamura: *Mater. Sci. Eng.*, **24A**(1976), 85.
- 10) S.Harjo, Y.Tomota and M.Ono: *Acta Mater.*, **47**(1999), 353.
- 11) S.Harjo, Y.Tomota, P.Lukas, D.Neov, M.Vrana, P.Mikula and M.Ono: *Acta Mater.*, **49**(2001), 2471.
- 12) M.R.Daymond and H.G.Priesmeyer: *Acta Mater.*, **50**(2002), 1613.
- 13) Y.Tomota, P.Lukas, D.Neov, S.Harjo and Y.R.Abe: *Acta Mater.*, **51**(2003), 805.
- 14) E.C.Oliver, M.R.Daymond and P.J Withers: *Acta Mater.*, **52**(2004), 1937.
- 15) Y.Tomota, H.Tokuda, Y.Adachi, M.Wakita, N.Minakawa, A.Moriai and Y.Morii: *Acta Mater.*, **52**(2004), 5737.
- 16) P.J.Jacques, Q.Furnemont, F.Lani, T.Pardoen and F.Delannay: *Acta Mater.*, **55**(2007), 3681.
- 17) O.Muransky, P.S.Sittner, J.Zrnik and E.C.Oliver: *Acta Mater.*, **56**(2008), 3367.
- 18) S.Harjo, K.Aizawa, T.Ito, H.Arima, J.Abe, A.Moriai, K.Sakasai, T.Nakamura, T.Nakatani, T.Iwahashi and T.Kamiyama: *Mater. Sci. Forum*, **652**(2010), 99.
- 19) T.Ohnuki, K.Asoo, Y.Tomota and S.Harjo: *Tetsu-to-Hagané*, **97**(2011) 45.
- 20) S.Morooka, N.Sato, M.Ojima, S.Harjo, Y.Adachi, Y.Tomota and O.Umezawa: *Int. J. Automotive Eng.*, **2**(2011), 361.
- 21) R.A.Jago and N.Hansen: *Acta Metall.*, **34**(1986), 1711.
- 22) E.Kröner: *Zeitschrift für Physik*, **151**(1958), 504.
- 23) T.Shinozaki, S.Morooka, T.Suzuki, Y.Tomota and T.Kamiyama: *Proc. of ICASS 2006*, (2006), 349.
- 24) K.J.Wang, K.Wakashima and M.Ono: *J. Jpn. Inst. Met.*, **59**(1995), 525.
- 25) K.Ikeda, Y.Tomota, J.Suzuki, A.Moriai and T.Kamiyama: *Tetsu-to-Hagané*, **91**(2005), 822.
- 26) Y.Tomota, S.Nakamura, K.Kuroki and I.Tamura: *Mater. Sci. Eng.*, **46**(1980), 69.
- 27) Y.Tomota and I.Tamura: *Tetsu-to-Hagané*, **67**(1981), 439.
- 28) L.M.Brown and W.M.Stobbs: *Philos.Mag.*, **23**(1971), 1201.
- 29) M.F.Ashby: *Philos.Mag.*, **21**(1970), 399.
- 30) K.Hasegawa, Y.Toji, H.Minami, H.Ikeda, T.Morikawa and K.Higashida: *Tetsu-to-Hagané*, submitted to.
- 31) M.Ojima, J.Inoue, S.Nambu, P.Xu, K.Akita, H.Suzuki and T.Koseki: *Scr. Mater.*, **66**(2012), 139.
- 32) G.Miyamoto, A.Shibata, T.Maki and T.Furuhara: *Acta Mater.*, **57**(2009), 1120.
- 33) M.Ojima, Y.Adachi, S.Suzuki and Y.Tomota: *Acta Mater.*, **59**(2011), 4177.
- 34) H.Minami, K.Nakayama, T.Morikawa, K.Higashida, Y.Toji and K.Hasegawa: *Tetsu-to-Hagané*, **97**(2011), 493.