極低炭素鋼ラスマルテンサイトの
単一ブロック試験片を用いた塑性異方性と変形発達組織の解析

九州大学　大学院工学研究院
助教　植木　翔平
（2023 年度 奨励研究助成（若手研究者枠） AF-2023039-C2）

キーワード：マイクロ引張試験，ラスマルテンサイト，塑性異方性，変形組織，EBSD

１．研究の目的と背景

ラスマルテンサイトは先進高強度鋼の主要な組織構成要素の一つであり，自動車や各種構造材料に広く利用されている．低炭素鋼で形成されるラスマルテンサイトは，旧オーステナイト粒，パケット，ブロック，サブブロックおよびラスからなる階層的な微視組織を有している[1]．この複雑な組織構造は高い引張強度の発現に寄与する．一方で，焼入れまま材ではマルテンサイト変態時に導入された多量の可動転位の存在により，弾性限が低いという特徴を示す[2]．

近年，ラスマルテンサイトの塑性変形初期段階についての研究が進んでおり，晶癖面に平行なすべり系（晶癖面内すべり）が優先的に活動することが報告されている[3]．デジタル画像相関法を用いた研究では，変形初期にひずみがラス長手方向に沿って局在化することが示されている[4]．さらに、単一パケットおよび単一ブロックからなる微小試験片を用いた引張試験が実施されており，晶癖面内すべりの活動に必要な分解せん断応力が，晶癖面に平行でないすべり（晶癖面外すべり）よりも低いことが明らかにされている[5]．晶癖面内すべりの優先的な活動および局在化は早期不均一変形を引き起こし，塑性加工性の低下を招くことが問題となる．しかしながら，晶癖面方位に依存した異方的すべり変形の詳細なメカニズムについては，未解明な点が多く残されている．

焼入れままラスマルテンサイトの降伏現象は，マルテンサイト変態時に導入された多量の可動転位の再配列過程に支配されると指摘されている[2]．このことは，ラスマルテンサイトの異方的すべり変形の特徴が変形発達組織に反映されることを示唆している．そこで本研究では，晶癖面方位の異なる単一ブロック試験片に対してマイクロ引張試験を実施し，さらに電子線後方散乱回折(EBSD)手法によって降伏後の変形組織を結晶学的観点から評価した．

２．実験方法

供試材には極低炭素鋼を用いた。化学組成は 0.0020C，<0.01Si，1.50Mn，<0.005P，<0.001S，0.045Ti，0.015Al，0.0025B，0.0015N（mass%）および，残部 Fe である．1473 K で 600 s の溶体化処理を施した後，氷塩水中に焼入れを行い，ラスマルテンサイト組織を得た．試料表面を機械研磨した後，Ar イオンミリングによって最終仕上げを行い，EBSD 解析を用いて結晶方位を同定した．所望のマルテンサイトブロックに対して集束イオンビーム(FIB)加工を用いてマイクロ引張試験片を作製した．試験片平行部の寸法は幅 5 μm，厚さ 5 μm，長さ 12.5 μm とした．負荷方向(LD)と晶癖面法線との角度が約 0°となる試験片（N 試験片）および，約 45°となる試験片（I 試験片）の 2 種類を用意した．

引張試験は，走査型電子顕微鏡(SEM)内その場観察が可能なナノインデンター（FemtoTools 社製）を用いて，初期ひずみ速度 2×10^{-3} s^{-1} で実施した．降伏後に除荷を行い，EBSD を用いて変形組織を解析した．

３．実験成果

３・１　応力—ひずみ応答と変形様相

図 1 に，マイクロ引張試験で得られた応力—ひずみ曲線を示す．両試験片とも塑性変形開始直後にひずみ硬化を示したが，その程度は N 試験片の方が顕著であった．0.2%耐力は，I 試験片では 421 MPa，N 試験片では 530 MPa であった．

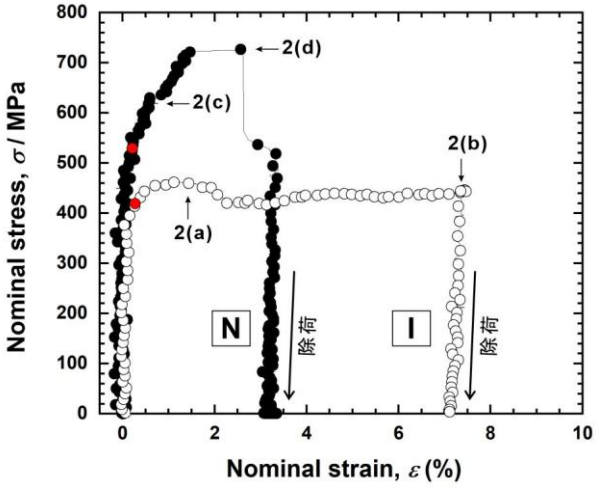


図 1　マイクロ引張試験により得られた各試験片の応力—ひずみ応答．赤丸は 0.2%耐力を示す．

図 2 に, その場観察で得られた各試験片の変形過程を示す．I 試験片では，ひずみ硬化後に最大の流動応力を示した時点で明瞭なすべり線の形成が確認された（図 2 (a)）．その後，流動応力はわずかに低下し，一定応力を維持したまま局所的にすべり変形が進行した（図 2 (b)）．一方，N 試験片ではひずみ硬化中にすべり線の形成が確認され（図 2 (c)），すべりが試験片幅方向に貫通した時点で流動応力が著しく落下した（図 2 (d)）．

図 3 に EBSD 解析結果に基づいて作成した各試験片のステレオ投影図を示す．その場観察結果（図 2 (a)）と比較すると，I 試験片で観察されたすべりは，0.45 のシュミット因子を示す晶癖面内すべりであることが分かる（図 3 (a)）．I 試験片では，青色で示す晶癖面外すべりのシュミット因子(0.48)が最も高いにもかかわらず（図 3 (a)），晶癖面内すべりが活動しており，晶癖面方位に依存したすべりの異方性が確認された．一方で，N 試験片で観察されたすべり（図 2 (c and d)）は，最も高いシュミット因子(0.49)を示す晶癖面外すべりに対応していた（図 3 (b)）．以上の結果に基づいて 0.2%耐力における分解せん断応力を算出したところ, 晶癖面内すべりおよび晶癖面外すべりでそれぞれ 189 MPa および 260 MPa となった．これらの値は，先行研究[5]における試験片平行部の代表寸法が 20 μm の単一ブロック試験片を用いたマイクロ引張試験結果と良い一致を示した. 本研究で用いた試験片平行部の代表寸法は 5 μm であるが，0.2%耐力における分解せん断応力に試験片寸法依存性は認められなかった．このことは，ラスマルテンサイト鋼がきわめて高い転位密度を有することに起因していると考えられる．

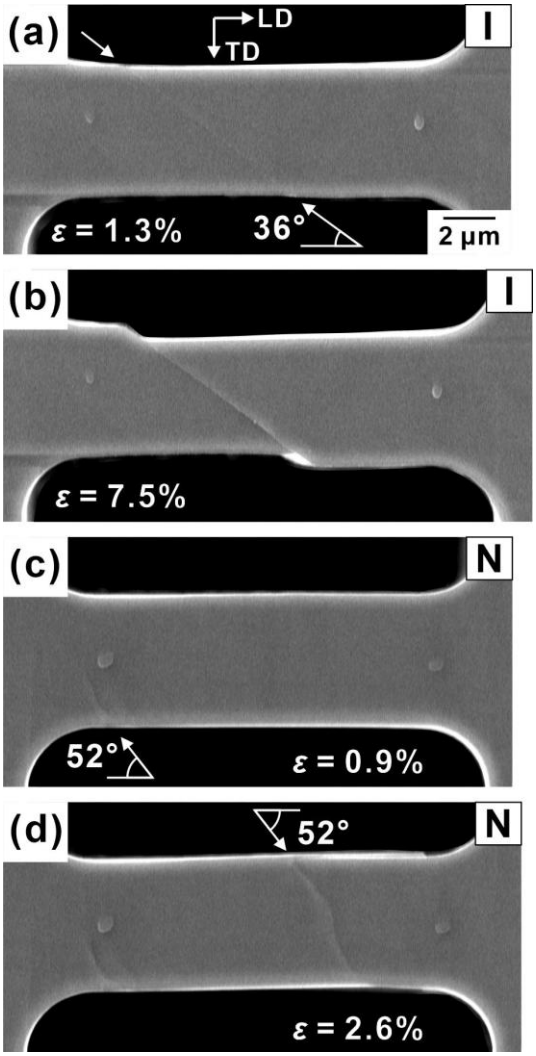


図 2　各試験片の応力―ひずみ曲線（図 1）における矢印で示す時点のその場観察 SEM 像. 公称ひずみ(a) 1.3%および(b) 7.5%における I 試験片の変形様相．公称ひずみ(c) 0.9%および(d) 2.6%における N 試験片の変形様相.

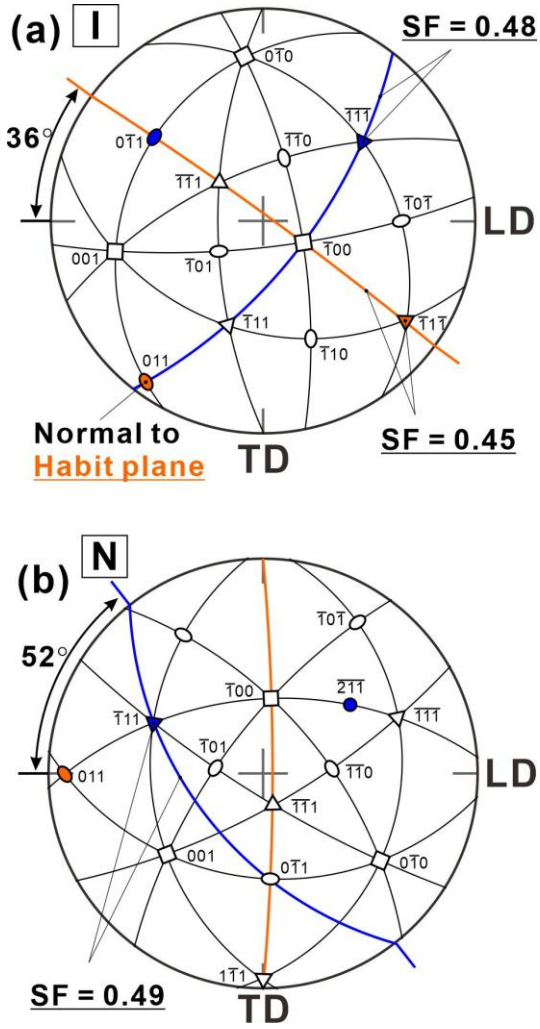


図 3　(a) I 試験片および(b) N 試験片のステレオ投影図．試料座標系（LD および TD）は図 2 と対応しており，SF はシュミット因子を意味する．

3・2　変形組織の EBSD 解析

図 4 および図 5 は, それぞれ I 試験片および N 試験片の引張試験後の EBSD 解析によって得られた変形発達組織を示している．図 4 (a)より，I 試験片では，ラス長手方向に隣接する 2 つのサブブロックにおいて晶癖面内すべりが生じていることが確認できる．その場 SEM 観察結果と対応させて考えると, すべりがサブブロック境界を伝播したことで，I 試験片の流動応力がわずかに低下したと考えることができる．一方，N 試験片では，図 5 (a)より，ラス面法線方向に隣接するサブブロック間で晶癖面外すべりが伝播したことが確認された．このすべり伝播に伴い，流動応力は著しく低下した．以上のことから，すべりがサブブロック境界を伝播するまでのひずみ硬化挙動が、晶癖面内すべりと晶癖面外すべりで異なることが示唆される．

図 4 (b)および(c)は，図 4(a)における晶癖面内すべりが生じたサブブロックの Kernel Average Misorientation (KAM)マップおよび Grain Reference Orientation Deviation -angle (GROD-angle)マップである．なお本研究では，サブブロック内で KAM 値が最低となるピクセルを基準として GROD 値を算出した．I 試験片では，晶癖面内すべりが生じた領域で KAM 値および GROD 値の両方がわずかに上昇していた．また，降伏前の GROD マップ（図 4 (d)）と比較すると，図 4 (c)中の矢印で示すように，低角粒界近傍の方が GROD 値の上昇が顕著であることが分かる. 図 5 (b)および(c)は，図 5 (a)における晶癖面外すべりが生じた 2 つのサブブロックの KAM マップおよび GROD-angle マップである．N 試験片では，晶癖面外すべりが生じた領域に加えて，サブブロック内の低角粒界近傍でも KAM 値の上昇が確認された（図 5 (b)）．I 試験片とは異なり，GROD 値の上昇が広範囲で観察され, その分布は各サブブロック内の低角粒界に関連しているように見える（図 5 (c)）．N 試験片では，降伏前においてすでに高い GROD 値を示す領域が観察された（図 5 (d)）．各試験片における降伏前の GROD 分布の違いはマルテンサイト変態時に生じる組織不均一性 [6]に起因するものと考えられる．この組織不均一性を考慮したとしても，降伏による GROD 値の上昇幅は

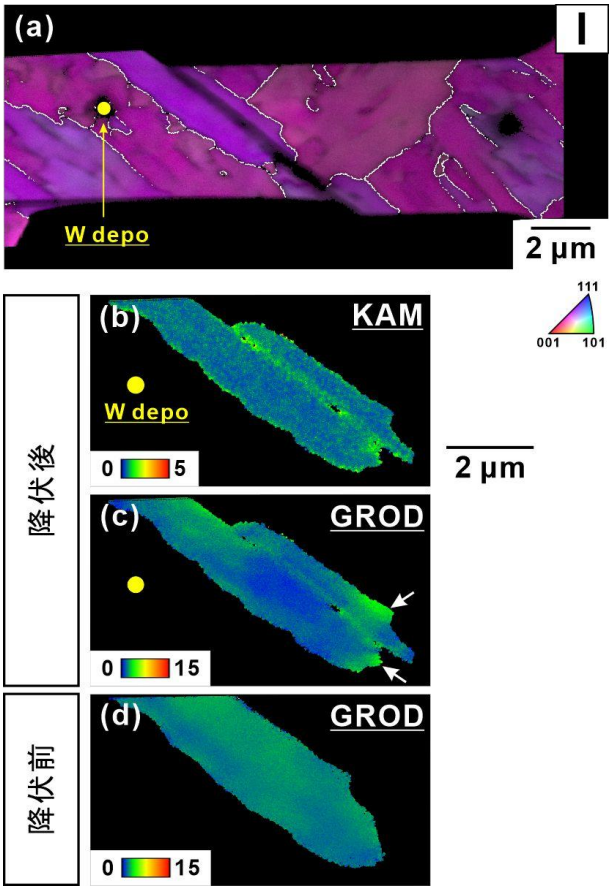


図 4　(a) 降伏後に取得した I 試験片の逆極点図(IPF)マップ．白線は結晶方位差が 5°–15°の低角粒界を示す．(b and c) (a) から抽出したサブブロックの KAM および GROD-angle マップ．(d) (c) に対応するサブブロックにおける降伏前の GROD マップ．

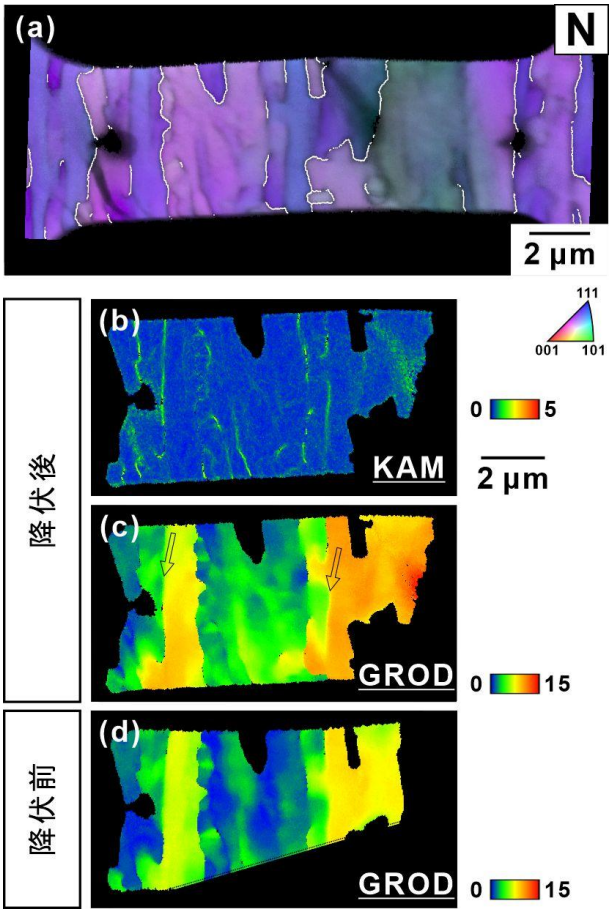


図 5　(a) 降伏後に取得した N 試験片の IPF マップ．白線は結晶方位差が 5°–15°の低角粒界を示す．(b and c) (a) から抽出した二つのサブブロックの KAM および GROD-angle マップ．(d) (c) に対応するサブブロックにおける降伏前の GROD マップ．

N 試験片の方が I 試験片に比べて大きい．GROD 値の上昇は，転位の絡み合い [7]や粒界への転位の pile-up [8]に起因することが報告されている．また，図 5 (c)に矢印で示すように，方位差が 5° 未満（ラス境界に相当 [9]）の低角粒界において，GROD 値が急変する箇所が観察された．したがって，GROD 値の上昇は，晶癖面外すべりと低角粒界（サブブロックおよびラス境界）の相互作用によって発達した転位組織に起因するものと考えられる．

図 6 は図 4 で抽出された I 試験片の GROD-angle マップと同じ領域の GROD-axis マップであり，GROD 値の変化を生じさせた回転軸を示している．図 6 (a)の領域 A は緑色であり，図 4 (c)で GROD 値の上昇が確認された領域における回転軸は<101>であることが分かる．さらに，この領域では，方位角が TD に対して反時計回りに約 35°，仰角が LD-TD 面に対して 10° 以内であることが図 6 (b)および(c)から分かる．これらの情報を図 6 (d)に示す I 試験片のステレオ投影図に反映させると，領域 A の GROD 値の上昇は晶癖面法線方向を回転軸として生じたことが明らかとなった．原子スケールでは，ラス境界は(011)テラス面と刃状転位のステップによって構成される [7]．晶癖面に

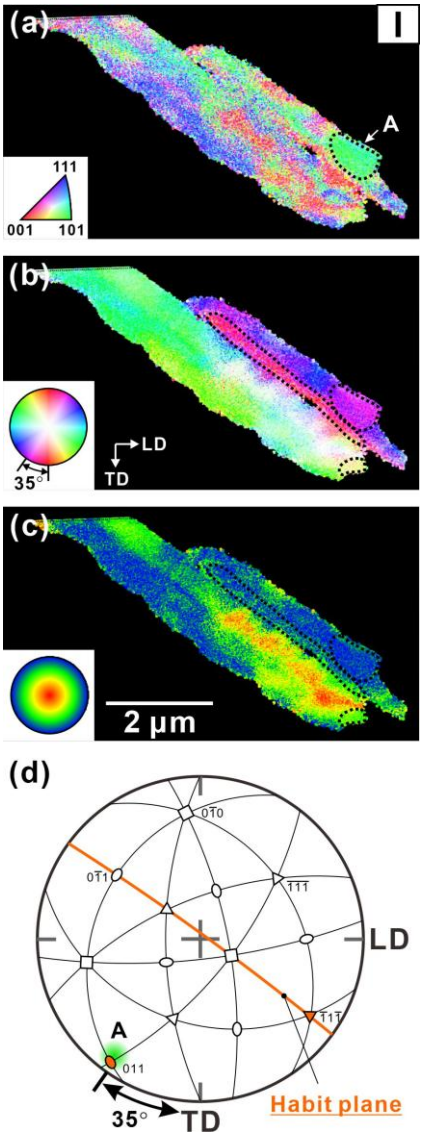


図 6　図 4 (c)で抽出された GROD-angle マップと対応する領域の GROD-axis マップ．各マップにおける色は(a)結晶座標系における回転軸，試料座標系における(b)方位角および(c)仰角を意味する．GROD 値の上昇に寄与した回転軸を示した I 試験片のステレオ投影図．

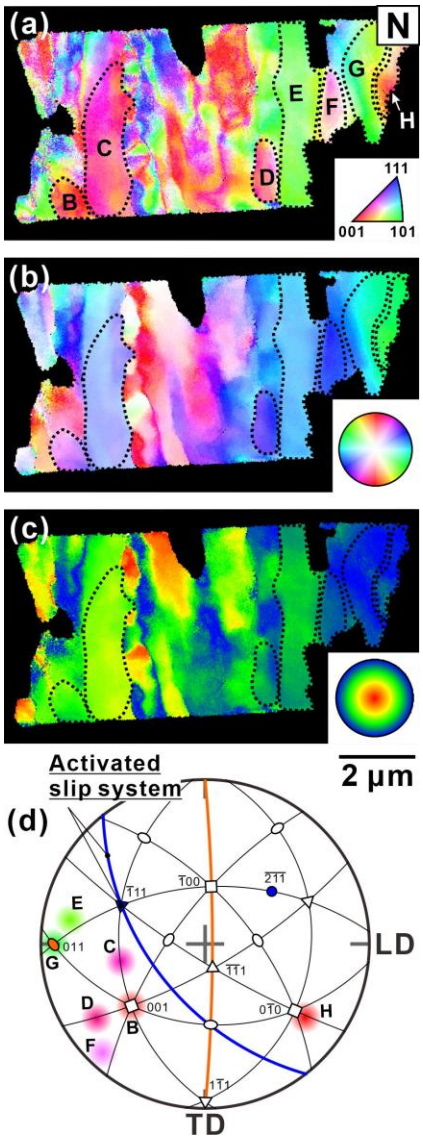


図 7　図 5 (c)で抽出された GROD-angle マップと対応する領域の GROD-axis マップ．各マップにおける色は(a)結晶座標系における回転軸，試料座標系における(b)方位角および(c)仰角を意味する．GROD 値の上昇に寄与した回転軸を示した N 試験片のステレオ投影図．

平行な(011)テラス面が[011]回転軸のねじれ粒界であるとすれば, サブブロックおよびラスの側面は刃状転位列で構成される傾角粒界となる．したがって，晶癖面内すべりの刃状転位のほとんどは低角傾角粒界と交差することになる．分子動力学シミュレーションを用いた研究では，刃状転位はらせん転位に比べて低角傾角粒界を容易に通過することができると報告されている [10]．らせん転位はすべり面に垂直な回転軸による方位差を生じさせるので，図 6 (a)の領域 A の方位差は晶癖面内すべりのらせん転位の蓄積によるものと考えることができる．言い換えれば，晶癖面内をすべる転位の刃状成分はサブブロックおよびラス境界を容易に伝播することができると考えられる．

図 7 は図 5 で抽出された N 試験片の GROD-angle マップと同じ領域の GROD-axis マップである．N 試験片では，図 7 (a)に領域 B～H で示しているように, GROD 値の上昇を生じさせた回転軸は<001>, <101>および<112>であることが明らかとなった．これらの回転軸を, 方位角（図 7 (b)）および仰角（図 7 (c)）に基づいて N 試験片のステレオ投影図に反映させると図 7 (d)のようになる．I 試験片のときとは異なり, 同定した回転軸は晶癖面外すべりによる転位運動と直接的に関係していないことが分かる. 前述したサブブロックおよびラス境界の特徴を考慮すると, 晶癖面外をすべる転位のほとんどが晶癖面に平行な(011)テラス面と相互作用すると考えられる．(011)低角ねじれ粒界は，1/2[11$\bar{1}$]および 1/2[1$\bar{1}$1]らせん転位、ならびにこれらの相互作用によって生じる[001]不動転位からなる転位ネットワークで構成される [11]．したがって，晶癖面外をすべる 1/2[$\bar{1}$11]転位はサブブロックおよびラス境界を構成する転位ネットワークと相互作用することが考えられる. この反応は，さらなる<001>不動転位の形成を介して，ひずみ硬化をもたらす [12]と言われており，N 試験片の高いひずみ硬化を説明できる．その結果として発達した転位組織が，図 7 (d)で同定された回転軸と関係していることが予想される．しかしながら、発達した転位組織と GROD-axis 解析で同定した N 試験片の回転軸との関係については未だ不明なままであり, 今後は透過型電子顕微鏡や原子シミュレーションなどによる詳細な解析が必要となる．

４．結び

本研究では, 極低炭素鋼ラスマルテンサイトにおけるすべり変形の晶癖面方位依存性を単一ブロックのマイクロ引張試験によって調査し, 変形発達組織を結晶学的観点から解析した．得られた結論を以下にまとめる．

1. 晶癖面内すべりおよび晶癖面外すべりが活動した各試験片における 0.2%耐力時の分解せん断応力は, それぞれ~190 MPa および~260 MPa であった．
2. その場観察および変形後の EBSD 解析結果から，すべりがサブブロック境界を伝播するまでのひずみ硬化挙動が晶癖面内すべりか晶癖面外すべりかで異なることが示された．
3. すべりが観察されたサブブロック内に生じた方位差と回転軸を解析した結果，低角粒界と転位の相互作用が極低炭素鋼ラスマルテンサイトのすべりの晶癖面方位依存性における重要因子であることが示唆された．

謝　辞

本研究は, 公益財団法人天田財団の奨励研究助成を受けて実施したものであることを付記して，謝意を表します．また，本研究の実施と本稿の執筆に際して，島根大学の森戸茂一教授との共同研究で得られた実験結果を使用させていただきました．お礼を申し上げます．

参考文献

1) S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhara and T. Maki: Acta Mater. **51** (2003) 1789–1799.
2) Y. Takenouchi, S. Wada, T. Masumura, T. Tsuchiyama, H. Okano and S. Takagi: ISIJ Int. **62** (2022) 2000–2007.
3) S. Nambu, M. Michiuchi, Y. Ishimoto, K. Asakura, J. Inoue and T. Koseki: Scr. Mater. **60** (2009) 221–224.
4) L. Morsdorf, O. Jeannin, D. Barbier, M. Mitsuhara, D. Raabe and C.C. Tasan: Acta Mater. **121** (2016) 202–214.
5) K. Kwak, Y. Mine, S. Morito, T. Ohmura and K. Takashima: Mater. Sci. Eng. A **856** (2022) 144007.
6) L. Morsdorf, C.C. Tasan, D. Ponge and D. Raabe: Acta Mater. **95** (2015) 366–377.
7) A. Shibata, G. Miyamoto, S. Morito, A. Nakamura, T. Moronaga, H. Kitano, I. Gutierrez-Urrutia, T. Hara and K. Tsuzaki: Acta Mater. **246** (2023) 118675.
8) T. Kong, M. Koyama, M. Yamamura and E. Akiyama: Mater. Trans. **63** (2022) 88–91.
9) S. Morito, X. Huang, T. Furuhara, T. Maki and N. Hansen: Acta Mater. **54** (2006) 5323–5331.
10) M. Wakeda and T. Ohmura: Compt. Mater. Sci. **228** (2023) 112325.
11) J.B. Yang, Y.N. Osetsky, R.E. Stoller, Y. Nagai and M. Hasegawa: Scr. Mater. **66** (2012) 761–764.
12) B. Liu, D. Raabe, P. Eisenlohr, F. Roters, A. Arsenlis and G. Hommes: Acta Mater. **59** (2011) 7125–7134.