DP 鋼の繰返し硬化–軟化挙動に及ぼす微細析出物の効果

桜田 栄作^{1,4,*} 樋渡 俊二² 潮田 浩作^{3,4}

¹新日鐵住金株式会社技術開発本部名古屋技術研究部

²新日鐵住金株式会社技術開発本部利用技術研究部

³新日鐵住金株式会社技術開発本部

⁴金沢大学大学院自然科学研究科

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 80, No. 10 (2016), pp. 655–662

© 2016 The Japan Institute of Metals and Materials

Effect of Fine Precipitates on Cyclic–Hardening and Softening Behavior in Dual–Phase Steel

Eisaku Sakurada^{1,4,*}, Shunji Hiwatashi² and Kohsaku Ushioda^{3,4}

¹Technical Development Bureau, Nippon Steel & Sumitomo Metal Corporation, Nagoya R&D, Tokai 476–8686

²Application Technology Research Laboratory, Technical Development Bureau, Nippon Steel & Sumitomo Metal Corporation, Futtsu 293–8511

³Nippon Steel & Sumitomo Metal Corporation, Futtsu 293–8511

⁴Graduate School of Natural Science and Technology, Kanazawa University, Kanazawa 920–1164

The precipitation hardening with fine carbides of nm size has already been applied to various advanced high–strength steels. In the present study, the role of fine TiC precipitates in the ferrite phase on cyclic deformation behavior was investigated for a Ti–added dual–phase steel with a strength of 780 MPa. In particular, the cyclic hardening and softening behavior characterized by the changes in cyclic plastic strain during stress–controlled fatigue testing was discussed from the viewpoints of the evolution of dislocation substructures. The fatigue life of the precipitation–hardened steel with 2 to 5–nm TiC precipitates is remarkably long as compared with that of a Si–added solution–hardened steel with a comparable ultimate tensile strength. For a specimen which eventually fractures before 2×10^6 cycles at least, the cyclic plastic strain gradually decreases, i.e., the cyclic hardening takes place, at the beginning of cyclic loading. After a certain number of cycles, the cyclic softening starts, i.e., the cyclic plastic strain reaches a minimum and, then, continuously increases, up to fracture. It was confirmed that the cyclic hardening is accompanied by an increase in dislocation density, while cyclic softening is caused by the dislocation rearrangement. The commencement of cyclic softening is remarkably delayed in the steel with fine TiC precipitates. The strong pinning effect by the precipitates, probably due to the Orowan mechanism, not due to the cutting mechanism, was observed by transmission electron microscopy (TEM). Therefore, it is considered that the long fatigue life of the precipitation–hardened steel is led by the fine TiC precipitates which play a role of the obstacles against mobile dislocations. [doi:10.2320/jinstmet.J2016021]

(Received April 1, 2016; Accepted July 11, 2016; Published September 16, 2016)

Keywords: fatigue, cyclic hardening, cyclic softening, TiC, hardening mechanism, dislocation

1. 緒 論

自動車のさらなる車体軽量化のニーズの中、高強度鋼板の開発が加速的に進められている。薄肉化による剛性低下に対して、複雑な形状でも成形可能なように、高強度鋼板には優れたプレス成形性が求められる。そのため、さまざまな強化機構が利用されるようになった。その中でも、足回り部品の素材となる鋼板には、V, Ti, Nb, Mo などのマイクロアロイを活用した金属組織設計がなされている。すなわち、これらの鋼板においては、析出物制御によって合金炭化物を数 nm ～数十 nm のサイズまで微細に均一に分散させ、強度と成形性とを両立させている^{1–4)}。さらに、足回り部品は、重要保安部品であることから、素材として成形性に加え疲労耐久性

が求められる。このような背景の中、近年では、疲労特性と析出強化機構に関する研究が進められてきた。

例えば、Wilson らは、Fe–0.045 mass% C 合金 (以降、%) を 700°C から焼入れた後、16 h の時効処理の温度を変化させることにより C の存在状態を制御した試料を作製し、疲労特性と析出物との関係を調査した⁵⁾。その結果、90°C 超の時効で生成する 100 nm 以上の微細な Fe 炭化物は降伏強度と共に疲労特性を向上させる。しかし、60°C の時効で形成される 20–30 nm の微細炭化物は降伏強度を著しく増加させるものの、これらの微細炭化物は繰返し変形中に転位によりせん断されることにより繰返し軟化を促し、疲労特性は劣位になる結果を得た。また、Yokoi らは Fe–Cu 合金を用いて疲労特性に及ぼす Cu の存在状態の影響を調査し、Wilson らの Fe–C 合金における結果と類似した結論を得ている。すなわち、Cu が析出物として存在する場合は、Cutting 機構によって繰返し変形に伴って早期に軟化が生じ、疲労限度比

* Corresponding author, E-mail: sakurada.pg2.eisaku@jp.nssmc.com

は固溶状態に比べ低下することを明らかにした⁶⁾。Watanabe らは、Cu 中の fcc Fe 析出物のサイズを 30 nm と 100 nm に変化させ、歪制御の疲労特性に及ぼす析出物の影響を調査した⁷⁾。大きな析出物の場合には繰返し硬化した。一方、小さな析出物の場合では、繰返し軟化挙動が特に低ひずみ振幅の場合に認められており、析出物が転位によりせん断されたためと考察した。このように、析出物を有する金属材料の疲労特性は、繰返し変形中の析出物と転位との相互作用の影響を受けていることが分かる。したがって、析出物を工業的に利用する上で、析出物と転位との相互作用を明らかにすることは、非常に重要な課題である。

しかしながら、上記のようなモデル合金ではなく実際の高強度鋼板で利用される微細析出物が、繰返し変形中の転位下部組織変化と疲労特性に及ぼす効果については報告が少なく^{8,9)}、未だ明らかになっていない点が多い。Murakami らは Ti を添加したフェライトとマルテンサイトからなる二相組織 (DP: Dual-Phase) 鋼を用いて、疲労強度を支配する因子を調査した。その結果、疲労強度はフェライト中の析出物の直径および平均間隔に支配され、直径が 6.5 nm 未満の微細な TiC を含む材料では Cutting 機構により疲労特性が低下すると考察している¹⁰⁾。一方、引張変形においてはナノサイズに制御したこのような微細な MC 炭化物は 2 nm 程度のサイズまではせん断されないという報告もある^{3,4)}。また、TiC 粒子 1 個あたりの転位移動の障害力は粒子径と共に増加し、約 2 nm で飽和するという報告もある¹¹⁾。引張変形と繰返し変形では析出物の転位に対する効果が異なることも予想される⁵⁾。疲労試験の場合、このような微細な MC 炭化物が転位によってせん断されるという直接的な知見が十分に認められていないことも事実であり、疲労変形中の析出物の役割は必ずしも明確となっていないと考えられる。

そこで本研究では、繰返し変形挙動に及ぼす微細な析出物の影響を明らかにすることを目的に、析出物サイズを 2~5 nm に制御した Fe-C-Ti 合金と Si で固溶強化させた合金の 2 種類の鋼を用いて、繰返し変形中の硬化-軟化挙動とその応力依存性を比較調査した。さらに、疲労破断に至るまでの転位下部組織の変化や MC 炭化物と転位との相互作用について詳細な TEM 観察を行い、析出強化鋼の疲労特性に及ぼす析出物の役割について考察を行った。

2. 実験方法

Table 1 には、本研究に用いた鋼板の成分と以下に述べるプロセス条件で実験室的に作製した鋼板の引張特性を示した。成分は 2 種類とし、Si を添加した A 鋼と Ti と Nb を複合添加した B 鋼である。これらは真空溶解で鋳片を作製した後、30 mm 厚まで粗圧延を実施した。その後、再加熱して 1523 K で 5400 s の溶体化処理を行った後、Fig. 1 に示した条件で熱間圧延-冷却を行い、それぞれフェライト主体の組織となる 3.2 mm 厚の熱延鋼板を試作した。これら 2 種の試作鋼板から圧延方向と直行する方向が引張軸となるよう JIS5 号引張試験片および Fig. 2 に示した軸力疲労試験片を作製した。なお、これらの試験片の作製にあたっては、機械

Table 1 Chemical compositions and tensile properties of steel investigated.

Sample	Chemical Composition (mass%)					Mechanical Properties (Stress Axis = T.D.)			
	C	Si	Mn	Ti	Nb	YS (MPa)	UTS (MPa)	El (%)	YR (%)
Steel A	0.072	0.94	1.84	tr.	tr.	510	810	23	63
Steel B	0.046	0.02	1.46	0.10	0.02	693	785	22	88

T.D.: Transverse Direction

Fig. 1 Schematic illustration showing conditions of hot-rolling process.

Fig. 2 Specimen dimension of axial fatigue test.

特性に及ぼす表面状態の影響を取り除くことを目的に、鋼板を 2.8 mm 厚まで両面研削し、その後所定の試験片形状へと加工を行った。また、軸力疲労試験片については試験片表面の 50 μ m 程度を化学研磨によって除去することで、加工に表面ひずみの影響を取り除いた。引張特性は Minebia 社製の引張試験機 TechnoGraph-100 kN を用いて、クロスヘッド速度 10 mm/min 一定の条件で行った。疲労試験は、MTS 社製 10 ton 疲労試験機を用いて、応力比 $R = -1$ 、周波数 $f = 15$ Hz とし、応力振幅一定条件で疲労破断寿命を調査した。本研究における疲労試験では 2.0×10^6 回までに破断が認められなかったものを疲労限として取り扱い試験を停止している。なお、試験片平行部の表裏面に東京測器社製のひずみゲージ FL-2 を貼付し、200 point/Cycle で取得した荷重と変位から繰返し変形中の応力ひずみ関係を求めた。また、繰返し変形中に発達する転位下部組織の観察は、所定の応力条件で繰返し変形を与えた後、疲労試験を停止した試験片を用いて平行部中央が観察部となるように薄膜試料を作製

して行った。薄膜は、ストルアス社製の Tenupole. 5 を用いて、電解研磨液を 5% 過塩素酸-氷酢酸溶液とし、70V-0.1A の条件で両面ジェット法によって作製した。転位下部組織の観察には日立製作所製の電界放出型透過電子顕微鏡 H-800 を用い、析出物の観察には日本電子製の電界放出型透過電子顕微鏡 JEM-2100F を用いた。なお、析出物の成分分析は、日本電子社製 EDS/JED-2300T を用い、プローブ径を 1 nm に絞り行った。

3. 結果および考察

3.1 疲労試験および繰返し変形中の応力ひずみ関係

Fig. 3 には A 鋼および B 鋼のナイター腐食後およびレペラー腐食後の光学顕微鏡による金属組織観察結果を示した。また、ナイター腐食材については SEM 観察結果もあわせて示した。A 鋼と B 鋼はいずれも等軸なフェライトと第二相組織から構成された金属組織を呈している。A 鋼と比較して B 鋼は結晶粒が微細であり、大きさが数 μm の粒状の第二相組織が配置している。これらの第二相組織はレペラー腐食によって、白のコントラストで確認されることがか

ら、マルテンサイトに対応するものと考えられる。すなわち、A 鋼と B 鋼はフェライトとマルテンサイトから構成された DP 鋼であることが分かる。なお、マルテンサイト組織の分率は、A 鋼が約 16% であり、B 鋼が約 7% と A 鋼のマルテ

Fig. 5 Relationship between applied stress amplitude and number of cycles to failure of steels A and B.

Fig. 3 Optical micrographs ((a), (c), (d), (f)) and SEM images ((b), (e)) showing microstructure of specimens. (a), (b) and (c): steel A, (d), (e) and (f): steel B. ((a), (b), (d) and (c): nital etching; (c) and (f): lepera etching)

Fig. 4 (a) High-resolution STEM image showing fine TiC precipitated in ferrite matrix in steel B, and EDX spectrums from (b) matrix and (c) precipitate. Incident electron beam//[001].

Fig. 6 Change in stress and strain curves with number of cycles of steel A, where stress amplitude is 446 MPa and N_f is 5.6×10^4 cycles. (a) $N = 1.0 \times 10^0$ cycle, (b) 1.0×10^3 cycles, (c) 5.0×10^4 cycles.

Fig. 7 Change in stress and strain curves with number of cycles of steel B, where stress amplitude is 510 MPa and N_f is 5.4×10^4 cycles. (a) $N = 1.0 \times 10^0$ cycle, (b) 4.0×10^3 cycles, (c) 5.0×10^4 cycles.

ンサイト組織分率が高い。Fig. 4には高分解能STEMにて、B鋼のフェライト粒内を観察した結果を示した。B鋼のフェライト中には2~5 nm程度の針状析出物(3次元的にはディスク状と予想される)が認められ、その長軸はフェライトの[100]方向に平行であり、[010]方向に垂直である(Fig. 4(a))。また、EDXの分析結果では、マトリックスと比較して析出物にはTiの存在が認められる特徴がある(Fig. 4(b), (c))。すなわち、B鋼のフェライト中にはマトリックスとBaker-Nuttingの方位関係を持つ微細なTiCが析出してい

ると推察される。フェライトの主な強化機構はA鋼ではSiの固溶強化、B鋼ではTiCの析出強化と考える。このフェライトの強化機構の差異と前述したマルテンサイト分率の違いが、Table 1に示したA鋼とB鋼の巨視的降伏応力の違いとして現れたと考えられる。一般的に、DP鋼ではマルテンサイト分率が降伏応力を支配する因子の一つと説明されている。すなわち、A鋼ではマルテンサイト分率が高いことによって変形初期での可動転位源が多く、B鋼ではフェライトが析出強化されていることで、B鋼では高い降伏応力を示

したと考えられる。

以上の 2 種類の鋼材について、応力一定条件での疲労試験を行った。Fig. 5 には A 鋼および B 鋼の応力振幅と破断繰返し数との関係を示した。疲労破断寿命はフェライトを析出強化させた B 鋼の方が長く、これはいずれの応力振幅でも同様であった。

この理由を明らかにするために、繰返し変形挙動を調査した。多くの研究では、繰返し変形中の力学特性の変化を調査する際、塑性ひずみ振幅を一定とし、応力振幅の応答を見ることで繰返し硬化-軟化量を評価している。一方、部品や素材の疲労特性を評価する場合には、応力振幅 σ_a を基準としてその破断寿命を評価している。そこで、本研究においては一定応力振幅下での繰返し数の増加に伴う力学特性の変化を明らかにすることとした。すなわち、応力振幅一定とした疲労試験における繰返し数の増加に伴うヒステリシスループの変化を調査した。一例として、Fig. 6 および 7 には、それぞれ $\sigma_a = 446 \text{ MPa}$ において 5.6×10^4 回で破断した A 鋼および $\sigma_a = 510 \text{ MPa}$ において 5.4×10^4 回で破断した B 鋼の各繰返し数でのヒステリシスループを示した。いずれの鋼種においても巨視的降伏応力以下の応力振幅であるが、1 回目から

繰返し塑性ひずみが発生している。また、繰返し数の増加とともにループはいったん完全に閉じ、あたかも弾性体のような応答を示した。さらに繰返し数を増すと、繰返し塑性ひずみは顕著に増加した。繰返し数の増加にともない塑性ひずみがいったん減少するのは応力振幅一定試験であることから、繰返し変形に伴う内部応力の増加、すなわち繰返し硬化によってもたらされたものと考えられる。また、塑性ひずみが増加する場合は、内部応力の減少、すなわち繰返し軟化が生じていたものと考えられる。この挙動を明確にするため、それぞれの応力水準について、繰返し数の増加に伴う繰返し塑性ひずみの変化を調査した。その結果を Fig. 8 に示した。A 鋼での 365 MPa 条件、B 鋼での 395 MPa および 430 MPa 条件を除いた応力水準では、繰返し硬化ステージと、繰返し軟化ステージが明確に認められる。繰返し軟化を開始する繰返し数は応力振幅が高いほど短くなる。さらに、繰返し軟化ステージでは、繰返し数に伴う塑性ひずみの増加率が減少から増加へ転ずる変曲点が認められる。Fig. 9 には A 鋼および B 鋼の、それぞれの応力水準での繰返し数に伴う全ひずみの変化を示した。なお、Fig. 9 中の矢印は、繰返し軟化ステージで認められた塑性ひずみの増加率の変曲点を示してい

Fig. 8 Effect of applied stress amplitude on the change in cyclic plastic strain with number of cycles of (a) steel A and (b) steel B.

Fig. 9 Change in total strain with number of cycles: (a) steel A, (b) steel B.

る。疲労初期の全ひずみは応力振幅によって異なり、応力振幅が高いほど大きな値を示す。この全ひずみは所定の繰返し数までほとんど変化しないが、矢印で示した所定の繰返し数から全ひずみは著しく増加する。この全ひずみが増加する繰返し数は、前述した変曲点を示した繰返し数と一致していた。Ochi らは軟鋼を用いて、応力一定下での塑性ひずみ振幅の変化と微視的な降伏現象との関係を調査した。その結果、塑性ひずみが増加する領域での各疲労停止材では不連続降伏から連続降伏へ遷移することを明らかにし、塑性ひずみが増加する領域は微視的な塑性域が試験片全体に広がる過程と対応することを説明している¹²⁾。この知見に基づけば、繰返し軟化ステージの初期では試験片内の局所的な領域で繰返し軟化が進行し、その後に試験片の広い領域で軟化が進行する段階に移行し巨視的降伏状態となり、全ひずみとして変化が認められたと推察される。すなわち、この変曲点は試験片内での繰返し軟化の進行速度と対応する値と考えられる。例えば、繰返し硬化と軟化ステージが明確に認められる 470 MPa 条件において、A 鋼と B 鋼を比較すると、A 鋼ではわずか 1.0×10^1 回で軟化が開始するのに対して、B 鋼では 3.8×10^4 回まで遅延していた。また、繰返し軟化ステージでの変曲点は A 鋼で 5.1×10^2 回に対して、B 鋼では 6.1×10^4 回であり、その差は軟化が開始する繰返し数よりも拡大している。すなわち、同一応力振幅において、B 鋼で破断寿命が長くなった理由の一つとして、同一の応力振幅に対し B 鋼では繰返し軟化の進行を抑制する機構が働いたためと考えられる。しかし、疲労限を示した A 鋼の 365 MPa 条件および B 鋼の 395 MPa 条件では、繰返し数に伴う繰返し塑性ひずみの変化がほとんど認められない。また、B 鋼の疲労限に近い 430 MPa 条件では、 5.0×10^5 回程度まで僅かに繰返し硬化を生ずるが、明確な繰返し軟化が認められないまま破断を生じていたことが分かる。これらの低応力振幅で認められる現象は高応力振幅の場合と異なる。低応力振幅の場合には、結晶粒単位で局所的に疲労が進行する結果、ひずみゲージを用いて得られるような巨視的ひずみとしては計測できなかった

可能性が原因として予想される。

3.2 繰返し変形中の転位下部組織の発達および転位と析出物との相互作用

前節では、破断に至るまでの繰返し数の増加に対して、塑性ひずみがいったん減少するステージとそれに続いて増加するステージに分かれる応力レベルが存在すること確認された。本試験が応力振幅を一定としていることから、これが有効応力の増減によるもの、すなわち、繰返し硬化-軟化現象に対応する結果であると考察した。これまでの研究では、繰返し硬化-軟化現象は繰返し変形中の転位下部組織の発達と対応することについて多くの知見が得られている^{13,14)}。

そこで、本研究においても、繰返し変形中の転位下部組織の発達を調査した。Fig. 10 は、A 鋼の破断に至るまでの各ステージにおける転位下部組織の TEM による観察結果である。なお、観察には応力振幅が 470 MPa 条件のものを選定した。A 鋼では疲労試験前の初期組織においてもフェライト粒内に、転位が観察される (Fig. 10(a), (d))。塑性ひずみが最小を示した 1.0×10^1 回目では、初期に比べてタングルした転位が観察される傾向にあるが、その分布は一様ではない。また、一部では既に転位壁を形成している様子が観察され、壁間には湾曲した転位が僅かに認められる (Fig. 10(b), (e))。塑性ひずみが増加するステージにある 9.9×10^3 回の時点では、明瞭な Cell 組織が形成されており、Cell 内の転位は極めて少ないように観察される (Fig. 9(c), (f))。

これらの観察結果から、疲労破断に至るまでの現象を次のように考察した。すなわち、塑性ひずみが減少するステージでは、転位の切合いなどによる転位間相互作用によって繰返し硬化を生じる。しかし、繰返し変形中には対消滅、交差すべりなどが生ずるため、転位壁を形成する。その後、繰返し数の増加に伴い、転位の再配列による Cell 形成が支配的な現象となり、繰返し軟化域へと移行したと考えた。また、本観察結果は、bcc 金属などで認められているひずみ制御下での疲労現象と矛盾しない¹³⁾。

Fig. 10 TEM micrographs showing evolution of dislocation structure with number of cycles of steel A. (a) and (d) (magnified): initial state prior to fatigue test; (b) and (e) (magnified): fatigued to 1.0×10^1 cycles; (c) and (f) (magnified): fatigued to 9.9×10^3 cycles. Stress controlled condition under applied stress amplitude 470 MPa.

B 鋼についても同様の観察を行い、鋼種間での繰返し変形挙動の違いを調査した。Fig. 11 には応力振幅を 470 MPa 一定とした条件で所定の繰返し変形を与えた後に、繰返し変形を停止した試験片の転位下部組織を示した。塑性ひずみが最小値となる 3.0×10^4 回の時点では、初期組織に比べてタングルした転位が多く観察され、部分的には転位壁の形成が認められる (Fig. 11 (b), (e))。しかし、明確に Cell 組織が発達した A 鋼 (Fig. 10 (c), (f)) に比べて、B 鋼では転位壁の形成が抑制され転位が一様に分布する傾向にある。転位壁のサイズも小さく、壁間でもタングルした転位や転位ループ (図中の矢印) が多数観察される。B 鋼ではフェライトに微細な TiC が存在していたことを考慮すると、転位ループが多数観察される事実は、転位と TiC との相互作用を考える上で重要な事実であり、繰返し硬化域で Orowan 機構が働いたことが推察される。さらに繰返し変形を受けた破断材では、周期的に配列した転位壁の形成が進行する傾向がある (Fig. 11 (c), (f))。また、一部で Cell のような構造は認められるものの、Cell 内にも転位が存在している。すなわち、B 鋼では微細な析出物によって、転位の対消滅・再配列を必要とする Cell 組織の形成が容易でなく、その結果として繰返し軟化が遅延したと推察した。以上の TEM 観察の結果から、A 鋼お

よび B 鋼のいずれにおいても繰返し硬化ステージでは転位の絡合いなどの転位間相互作用が支配的な現象と考えられる。このステージでは、応力振幅の増加によって有効応力が増すことにより、1 回の繰返し変形中に導入される転位量が増し、転位間相互作用の頻度が高まることが予想される。そのため、高応力ほど、繰返し硬化ステージの寿命が短くなったと考えられる。また、A 鋼ではマルテンサイトの分率が高いことが特徴であり、疲労初期では B 鋼に比べ多くの可動転位源が存在したことが予想される。そのため、A 鋼では B 鋼に比べ転位間相互作用の頻度が高く、繰返し硬化ステージの寿命を短くした可能性が考えられる。一方、繰返し軟化領域では転位の対消滅・再配列による Cell 組織の形成が支配的な現象となっていると考えられる。B 鋼では A 鋼に比べて繰返し硬化領域で転位ループが多数確認され、破断材では不明瞭な Cell の内部に転位が認められており、これらが疲労寿命の差をもたらした一つの因子と考えられる。

A 鋼と B 鋼とではフェライトの強化機構に違いがあり、B 鋼は 2~5 nm の微細な TiC によって析出強化された特徴を持つ。次節ではその観点から破断に至る各ステージでの転位をさらに詳細に調査した結果を示す。

Fig. 11 TEM micrographs showing evolution of dislocation structure with number of cycles of steel B. (a) and (d) (magnified): initial state prior to fatigue test; (b) and (e) (magnified): fatigued to 3.0×10^4 cycles; (c) and (f) (magnified): failure. White arrows in (e) indicate dislocation loops. Stress controlled condition under applied stress amplitude 470 MPa.

Fig. 12 High-resolution TEM micrographs showing (a) dislocation-dislocation interaction in ferrite after fatigued to 1.0×10^4 cycles under 470 MPa in steel A. (b) interaction between dislocation and TiC in ferrite after fatigued to 3.0×10^4 cycles under 470 MPa in steel B, and (c) after fatigued to failure under 470 MPa in steel B.

3.3 繰返し降伏応力と析出物の役割について

Fig. 12 には、A 鋼および B 鋼のそれぞれについて、応力振幅を 470 MPa 一定とした条件で繰返し変形を与え、繰返し変形を途中で停止した試験片の転位を詳細に観察した結果を示した。A 鋼では、繰返し硬化から軟化へ移行する時点 (1.0×10^4 回) であり、タングルした転位間の相互作用を確認した (Fig. 12(a))。2 つの転位線が交差する部分では弾性ひずみコントラストが消失しており、転位間反応で対消滅が起こっていると推察される。一方、B 鋼では、繰返し硬化から軟化へ移行する時点 (3.0×10^4 回) において転位線上に微細な析出物 (TiC) が観察され、転位は析出物を尖点とし曲率をもった形態で存在する (Fig. 12(b))。すなわち、TiC によって転位がピンニングされていることが分かる。さらに、疲労破断する時点でも、同様に TiC は転位により Cutting されることなく、転位をピンニングしている様子が観察された (Fig. 11(c))。このため、極めて後期まで、微細な TiC が転位の移動抵抗として寄与していたと推察した。すなわち、B 鋼では、微細な TiC が転位移動の障害物となるため微視的な降伏応力が上昇する結果、転位の移動が遅く、繰返し硬化のステージが長期にわたっていたと考えられる。また、この TiC は疲労破断まで Cutting されることなく安定的に存在するため、繰返し硬化-軟化ステージが明確に現れた応力条件の範囲では、転位の対消滅や再配列をも遅延させ、Cell 組織が形成し難く、繰返し軟化の開始が遅延し、優れた疲労破断寿命を示したと考えられる。しかしながら、前節で述べた通り、繰返し硬化から軟化のステージに移行する時点で、タングルした転位と転位壁が同時に観察され、繰返し硬化と繰返し軟化が同時に進行していたことが予想される。そのため、軟化開始の遅延が、TiC の存在によって転位の切合いなどの硬化に寄与する転位間相互作用を遅延させたためか、軟化に寄与する転位の再配列を抑制させたためかのいずれの機構が支配的であるかは、本研究では明らかにできていない。したがって、微細析出物の効果をより明確にしていくためには、巨視的に繰返し軟化に移行するクライテリアを明らかにしていくことが必要である。また、同様の調査を低応力側での水準についても調査し、繰返し硬化および軟化現象が明確に確認できなかった疲労限近傍での現象解明を行う必要がある。また、A 鋼ではマルテンサイト分率が高く、このときには疲労初期における可動転位源が多く存在し、繰返し硬化-軟化現象への影響も考えられる。本研究で認められた応力一定下での繰返し硬化-軟化挙動と強化機構との関係の定量的な解明、および応力振幅依存性を解明するためには、転位源や可動転位、不動転位といった転位性質の変化についても考慮す

る必要があり、これらは今後の重要な課題と考える。

4. 結 論

本研究では、疲労特性に及ぼす微細な析出物の役割を明らかにするために、Si が固溶した TS780 MPa 級の鋼を比較鋼として、2~5 nm 程度の微細な TiC が析出した同一強度の鋼の疲労試験を行った。特に、応力一定下での繰返し変形中の塑性ひずみの変化と転位下部組織の変化を詳細に調査した。得られた結果を以下にまとめる。

- (1) フェライトを析出強化させた鋼の方が、疲労破断寿命に優れていた。
- (2) 鋼種に依らず、繰返し数の増加と共に繰返し変形中の塑性ひずみが減少する (繰返し硬化) 領域とそれに続き塑性ひずみが増加する (繰返し軟化) 領域が認められた。また、その分岐は繰返し負荷応力依存性を示した。
- (3) TEM 観察の結果、繰返し硬化は転位の増加に起因し、繰返し軟化は Cell 組織の形成過程に対応することが明らかとなった。
- (4) 析出強化鋼では、疲労の後期まで TiC が転位の移動を障害する様子、転位ループを形成する様子、さらには転位の再配列を抑制する様子が観察された。微細な TiC による繰返し軟化開始の遅延は、転位の移動の抵抗によるものと考えた。

文 献

- 1) Y. Funakawa, T. Shiozaki, K. Tomita, T. Yamamoto and E. Maeda: ISIJ Int. **44**(2004) 1945.
- 2) H. W. Yen, P. Y. Chen, C. Y. Huang and J. R. Yang: Acta Mater. **59**(2011) 6264.
- 3) N. Kamikawa, Y. Abe, G. Miyamoto, Y. Funakawa and T. Furuhashi: Tetsu-to-Hagane **99**(2013) 352.
- 4) N. Kamikawa, G. Miyamoto and T. Furuhashi: Mater. Jpn **54**(2015) 3.
- 5) D. V. Wilson and B. Mintz: Acta Metall. **20**(1972) 985.
- 6) N. Yokoi and M. Takahashi: J. Mater. Sci. **36**(2001) 5757.
- 7) C. Watanabe, T. Fujii, S. Onaka and M. Kato: Mater. Sci. Eng. A **319-321**(2001) 506.
- 8) M. Mizui and M. Takahashi: Proc. of Mechanical Working and Steel Processing (MWSP) Conference, ISS, St. Lois (1991) 31.
- 9) M. Morita, T. Shimizu, O. Furukimi, N. Aoyagi and T. Kato: Mater. Jpn **37**(1998) 513.
- 10) T. Murakami, M. Kinefuchi, N. Nomura and Y. Mukai: J. Japan Inst. Metals **72**(2008) 832.
- 11) Y. Kobayashi, J. Takahashi and K. Kawakami: Scr. Mater. **67**(2012) 854.
- 12) Y. Ochi and S. Sasaki: Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng. A **47-417**(1981) 483.
- 13) C. Laird, Z. Wang, B. T. Ma and H. F. Chai: Mater. Sci. Eng. A **A113**(1989) 245.
- 14) D. Kuhlmann-Wislendorf: Metall. Mater. Trans. A **35A**(2004) 369.