



## 私の論文

今振り返ってみて、行間にこめた思い、エピソード

# マルチスケール不均一変形解析： 中Mn鋼のリューダース変形を例題に\*

Multi-scale Characterization of Deformation Heterogeneity:  
an Example of Lüders Deformation in a Medium Mn Steel

小山元道  
Motomichi Koyama

東北大学  
金属材料研究所  
准教授

### 1 はじめに

澤村論文賞を受賞した論文について、論文では記述されなかった背景や行間を述べる場をいただいた。前回に同様の機会をいただいたときの対象は、高Mn鋼をテーマとした論文であった。今回も中Mn鋼をテーマとした論文であり、私の研究活動がMn鋼によって支えられていることを改めて認識した次第である。澤村論文賞を受賞した論文のタイトルは「Hierarchical Deformation Heterogeneity during Lüders Band Propagation in an Fe-5Mn-0.1C Medium Mn Steel Clarified through *in situ* Scanning Electron Microscopy<sup>1)</sup> (後に和訳版も刊行<sup>2)</sup>)」である。ここで取り扱った中Mn鋼はFe-5Mn-0.1C (mass %) 鋼を冷間圧延した後に二相域焼鈍を施したもので、微細粒フェライトを主相として約20%の準安定オーステナイトを有する高延性高強度材料である。この中Mn鋼は他の鋼種とくらべて多様な不均一変形を呈し、かつそれらはマルチスケールな現象である。本論文はそれら不均一変形の中でもリューダース変形に注目し、複数の解析手法を組み合わせ、従来モデルに基づく検証をすることでその本性を明らかとした。この論文は、その前報<sup>3,4)</sup>の結論を引き継いで解析、考察されたものであるので、本稿では前報成果の紹介も含めて一連の研究の中で特に走査型電子顕微鏡を用いた解析の概略を紹介したい。

### 2 反射電子線観察と電子後方散乱回折によって見えるもの

リューダース変形とは、降伏直後に起こるサブmmスケールの局所変形集中領域の形成およびその伝播をとまなう不均一変形現象であり、炭素鋼や微細粒金属材料などでよく知られる。微細粒フェライトと準安定オーステナイトで構成される中Mn鋼<sup>5)</sup>のリューダース変形では、変形誘起マルテンサイト変態とミクロなひずみ分配が起こり、かつマクロに塑性変形の不連続性がある。ミクロなひずみ分配が起こった領域は、マクロな局所塑性変形の起源となり、不連続なリューダース帯の伝播を誘引する。そしてリューダース帯の発達は表面起伏を誘起し、変形誘起マルテンサイト変態を促進する。このように複数のマルチスケールな現象がリンクして局所変形が発展していくため、それぞれの解析に適した手法を選択する必要がある。特に塑性変形におけるミクロな不均一性とマクロな不連続性が共存する場合は「マクロな優先変形領域の中」の「特定組織のミクロ変形」を解析する必要があるので解析領域と解析手法の選択に特段の注意が必要である。

上記のリューダース変形の解析にあつて、反射電子線観察をまず適用した。反射電子線像は結晶方位や構造に依存したコントラストが現れるので、高倍率観察では微小なマルテンサイトや転位一本々々すらも観察できる<sup>6)</sup>。また、サブmmからmmスケールのマクロな観察に適用した場合は、塑性変形領域が格子欠陥密度の増大に対応して平均的に明るく現れ

\* [今回の対象論文]

小山元道, 山下享介, 諸岡聡, 楊志鵬, ラマ スリニヴァス バラナシ, 北條智彦, 川崎卓郎, ステファヌス ハルヨ: 「Hierarchical Deformation Heterogeneity during Lüders Band Propagation in an Fe-5Mn-0.1C Medium Mn Steel Clarified through *in situ* Scanning Electron Microscopy」, ISIJ International, Vol.62 (2022), No.10, pp.2043-2053, (2024年澤村論文賞表彰)

るため、優先変形領域を明瞭に特定することができる。反射電子線でミクロとマクロの不均一変形を同時観察するためには、表面起伏の存在が障害となる。このため、次の手順で実験を行った。

- ① 引張試験前に機械的に鏡面研磨をする。表面転位密度が高いと塑性ひずみ由来のコントラストが不明瞭になるので、鏡面研磨にはケモメカニカルに仕上げられるコロイダルシリカ (60 nm 粒子径) を用いる。このとき、反射電子線観察は表面の湾曲や被膜の影響に敏感なので電解研磨はしない。
- ② リューダース変形終了直前のマクロひずみで引張試験を停止し、表面起伏からリューダースフロントが試験片平行部に存在していることを確認する。
- ③ 表面起伏を機械研磨で除去する。このとき、表面起伏から確認したリューダースフロントの位置と実際の詳細観察位置に乖離が生まれないように粗い研磨を避ける。具体的には9  $\mu\text{m}$  ダイヤモンドスラリーから開始し、コロイダルシリカ仕上げとする。

この手順でマクロな反射電子線観察をした結果が Fig.1 (a) である。図中右側に上矢印で示されているように、リューダース変形領域のさらに前方に帯状の変形領域が明るいコントラストとして観察されている。つまり、リューダースフロ

ント形成の前駆現象として、数十  $\mu\text{m}$  スケールの帯状変形領域が形成する現象が起こっており、この帯状変形領域中のミクロ変形を解析する必要がある。

Fig.1 (b) は Fig.1 (a) 右部の四角でハイライトしてある局所領域の電子後方散乱回折 (EBSD) 解析で得た相マップであり、右半分は帯状変形領域を含んでいる。左半分のオーステナイト分率は初期オーステナイト分率にほぼ等しく 20% 程度であったのに対し、右半分の塑性変形領域では六方最密構造 (HCP) マルテンサイトを經由した体心立方晶 (BCC) または体心正方晶 (BCT) へのマルテンサイト変態が起こったためにオーステナイト分率が低下していた (本論文では以降 BCC マルテンサイトと呼称する。)。ここでは割愛するが、同視野の反射電子線像を観察することでマルテンサイトの形態も把握できた。さらに、マルテンサイト変態以外のミクロ変形様式として、転位すべりによる塑性変形が想定される。結晶構造変化を伴わない転位すべりの存在を明示するためにはいくつかの手法が考えられる。チャネリング条件に合わせた反射電子線像から転位一本々々を観察し、局所変形領域の転位密度を測定すること<sup>7,8)</sup> も一案であるが、マルテンサイトなどの影響で粒内方位勾配が大きいときには適用が難しい。代案は EBSD 測定から得られた結晶方位情報を用いることである。局所方位差に基づく指標として Kernel average

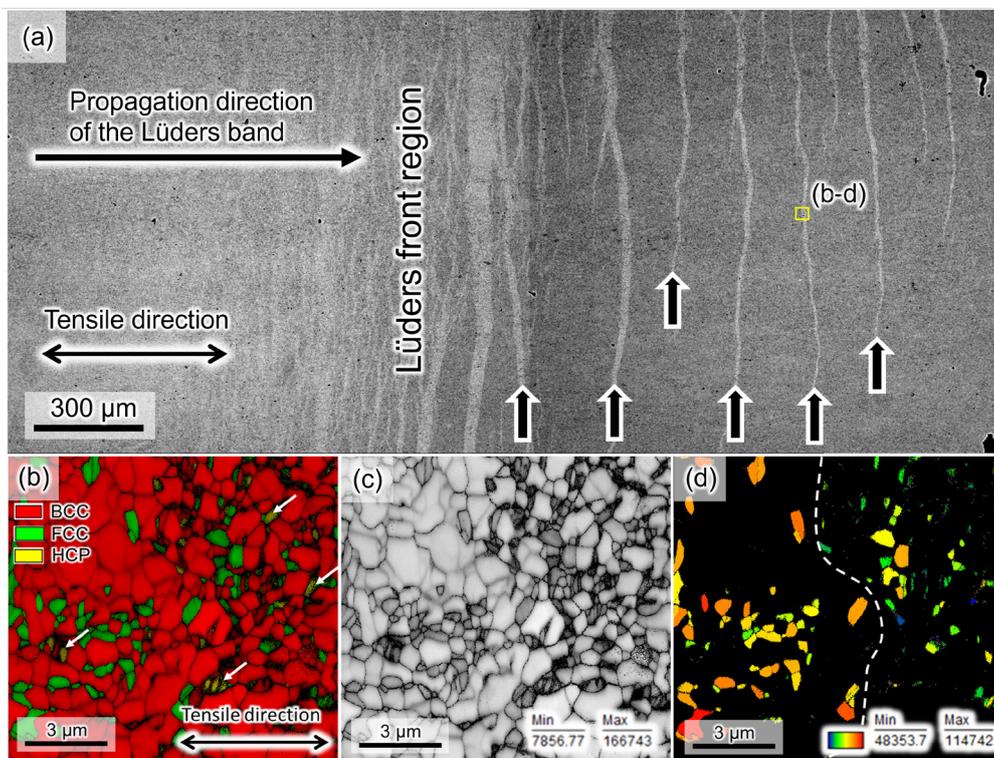


Fig.1 (a) Backscatter electron image showing the Lüders front. The black arrows in (a) indicate locally deformation region. (b) Phase (c) image quality, and (d) grain average image quality maps in the region highlighted in (a). The right parts of the images were locally deformed. These figures were reproduced from the reference<sup>3)</sup> with a permission from ISIJ. (Online version in color.)

misorientation、Grain reference orientation deviation、Grain orientation spreadなどが知られる<sup>9-11)</sup>が、これらはマルテンサイト変態の影響による有意な内部応力が発達している場合、特に変形初期におけるマイクロ塑性変形の定量的指標とはならない。同様に格子欠陥密度に依存する回折情報として、各測定点の結晶性に対応するImage quality (IQ) がある。しかし、IQ値は塑性変形に限らず、表面起伏や表面被膜など多様な因子に依存するため、適用の際は細心の注意が必要である。

Fig.1 (c) に示されるFig.1 (b) と同領域のIQマップではBCCマルテンサイトの領域が特に暗いコントラストとして現れている。ここで注目する点はマルテンサイト変態以外の塑性変形様式である。上述の通り、IQ値は様々な因子に依存するため、観察されたIQ値分布が塑性変形に由来したものであるかをあらかじめ確認する必要がある。第一に避けにくい因子が、電子線走査時に形成する試料表面上でのコンタミの影響である。このため、まず帯状変形領域から離れた領域(未変形領域)を対象に、焦点合わせ、EBSD測定前の二次電子線観察をFig.1 (b-d) と同等の手順で行い、同条件でEBSD測定をすることで、塑性変形が与えられていない領域のIQマップを得た。このとき、未変形領域での測定とFig.1 (c) の測定は連続して行っているため、真空度などの顕微鏡の状態に有意差はない。この結果、Fig.1 (c) のIQマップ左半分については、局所的にマルテンサイト変態が確認される部分を

除いて、未変形領域のIQ値分布とほぼ等しいことを確認した。よって、Fig.1 (c) では、未変形領域と変形領域のIQマップを同一測定で得られていることになり、そのIQ値の相対差からマイクロ塑性変形の有無を議論することができる。このIQマップの左右領域を比較すると、フェライト粒よりも未変態オーステナイト粒でコントラスト差が大きいことがわかる。オーステナイトのみを抽出して得た粒平均IQマップをFig.1 (d) に示す。この結果から、オーステナイト粒ではマルテンサイト変態だけでなく、転位すべり変形も主たる塑性変形様式として寄与していることを結論づけられた。

### 3 In-situ 反射電子線観察の有用性

前節の知見を基盤とし、*In-situ* 反射電子線観察をした結果をFig.2に示す。格子欠陥密度増大および表面起伏形成に由来して、*In-situ* 反射電子線観察でも塑性変形に対応したコントラストが現れる。まずは、

- (i) 帯状変形領域の伝播方向
- (ii) 帯状変形領域の発生、成長挙動
- (iii) 帯状変形領域の発達とリュードースフロントの伝播挙動の関係

の三点を明らかとすることを目的に、マクロ変形量の増大に伴うサブmmスケールの帯状変形領域の発達挙動を*In-*

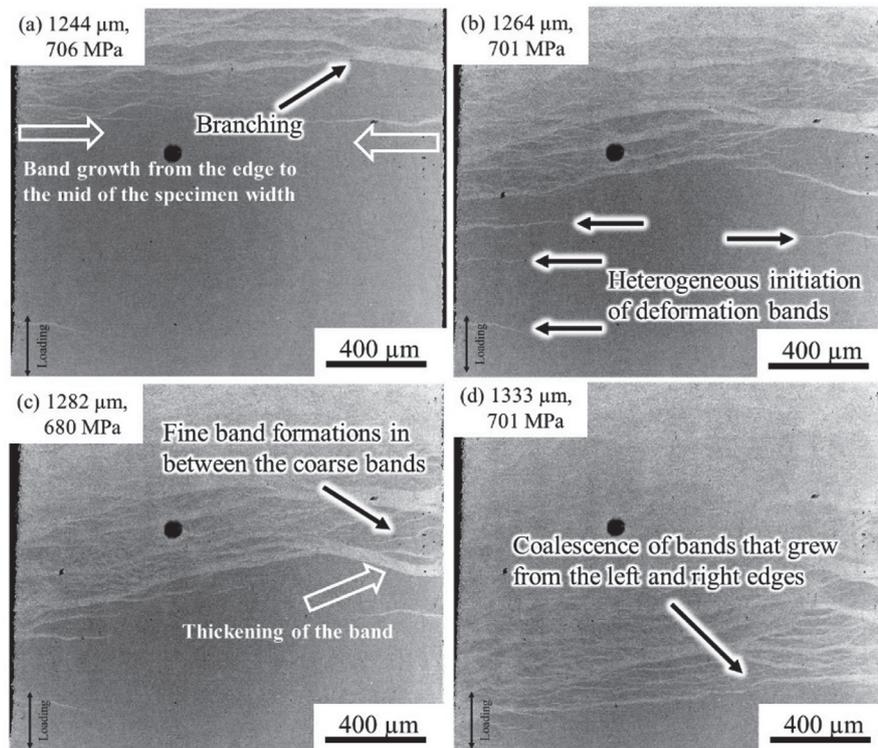


Fig.2 Backscatter electron images recorded in the Lüders deformation stage at the crosshead displacements of (a) 1244, (b) 1264, (c) 1282, (d) 1333  $\mu\text{m}$ . These figures were reproduced from the reference<sup>1)</sup> with a permission from ISIJ.

*situ* 観察した。リューダースフロントの伝播により進展するリューダース帯の成長過程では、微細な帯状変形領域が試験片の両側縁から不均一に形成し、試験片の中央部に向かって幅方向に成長する様子が観察された (Fig.2 (a, b))。マクロ変形量が増大すると帯状変形領域は屈曲や分岐を繰り返しながら長さや幅を増大させ (Fig.2 (c))、それら変形領域が合体することでリューダースフロントが伝播していた (Fig.2 (d))。これらのことから、帯状変形領域の形成は試験片側縁の局所強度と表面形状の不均一性に依存していることがわかる。Fig.1で示されたように、リューダース変形時にはオーステナイトが優先変形組織として作用するのでここで言及した強度とはオーステナイト粒の降伏強度を指す。

Ex-situ 観察およびマクロ *In-situ* 観察の結果より、リューダース変形は、①オーステナイト粒を起点とした局所変形が複数個所で起こり、②試験片幅方向に伝播、そして③その領域が拡大および合体することで進行することが明らかとなったので、その本質は幅方向への変形領域の伝播にある。このため、試験片の側縁からの帯状変形領域の成長についてより詳細に調査した。ここで注目すべき点は“帯状変形領域の幅方向への伝播は優先変形組織であるオーステナイトの変形だけで達成できるか”ということである。三次元で考えると一つの結晶粒は平均して14個の結晶粒に囲まれている<sup>12)</sup>。初期オーステナイト分率が約20%であるので、1つのオーステナイト粒は平均して3つの異なるオーステナイト粒に取り囲まれている。オーステナイト粒が隣接して存在すると、変形の起点となったオーステナイト粒から他のオーステナイト

粒へ伝播が可能であるので、この変形の連鎖が帯状変形領域の幅方向への伝播として観察される。しかし、局所的に低いオーステナイト相分率を想定すると、オーステナイト粒の優先変形とともに発達している変形帯の先端前方にフェライトの集団が存在しうる。つまりは、不連続な帯状変形領域の伝播が想定される。このような幅方向への変形伝播中の不連続性を観察するためには、よりマイクロかつ細かい変形ステップを刻んだ観察を必要とする。この観察を実現するため、まずはFig.2と同じスケールの *In-situ* 観察を行い、対象となる帯状変形領域を観察後、同倍率のマクロ観察とともにその成長端を拡大した画像も取得するマルチスケール *In-situ* 観察を行った。まず、低倍率観察において、Fig.3 (a) に示す位置まで帯状変形領域が発達したのち、一時的に成長が停止し、Fig.3 (b) に示すように再伝播を開始したことを確認した。再伝播が開始された領域の Fig.3 (a) および (b) に対応する高倍率画像を Fig.3 (c, d) にそれぞれ示す。Fig.3 (e) は、Fig.3 (d) に対応する領域の相マップである。この相マップは、極力表面起伏のみを除去するために、コロイダルシリカだけで研磨した後にEBSD測定をすることで得た。相マップ中の黒い部分は、EBSD解析でインデックスされなかった変形誘起マルテンサイトである。この結果より、帯状変形領域の伝播を阻害した領域はFig.3 (e) の破線で示すように、BCC結晶粒の集団であることがわかる。組織形態を考慮すると、BCC結晶粒群の大部分はフェライトである。つまり、フェライト粒の集団が帯状変形領域の成長の障害となり、これがマクロ *In-situ* 観察で見られた帯状変形領域の屈曲や分岐を

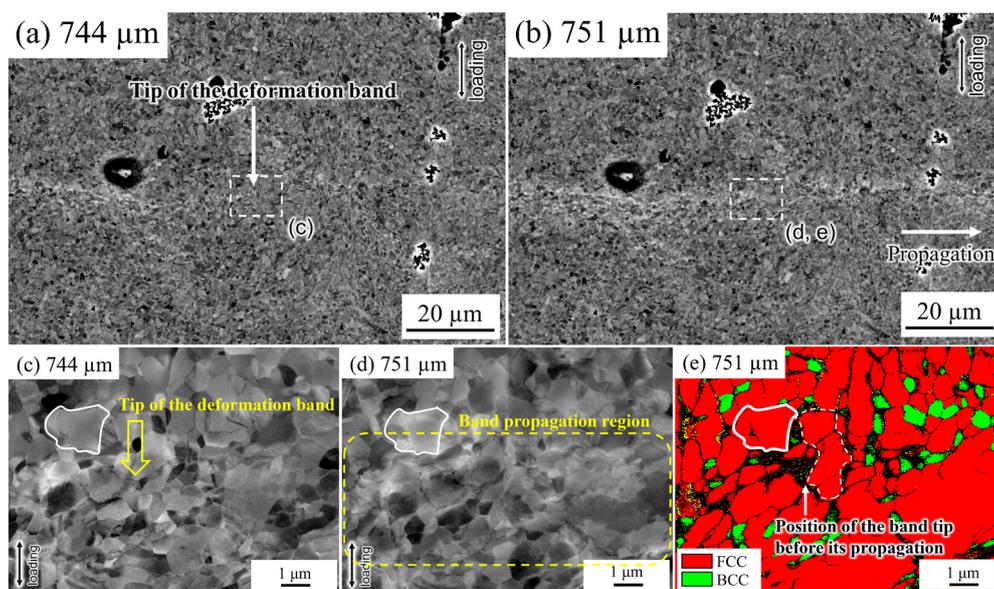


Fig.3 Discontinuous deformation band growth observed at the crosshead displacements of (a) 744 and (b) 751 μm. (c-e) show their magnifications and (e) the corresponding phase map. These figures were reproduced from the reference<sup>1)</sup> with a permission from ISIJ. (Online version in color.)

引き起こしていたと考える。換言すれば、中Mn鋼のリューダース帯伝播中における変形不均一性はオーステナイトの連結度に依存していることが明らかとなった。このように、反射電子線像を用いたマルチスケール *In-situ* 観察は、特定領域の局所変形プロセスを理解するために有効である。ところで、今回はオーステナイトに注目してマイクロ変形を解析したが、勿論、試料全体が変形するためにはフェライトの変形も不可欠である。特に、帯状変形領域の幅の増加や変形領域間の変形についてはフェライト塑性変形にも有意な寄与がある。しかし、このフェライトのマイクロ変形の理解にはここで紹介した解析だけでは不十分であり、その他の解析の助けが必要となるのでここでは割愛する。

## 4 終わりに

本稿では、走査型電子顕微鏡による解析に焦点を絞って論文内容を紹介した。反射電子線像やIQマップでは様々な因子でコントラストが現れるため、不均一塑性変形のような複雑現象を取り扱うときには複数の実験手法、解析法を組み合わせるその妥当性を検証することが必要である。ここでお示しした結果についても、論文中では走査型電子顕微鏡以外に中性子回折実験および画像相関法を組み合わせる解析されており、いずれの結果も相互に矛盾しないことが示されている。本解析の詳細およびそれらから得られた結論についてご興味を持っていただけた方は是非、論文本体<sup>1-4)</sup>をご一読いただきたい。また、本成果は日本鉄鋼協会「鉄鋼材料の不均一変形組織と力学特性」研究会で得られたものであることに言及したい。この研究会では研究グループの一つとして中Mn鋼グループが組み込まれ、メンバー間で連携し、中Mn鋼の不均一組織・変形に関わる様々な特徴を網羅的に明らかとした。中Mn鋼、引いては鉄鋼の不均一変形そのものに関心がある方は是非、この研究会の最終報告書もご参照いただければ幸いである。

最後に、本成果につながる様々な連携を通してご協力いただいた上述研究会の中Mn鋼グループのメンバーはもとより、中Mn鋼グループという稀有な場をご提供いただいた研究会主査の九州大学土山聡宏教授に改めて深謝いたします。

## 参考文献

- 1) M.Koyama, T.Yamashita, S.Morooka, Z.Yang, R.S.Varanasi, T.Hojo, T.Kawasaki and S.Harjo : ISIJ Int., 62 (2022), 2043. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2022-098>
- 2) 小山元道, 山下享介, 諸岡聡, 楊志鵬, ラマ スリニヴェス パラナシ, 北條智彦, 川崎卓郎, ステファヌス ハルヨ : 鉄と鋼, 110 (2024), 205.
- 3) M.Koyama, T.Yamashita, S.Morooka, T.Sawaguchi, Z.Yang, T.Hojo, T.Kawasaki and S.Harjo : ISIJ Int., 62 (2022) 2036. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2021-510>
- 4) 小山元道, 山下享介, 諸岡聡, 澤口孝宏, 楊志鵬, 北條智彦, 川崎卓郎, ステファヌス ハルヨ : 鉄と鋼, 110 (2024), 197. <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2023-038>
- 5) Y.K.Lee and J.Han : Mater. Sci. Technol., 31 (2015), 843. <https://doi.org/10.1179/1743284714Y.0000000722>
- 6) S.Zaefferer and N.N.Elhami : Acta Mater., 75 (2014), 20. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.04.018>
- 7) I.Gutierrez-Urrutia and D.Raabe : Scr. Mater., 66 (2012), 343.
- 8) 青木佑真, 小山元道, 田中将己 : 日本金属学会誌, 87 (2023), 309. <https://doi.org/10.2320/jinstmet.J2023022>
- 9) 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. <https://doi.org/10.2320/jinstmet.74.467>
- 10) S.I.Wright, M.M.Nowell and D.P.Field : Microsc. Microanal., 17 (2011), 316. <https://doi.org/10.1017/S1431927611000055>
- 11) 柿本亮平, 小山元道, 津崎兼彰 : 鉄と鋼, 105 (2019), 100. <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2018-072>
- 12) G.Gottstein : Physical Foundations of Materials Science, Springer, Berlin Heidelberg, Heidelberg, (2004), 197.

(2024年2月14日受付)