微細格子マーカ法を用いた複合組織鋼における 局所塑性ひずみ分布の可視化

南 秀和*・池田 博司*²・森川 龍哉*³・東田 賢二*³・眞山 剛*⁴・田路 勇樹*⁵・長谷川 浩平*⁵

Visualization of Plastic Strain Distribution in a Dual-Phase Steel Using High-Precision Grid-Markers

Hidekazu MINAMI, Hiroshi IKEDA, Tatsuya MORIKAWA, Kenji HIGASHIDA, Tsuyoshi MAYAMA, Yuki TOJI and Kohei HASEGAWA

Synopsis : The aspect of inhomogeneous deformation in a dual-phase steel has been quantitatively visualized by a new method using high-precision grid-marker which was lithographed on the specimen surface by electron beam. This method enables imaging of plastic strain distribution in wide areas of millimeter scale with nano-scale spatial resolution, which makes it possible to obtain general view of the detailed plastic strain distribution in deformed multi-constituent steels with fine complex microstructures.

A small plate specimen with a microstructure containing 50% ferrite and 50% martensite was deformed in tension at room temperature, and the grid-marker of the same area was observed at the average equivalent strains of 7.2% and 13.7%. Strain mapping indicated the abundant formation of characteristic bands with strains much higher than the average values. The bands were inclined by 45 degrees to the tensile axis, and they developed with increasing strain particularly in the ferrite areas adjacent to the interface between ferrite and martensite. It was also found that martensite areas actually deformed plastically and their deformation contributed to one fifth of the total plastic strain of the specimen.

Key words : plastic deformation; inhomogeneous deformation; electron beam lithography; dual phase steel; ferrite; martensite; strain mapping.

1. 緒言

結晶性材料の塑性変形は一般に不均一となるが¹⁾、二相鋼に代表される力学特性向上を図るため複合組織化した材料²⁻⁵⁾では、強度差を持つ各相間の界面において変位の連続性を保つ必要性から、さらに著しい変形の不均一が現れる。このような変形の不均一は塑性変形を担う転位の蓄積や分布の状態を反映しており、マクロな力学特性の発現に密接に関連すると考えられる。そのため、変形後の材料について、透過電子顕微鏡法 (TEM) 等により転位構造を直接観察しミクロな変形組織の様相を明らかにすることは、材料全体の強度や延性の発現機構を議論する上で有効である。一方、材料の力学特性はマルチスケルな階層構造に依存するため、個々の転位レベルの微小領域における変形状態の把握に加え、結晶粒レベル、相レベルのメゾスコピックな視点により不均一変形の様相を把握することも、力学特性発現を議論するには必要である。

比較的マクロなスケールで塑性変形量の場所による変化を定量的に把握するには、これまで、表面加工や蒸着法等によりミリあるいはミクロンオーダーのマーキングを施す

手法が主であった。また、近年では、よりミクロなスケールで、材料表面が元々有する凹凸に対応した言わば「地形」を変形中に追跡する方法や⁶⁾、変形前後における結晶方位変化をSEM-EBSD法で捉えることにより局所変形量を見積もる方法等が検討されている^{7,8)}。しかし、従来のマーキング法では、昨今の材料の強度と延性に対する要請により結晶粒径が数ミクロンにまで微細化された材料について、その結晶粒内部の局所変形状況までを詳しく捉えることは困難である。また、後者のSEM-EBSDによる手法では、結晶方位差に基づくひずみの勾配は求まるものの、塑性変形量の絶対値を捉えることが出来ないため、降伏以降の塑性ひずみの絶対値を定量評価することは原理的に不可能である。これらに加えて、最近では、変形させた複合組織鋼に生じる異なる相間の応力分配を中性子回折を用いて実測する研究も進められている⁹⁾。これはそれぞれの相における格子ひずみを直接捉え弾性内部応力として評価する手法であり、これにより求められた応力分配状況は加工硬化挙動等のマクロな力学特性との関連において重要となるが、各相内部の局所的な応力分布やひずみ分布を得ることは難しい。

本研究では、サブミクロンオーダーの微小領域における

平成24年2月8日受付 平成24年3月19日受理 (Received on Feb. 8, 2012; Accepted on Mar. 19, 2012)

* 九州大学大学院生 (現: JFE スチール (株)) (Graduate Student, Kyushu University, Motooka 744 Nishi-ku Fukuoka 819-0395, now JFE Steel Corporation)

*2 九州大学大学院生 (Graduate Student, Kyushu University)

*3 九州大学大学院工学研究院 (Department of Materials Science and Engineering, Kyushu University)

*4 熊本大学大学院先導機構 (Priority Organization for Innovation and Excellence, Kumamoto University)

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

塑性変形量を直接的に捉えるため、電子線リソグラフィ¹⁰⁾を活用したマーキング作製手法^{11,12)}を採用した。リソグラフィ法は任意の形状の構造体を基板表面に作製できる一般的な手法であるが、その中でも電子線リソグラフィは数十nmまで極小化した構造体の構築を可能とする。本研究では、これにより、サブミクロンサイズの格子状マーカを試料表面に描画し、粒径数ミクロンの多結晶材料におけるひずみ分布を定量評価する手法の確立を目指した。観察にはフェライトとマルテンサイト二相鋼を用い、フェライト粒内部や、フェライト-マルテンサイト界面での不均質変形の様相を調べるとともに、これまで困難であったマルテンサイト自体の塑性変形状態も把握することを目的とした。

2. 実験方法

2・1 試料作製

Table 1に微細マーカ法に供した二相鋼の組成を示す。1473Kで24時間溶体化処理した供試鋼を一旦室温まで冷却した後、再度1473Kにて3600秒保持し、熱間圧延7パスにより厚さを27mmから3.6mmとした。この熱延板を表面研削して表層を除去し厚さ3.2mmにした後、冷間圧延により厚さ1.2mmとした。この冷延板を塩浴中で1073Kにて1800秒保持後に水冷し、フェライト-マルテンサイト二相とした後、再び塩浴中で673Kで1800秒焼戻しを施して引張試験のための供試材とした。二相組織状態を確認するため、焼入れままの試料の圧延面を手研磨により鏡面化し、1%ナイトールでエッチングし組織を現出させた。Fig.1は、供試鋼の初期組織を示す。母相フェライトは比較

Table 1. Chemical composition of the specimen employed.

(mass%)						
C	Si	Mn	P	S	Al	N
0.124	1.42	2.02	0.012	0.0012	0.035	0.0043

Fig. 1. SEM images obtained from the as-quenched specimen.

的暗く表面状態が平坦に見え、その中にわずかに凹凸を持つマルテンサイトが一樣に分散し、典型的な二相組織の様相を呈している。より広い視野の観察を元に組織分率を測定したところ、フェライトとマルテンサイトの面積率はそれぞれほぼ50%で、フェライトの平均粒径は約5μmであった。

2・2 微細マーカ付与プロセス

変形中の局所塑性ひずみ分布をサブミクロンの位置分解能を以て定量的に捉えるために、電子線リソグラフィにより試片表面に格子状の微細マーカを作製した。このプロセスの概略図をFig.2に示す。湿式研磨およびコロイダルシリカを用いたバフ研磨により平滑化した試験片表面に、電子線反応物質であるポジ型のレジストを回転塗布し (Fig.2 (a))、レジストに電子線を走査することでマーキング図形を描画した (Fig.2 (b))。電子線で感光したレジストを現像処理により除去し (Fig.2 (c))、試験片表面に金を蒸着した (Fig.2 (d))。最後に、有機溶媒中で超音波洗浄してレジストを除去 (リフトオフ) し、蒸着金属によるパターンを残した (Fig.2 (e))。このプロセス中、リフトオフが適正に行われるよう電子線感度の異なるレジスト2種類を用い、現像処理後に2層のレジストによるオーバーハング

Fig. 2. Schematic illustrations showing the process of drawing the precise marker by using electron beam lithography.

構造を形成させた¹³⁾。Fig.3に描画された微細マーカーのSEM像を示す。マーカーの形状は一边500nmの正方形格子状とし、線幅は70nm程度であった。このようなパターンをFig.4に示す小型引張試験片の平行部表面に500 μ m四方の領域にわたり8カ所(幅方向2, 引張軸方向4)描画し、この試験片を引張試験に供した。本研究では解析に要する時間の制約のため、試片中央部のマーカーの一部領域について解析を行った。

2・3 ひずみ解析法

リソグラフによるマーカー変位の計測は、試片平行部両端間距離(3.8mm)全体の変位量で約0.17mm(変形量Ⅰ)と0.31mm(変形量Ⅱ)との2回にわたって行った。表面マーカーの撮影は、それぞれ変形量まで引張変形後、一旦試験を中断し試験片を試験機から取り外してSEMを用いて行った。

本研究で用いた試験片形状は、上述のマーカー蒸着やそのSEM観察のためFig.4で示すようにやや特殊で、試験片平行部の幅に比してその長さが短い。このためその変形量は平行部においても場所によってかなり異なる。その状況を把握するため、ピッカース圧子を用いて試片平行部に試片軸方向に沿って約0.5mm間隔で9点の微小な圧痕を付し、8つの圧痕間距離の変化からその真ひずみを測定した。その結果、真ひずみ値最小となる試片端部の値と最大となる試片中央部の値とを比較すると、変形量Ⅰのときそれぞ

れ3.3%と5.5%とで約1.7倍、変形量Ⅱのとき5.2%と10.3%とで約2倍もの差が現れた。本研究で用いたリソグラフによる微細マーカーは、試片中央部に付されているため試片の中で最も大きなひずみ量の発生する領域のそれに対応する。このように本研究で用いた試片では、試片全体形状に由来してミリメートルオーダーの位置変化に対してひずみ量に大きな差が生ずるため、試片平行部全体(3.8mm)の伸び量から評価した平均ひずみの物理的意味はあまりなく、その値は試片中央部に付された微細マーカー領域(計測領域は0.1mm以下)の平均ひずみと大きく異なる。そこで以下ではリソグラフにより描いたマーカー領域中で実際にひずみ計測した四角形領域(試片軸方向に沿って118格子、試片幅方向に沿って144格子)の4つの頂点の座標値から、次に述べるGreen-Lagrange (G-L) ひずみ¹⁴⁾に基づく相当塑性ひずみを求め、それを計測領域全体の平均ひずみとして用いた。なお参考までに、引張試片軸方向に沿った118個の格子全体の長さ変化から単純に真ひずみを求めたところ、その値は変形量ⅠとⅡとでそれぞれ0.058, 0.117となった。

次にFig.3に示す500nm周期で配列する正方格子状マーカーの交点の変位より、各格子のひずみを算出する方法について述べる。ここで格子の交点の変位は以下の手順で求めた。まず変形前後の試験片について等しい倍率および解像度のSEM像を取得し、この像上で各格子の頂点に座標を付与した。次に、変形前後の2つのSEM像で対応させた同一の格子についてそれらの形状を比較し、各頂点のx, y方向(引張方向とそれに垂直な方向)への相対変位u, vを求めた。不連続な点ではなく連続した格子状図形をマーカーとして用いたことで、変形前後での同一格子頂点の位置を疑義なく追跡することが出来た。

本研究では、塑性ひずみの定義として変形に伴う剛体回転の影響を取り除いたひずみ量を評価するためにGreen-Lagrange ひずみを用いた。ただし、本手法では観察面垂直方向の変位の変化量を直接測定することができないため、観察面垂直方向変位を微分した項の2乗はゼロとした。その結果、Green-Lagrange ひずみのx方向とy方向の垂直ひずみ成分、およびxy方向のせん断ひずみ成分は次式となる。

$$\varepsilon_{xx} = \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{1}{2} \left(\left(\frac{\partial u}{\partial x} \right)^2 + \left(\frac{\partial v}{\partial x} \right)^2 \right) \dots\dots\dots (1a)$$

$$\varepsilon_{yy} = \frac{\partial v}{\partial y} + \frac{1}{2} \left(\left(\frac{\partial u}{\partial y} \right)^2 + \left(\frac{\partial v}{\partial y} \right)^2 \right) \dots\dots\dots (1b)$$

$$\gamma_{xy} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \right) + \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u}{\partial x} \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \frac{\partial v}{\partial y} \right) \dots\dots\dots (1c)$$

Fig. 3. SEM image of a grid-marker lithographed on the specimen surface by using electron beam.

Fig. 4. Specimen shape and size for lithography. The lithographed specimen is subjected to tensile tests and SEM analyses.

ここで $\frac{\partial u}{\partial x}$, $\frac{\partial v}{\partial y}$, $\frac{\partial v}{\partial x}$ および $\frac{\partial u}{\partial y}$ は、上記で得られた3つの頂点における変位 u , v を用いて、有限要素法における三角形要素のひずみ量を求める際と同様に、1次の内挿関数を用いて計算される。また本研究では、1つの格子は対角線の選び方により、三角形への分割が2通り存在するため、その両方の場合について2つの三角形それぞれから求めたひずみ量の相加平均を1つの格子における各ひずみ成分量と定義した。

ひずみ量を可視化するには次式に示すMisesの降伏関数に基づく相当塑性ひずみを用いた。

$$\epsilon_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3} (\epsilon_{xx}^2 + \epsilon_{yy}^2 + \epsilon_{zz}^2) + \frac{1}{3} (\gamma_{xy}^2 + \gamma_{yz}^2 + \gamma_{zx}^2)} \quad \cdots \cdots (2)$$

ここで、体積一定の条件より $\epsilon_{zz} = -\epsilon_{xx} - \epsilon_{yy}$ 、また測定面外せん断ひずみはゼロとし、次式により局所変形状態を評価した。

$$\epsilon_{eq} = \sqrt{\frac{4}{3} (\epsilon_{xx}^2 + \epsilon_{yy}^2 + \epsilon_{xx}\epsilon_{yy}) + \frac{1}{3} \gamma_{xy}^2} \quad \cdots \cdots (3)$$

先に述べた実際にひずみ計測した微細マーカ領域中の四角形領域 (118×144格子) の4つの頂点の座標値より求めた相当塑性ひずみは、変形量ⅠとⅡとでそれぞれ0.072, 0.137であった。以下では、それぞれの変形量の平均ひずみとして、これら2つの値を用いる。

また、表面にマーカを塗布してひずみ計測する場合、変位が観察面 (xy面) に平行にのみ生ずる変形であれば単純な2次元問題となり、マーカ格子の面積は一定に保存される。しかし現実には、表面凹凸が現れていることから分かるように、すべり方向が観察面に立った変形も起こっており、この場合マーカ格子の面積は保存されない。具体的に、計測した四角形領域 (118×144格子) の頂点の座標から、面積の変化の割合を評価した。その結果、変形量Ⅰ (相当塑性ひずみ0.072) の場合1.4%、変形量Ⅱ (相当塑性ひずみ, 0.137) の場合3.5%、いずれも増加していた。ただしこれらのマーカ格子の面積変化を伴った変形も、前述した $\epsilon_{zz} = -\epsilon_{xx} - \epsilon_{yy}$ の関係から、観察面垂直方向 (z軸) のひずみとして評価に繰り入れられている。すなわちマーカ格子 (xy面) の面積が増加していれば、奥行方向zの長さは減少したものとして ϵ_{zz} を通じて、それが相当塑性ひずみに加算されることになる。

3. 結果および考察

Fig.5 (a), (c) に、それぞれ変形量Ⅰ (相当塑性ひずみ0.072) 並びに変形量Ⅱ (相当塑性ひずみ0.137) まで引張変形後、SEM観察により得られた像を示す。引張方向は図の

水平方向に平行である。Fig.5 (b), (d) は、それぞれ図 (a), (c) で観察されたマーカ格子点変位より得られた相当塑性ひずみ分布である。Fig.5 (b), (d) の右のカラースケールは、図中の各色に対応した相当塑性ひずみの値を表す。Fig.5 (a), (c) のそれぞれ中央にクレーターのようにやや窪んだ領域が見られるが、ここにマルテンサイト相が位置し、その領域内部ではマーカの変位が小さくなっていることが分かる。事実、Fig.5 (b) に示される相当塑性ひずみ分布図ではマルテンサイト領域内部のひずみの値は0.1以下となっている。一方、マルテンサイトを取り囲むフェライト領域では、特にマルテンサイトと接する界面付近でマーカが大きく歪んでいる様子が見て取れるが、Fig.5 (b) 中のそれに対応した領域の一部ではひずみ0.4に達する箇所がある。変形量の増大したFig.5 (c) ではフェライトとマルテンサイトの界面近傍におけるマーカのゆがみはさらに顕著となり、フェライトにおける局所的なひずみの値は0.5にまで達することがわかる (Fig.5 (d))。これに対し、マルテンサイト内部の局所ひずみは最大でも0.2程度に留まっている。このように、500nm周期という微細な格子状マーカを試験片表面に付与することにより、二相の界面近傍の局所変形に加えて、各相の内部、特に、これまでの手法で把握することが困難だったマルテンサイト内部の変形の様相をも定量的に捉えることができる。

次に、より広範囲な塑性ひずみ分布の様相を把握するため、Fig.5の領域も含んだ比較的低倍率のSEM像と相当塑性ひずみ分布をFig.6に示す。Fig.6 (a), (c) は、約60×70 μm^2 (118×144格子) の領域から得られたそれぞれFig.5 (a), (c) と同じ変形量ⅠとⅡ (相当塑性ひずみ0.072並びに0.137) でのSEM像である。またFig.6 (b), (d) は、それらをそれぞれ定量化しカラーマップとした相当塑性ひずみ分布である。ここでも引張方向は図の水平方向と平行である。Fig.6 (a) のSEM像からは直接的に塑性ひずみ分布の様相を認識することは出来ないが、一方、それを定量化しカラーマップとしたFig.6 (b) では、局所ひずみ分布の傾向が明確に可視化されている。ここで、ひずみ値の大きな領域の多くはフェライトの異相界面近傍で発生しており、特に、引張方向と45度を成す最大せん断方向に沿った界面近傍で、選択的に大ひずみの見られる傾向がある。これを反映し、Fig.6 (b) では帯状の大ひずみ域が斜めに伸びている様子が示されている。変形の進んだFig.6 (c), (d) では、さらにそのような不均質性が発達し、表面の凹凸も顕在化して、異相界面の多くが浮き上がって観察される (Fig.6 (c))。Fig.6 (d) に示される相当塑性ひずみ分布では、その著しい変形の不均一性の発現に対応し、多くの箇所ではひずみ0.5に達する領域が現れている。また、これらの大きなひずみの現れている領域は、Fig.6 (b) において既に、大ひずみ領域として現れている。これは、複合組織鋼の不均一な塑性変形の様相は、初期組織に強く依存して、その異相界面を

Fig. 5. Enlarged SEM images of a grid-marker and strain mappings of the specimen deformed by 7.2% and 13.7% in equivalent strain: (a) and (c) are SEM images of the same area at the strains of 7.2% and 13.7%, respectively. Figs.(b) and (d) show the mappings of equivalent strains evaluated by the marker displacements observed in (a) and (c), respectively.

中心に持続的に顕在化していることを示唆している。

以上、引張変形に伴う相当塑性ひずみ分布の変化を2次元マップとして可視化してきたが、次にDP鋼を構成するフェライト、マルテンサイト各相が具体的にそれぞれ如何ほどの相当塑性ひずみを担っているかを定量的に比較する。このため、Fig.6 (a) 中の白点線で囲まれた領域に含まれる全てのマーカー格子について、ひずみ値の評価と同時に、個々のマーカー格子がいずれの相に属するかを判別した。これをもとに、横軸を各マーカー格子の相当塑性ひずみ (0.01 間隔)、縦軸をその相当塑性ひずみの値をとる頻度 (マーカー格子の数) として、ヒストグラムを作成した。ここで、フェライト領域、マルテンサイト領域に加えて、異相界面にあってその内部に両相をも含む領域については境界領域 (Boundary area) として別に表示した。境界領域の厚さはマーカー格子1つの大きさにほぼ対応し 500nm 程度である。

Fig.7 (a) はまず、変形量 I (相当塑性ひずみ 0.072) における相当塑性ひずみ分布を示す2次元マップである (Fig.6 (a) 中左端の白点線で囲まれた領域に対応)。次に Fig.7 (c) ~ (e) は、(a) の領域中に含まれるマルテンサイト領域、フェライト領域、そしてそれらの境界領域をそれぞれ区分して表した相当塑性ひずみの頻度を示すヒストグラムである。さらに Fig.7 (b) はそれらをすべて合わせた (a) の領域全体のマーカー格子のひずみの頻度分布を表している。いずれの領域においても、ひずみ値の頻度は低ひずみ域で急激に大きくなってピーク値を取り、その後ひずみ値の増加

Fig. 6. SEM images of a grid-marker and strain mappings of specimen deformed by 7.2% and 13.7%, showing the wide area including the area of Fig.5: Figs.(a) and (c) indicate the SEM images of the same area at the strains of 7.2% and 13.7%, respectively. Figs.(b) and (d) show the mappings of equivalent strains evaluated by the marker displacements observed in (a) and (c), respectively.

と伴になだらかに減少しており、グラフ全体は対数分布に近い様相を呈している。

ここで、測定に供した格子数は全領域では 5184 であり、フェライト、マルテンサイト、異相界面と判別した格子数は、それぞれ 1816、1928、1440 であった。各相の格子数はそれらの量比に応じてほぼ同量であるが、異相界面直上に位置した格子数も比較的多く、界面形状の複雑さを反映している。ひずみの平均値はフェライトが最も大きく 0.11 程度であるが、マルテンサイトも 0.04 程度の値を示し、フェライトの 40% 弱のひずみを担うことがわかる。その分布はフェライトでは平均値を中心にほぼ左右対称であるのに対して、マルテンサイトでは平均値以下の低ひずみ側に偏っている。フェライトにおける高ひずみ域へ及ぶひずみの分布状態は、Fig.5 や 6 に示したように、フェライトの異相界面近傍に大きなひずみが現れていることに対応する。一方、異相界面直上におけるひずみの平均値は 0.07 程度と両相の中間の値を示す。これは、すべての異相界面上で局所ひずみ値が大きいわけではないことに対応する。Ishikawa ら¹⁵⁾ は Voronoi 型単位セルモデルを用いた有限要素法解析によりフェライト-ベイナイト二相鋼の変形挙動を検討し、局所ひずみ分布はベイナイト量比や形状に依存するが、いずれも二相の界面直上においてひずみの極大が現れることを示した。一方、場所により異相界面上の局所ひずみがフェライト内部の値を下回る結果も同時に示されてお

り、これは本研究で実験的に明らかとなった局所ひずみ分布と対応する。異相界面直上における局所ひずみの大きさは界面の位置によって異なっており、その増減には応力軸に対する界面の向きが影響していると考えられる。また、界面近傍における大ひずみ領域の発現は、この領域で塑性変形勾配が発生したことを意味しGN転位の蓄積¹⁶⁾に対応する。

Fig.8は、Fig.7と同様の整理を、変形量Ⅱ（相当塑性ひずみ0.137）のマーカの変位について行ったもので、(a)はFig.8中の白点線内部のひずみ分布、(b)は測定領域全体について、(c)～(e)は各領域における相当塑性ひずみをヒストグラム表示したものである。(b)より全体のひずみ分布は高ひずみ側に大きく広がっており、これに伴い低ひ

ずみ域の頻度は低下していることがわかる。これに対応して、フェライト、マルテンサイトにおけるひずみもそれぞれ同様に増加している。特に、Fig.8(c)に示されるフェライトにおけるひずみ分布は変形量Ⅰ（相当塑性ひずみ0.072）の時に比べて高ひずみ側に大きく広がっており、その最大値は0.5に達していた。

Fig.7, 8に示した局所ひずみの平均値をまとめてFig.9に示す。図より各相および異相界面直上のひずみは変形量Ⅰから変形量Ⅱへの引張変形の増加とともに一様に増えており、特にフェライトにおけるひずみは変形量Ⅱにおいて約2.2倍の値を示す。この各相および異相界面が全体の変形に対してどの程度寄与しているかを示すため、測定領域全体に占めるフェライト相、マルテンサイトおよび異相界

Fig. 7. Equivalent plastic strains in each area of ferrite, martensite and boundary area at the average equivalent strain of 7.2%: (a) mapping of equivalent plastic strain. Figs.(b)-(e) show the histograms where the horizontal axis and vertical axis indicate the equivalent plastic strain and the number of grid elements having its equivalent plastic strain, respectively: (b) total area, (c) ferrite area, (d) martensite area, (e) boundary area including the interface between ferrite and martensite.

Fig. 8. Equivalent plastic strains in each area of ferrite, martensite and boundary area at the average equivalent strain of 13.7%: Figs. (a)-(e) indicate the same map and histograms as those shown in Fig.7.

面それぞれ各領域の変形への寄与をひずみの割合として示した結果がFig.10である。Fig.10において、フェライト相、マルテンサイト、異相界面のひずみ割合は、変形量Ⅰではそれぞれ0.53, 0.20, 0.27, また変形量Ⅱではそれぞれ0.54, 0.19, 0.27である。このように、これらの変形段階では、強化相であるマルテンサイトも、試料全体の塑性変形の20%を担っており、この結果は、硬質相の変形も塑性変形全体のひずみ量に大きく貢献していることを明確に示すものである。またFig.10において、変形量ⅠからⅡへと相当塑性ひずみが増大しても、これを担う各領域の相当塑性ひずみの割合はほぼ一定で変化していないことも興味深い。但し、これに関しては、本材料において変形量Ⅰ（相当塑性ひずみ0.072）以上のひずみを受けた変形段階は、応力—ひずみ曲線の上では既にその最高値、すなわち引張強さ、或いはそれ以降の変形後期に対応していることに注意せねば

Fig. 9. Average equivalent strains in each area of ferrite, martensite and boundary area at the total average equivalent strain of 7.2% and 13.7%.

Fig. 10. Strain of each region over strain of all region obtained from specimen strained by 7.2% and 13.7%. Contribution by each area of ferrite, martensite and boundary area to the total strain. The vertical axis indicates the ratio of equivalent strain of each to the total strain of all areas. Black bars and gray ones in the histogram indicate the strain ratio at 7.2% and 13.7%, respectively.

ならない¹⁷⁾。すなわち今回の解析結果は応力—歪み曲線後期の挙動であり、そこではマルテンサイト分率50%のDP鋼中のマルテンサイトの塑性変形への寄与は20%に達し、ほぼ一定になっているということである。

本研究では、降伏直後の変形初期から中期にわたるマーカー解析は、マーカー格子の変位量が小さいためより高精度の解析が必要になることもあり行っていない。しかしDP鋼の降伏段階ではまず、フェライト領域で塑性変形が開始するはずで、そこではマルテンサイトはまだ未変形である。その後、フェライトの塑性変形に伴いその相応力の助けも受けてマルテンサイトも降伏し、両相の変形が開始する。その後さらにマルテンサイトの変形の全体の変形に占める割合が増加しFig.10で示される変形量全体の20%に貢献するという数値に近づいていくと考えられる。

一般にマルテンサイトの変形初期の加工硬化率はフェライトのそれに比べて大きいことが知られており¹⁸⁾、そのため、マルテンサイトの塑性変形が開始した後も、一定の変形応力の増加に伴うマルテンサイトの塑性ひずみ増分はフェライトのそれに比べて小さいはずである。その結果、両相間の塑性ひずみ差の発生に起因した内部応力分配の拡大は、マルテンサイトが降伏後もしばらく持続するものと考えられる。そこでの塑性ひずみ分配や応力分配の過程は極めて興味深く、今後この微細マーカー解析法を駆使して、そのような変形初期の不均質変形の解析もしていかなければならない。

以上、本論文では、マルテンサイト相の分率50%のフェライト—マルテンサイト鋼を供試材として、微細マーカー法を用いた局所ひずみ分布の解析法そのものに重点を置いて述べてきた。現時点で、この手法で計測した塑性歪み分布はほぼ試料全体のそれを反映したものと考えているが、言うまでもなくマーカー法を用いて測定したひずみは、試料表面の平面応力状態の影響を受けたもので、材料内部における変形拘束条件の異なる塑性変形状態とは幾分相違する可能性がある。このため試料全体の塑性ひずみの分布状態や力学特性をより正確に議論するに当たっては、表面の影響を今後さらに検討する必要があるだろう。加えて、今後は、硬質相分率や形状の影響などの系統的な研究も必要であるし、またそれらの観測結果を数値シミュレーションと付き合わせていくことも重要であると考えられる。

4. 結言

材料の不均一な塑性変形状態を定量的に捉えるための手法として電子線リソグラフィを活用した微細マーカー法を開発し、これを用いてマルテンサイト分率50%のフェライト—マルテンサイト鋼における、引張変形に伴う不均質変形の様相を観察した。得られた結果は以下の通りである。

(1) 電子線リソグラフィにより、通常の表面研磨を施し

たDP鋼表面に金による幅約70nm, 500nm間隔の格子状の微細マーカーを比較的均一に付与することを可能とした。

(2) DP鋼の引張変形に伴った局所領域の塑性変形に追従する微細マーカーの変位をFE-SEMにより捉え、これを定量的に評価した。また、この変位を元に格子当たりの相当塑性ひずみを見積もることができた。

(3) 微細マーカー法によって、これまで定量的な評価の困難だったマルテンサイト内部における局所ひずみ分布を得ることができ、引張変形に伴い、マルテンサイト領域においても継続的に塑性ひずみ量が増大することが明らかとなった。

(4) 局所ひずみ分布図に比較的ひずみの大きな領域が引張方向に対して45度方向にバンド状に現れた。この大ひずみ領域は変形の進行に伴い、特にマルテンサイトとフェライトの界面近傍で顕著に発達する傾向が見られた。これはこの領域での塑性変形勾配の形成を意味し、両相の変形能の差を補償するGN転位の蓄積に寄与すると考えられる。

(5) 当研究での観察結果は、引張変形したときの応力-ひずみ曲線の頂点或いはそれ以降の変形後期の状況に対応するが、この段階では試片全体のひずみ量に対するマルテンサイトの塑性ひずみの割合は約20%に達し、その値は変形量が増してもほぼ一定し変化しなかった。

文 献

- 1) K.Higashida, J.Takamura and N.Narita: *Mater.Sci.Eng.*, **A81**(1986), 239.
- 2) K.Araki, Y.Takada and K.Nakaoka: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, **17**(1977), 710.
- 3) K.Hasegawa, K.Kawamura, T.Urabe and Y.Hosoya: *ISIJ Int.*, **44**(2004), 603.
- 4) S.Matsuoka, K.Hasegawa and Y.Tanaka: *JFE Tech. Rep.*, **10**(2007), 13.
- 5) Y.Toji, K.Hasegawa, K.Kawamura, H.Kawabe and H.Shigemoto: *Materia Jpn.*, **48**(2009), 129.
- 6) Z.H.He, M.A.Sutton, W.F.Ranson and W.H.Peters: *Exp.Mech.*, **24**(1984), 117.
- 7) A.J.Wilkinson: *Scr. Mater.*, **44**(2001), 2379.
- 8) M.Kamaya, A.J.Wilkinson and J.M.Titchmarsh: *INSS J.*, **11**(2004), 161.
- 9) Z.H.Cong, N.Jia, X.Sun, Y.Ren, J.Almer and Y.D.Wang: *Metall. Mater.Trans.* **40A**(2009), 1383.
- 10) R.F.W.Pease: *CONTEMP.PHYS.*, **22**(1981), 265.
- 11) T.Morikawa, Y.Mitani and K.Higashida: *Mater.Sci.Forum*, **638-642**(2010), 1574.
- 12) T.Morikawa, J.Hirotsu, Y.Mitani, K.Higashida, M.Yamasaki and Y.Kawamura: *J.Jpn.Soc.Heat Treat.*, **50**(2010), 200.
- 13) T.Ishii, H.Tanaka, E.Kuramochi and T.Tamamura: *Jpn.J.Appl.Phys.*, **37**(1998), 7202.
- 14) G.A.Holzappel: *Nonlinear Solid Mechanics, A Continuum Approach for Engineering*, John Wiley & Sons, England, (2000), 79.
- 15) N.Ishikawa, H.Sueyoshi, S.Endo and N.Shikanai: *Tetsu-to-Hagané*, **91**(2005), 809.
- 16) M.F.Ashby: *Philos. Mag.*, **21**(1970), 399.
- 17) H.Minami, K.Nakayama, T.Morikawa, K.Higashida, Y.Toji and K.Hasegawa: *Tetsu-to-Hagané*, **97**(2011), 493.
- 18) K.Nakashima, Y.Fujimura, T.Tsuchiyama and S.Takaki: *Key Eng. Mat.*, **345-346**(2007), 189.