

博士論文

急速温間オースフォームによる
低合金中炭素鋼マルテンサイトの
転位強化・形態強化手法の構築

仁保隆嘉

目次

第 1 章	序論	1
1.1	研究背景	2
1.1.1	鉄鋼素材に対する社会的要請	2
1.1.2	高い硬度を有する素材としての低合金中炭素鋼の重要性	3
1.1.3	マルテンサイトの結晶学 ～無拡散変態・マルテンサイトバリエーション・ベイングループ・ブロック	4
1.1.4	マルテンサイト生成における急冷の必要性 ～焼入れ	10
1.2	中炭素鋼のマルテンサイトに関する先行研究とその問題点	12
1.3	マルテンサイトの強化手法に関する先行研究とその問題点	14
1.4	低合金中炭素鋼マルテンサイトの強化手法としてのオースフォームの可能性	17
1.5	本研究の目的	20
1.6	本論文の構成	21
第 2 章	急速温間オースフォームのプロセス条件およびマルテンサイトの強化機構に関する仮説	23
2.1	本章の目的と構成	24
2.2	オーステナイトの塑性変形とマルテンサイト変態時の圧縮応力がマルテンサイトに与える影響	25
2.2.1	オーステナイトの塑性変形の影響	25
2.2.2	マルテンサイト変態時の圧縮応力の影響	26
2.3	急速温間オースフォームのプロセス条件に関する仮説	27
2.3.1	プロセスを短時間化することでフルマルテンサイト組織を作ることができるという仮説	27
2.3.2	焼入れ時の圧縮応力はマルテンサイトの硬度に影響を与えないという仮説	29
2.4	急速温間オースフォームのマルテンサイトの強化機構に関する仮説	30
2.4.1	マルテンサイトが転位強化されるという仮説	30
2.4.2	マルテンサイトが形態強化されるという仮説	32
第 3 章	中炭素鋼における高硬度なマルテンサイトの組織形態の提案 ～粗大なバタフラ	

	イマルテンサイトを排除すべき理由	34
3.1	緒言	35
	3.1.1 本章の構成	35
	3.1.2 先行研究	36
	3.1.3 本章の目的	37
3.2	組織観察および硬度測定を行うための試料の作製方法	38
3.3	ラスマルテンサイトとバタフライマルテンサイトの硬度測定	39
	3.3.1 測定方法	39
	3.3.2 硬度測定の結果と考察	40
3.4	ラスマルテンサイトとバタフライマルテンサイトの炭素濃度測定	44
	3.4.1 測定方法	44
	3.4.2 炭素濃度測定の結果と考察	45
3.5	ラスマルテンサイトとバタフライマルテンサイトの転位密度測定	47
	3.5.1 測定方法	47
	3.5.2 転位密度測定の結果と考察	48
3.6	粗大なバタフライマルテンサイトがラスマルマルテンサイトに比べて、粗大であることに起因して柔らかいことの確認	51
3.7	高い硬度を有するマルテンサイトの組織形態の提案	52
3.8	バタフライマルテンサイト内部での双晶の積層方向の調査	53
	3.8.1 組織観察および結晶方位の測定方法	53
	3.8.2 EBSD の測定データを用いたバタフライマルテンサイト内部の双晶の積層方向の特定手法	54
	3.8.2.1 提案手法の概念	54
	3.8.2.2 本手法に必要な数学 ～マルテンサイト変態の現象論	57
	3.8.2.3 EBSD の測定データを用いた双晶の積層方向の推定方法	59
	3.8.3 バタフライマルテンサイト内部での双晶の積層方向の観察結果と考察	61
	3.8.4 EBSD の測定データを用いた双晶の積層方向の推定結果	64
	3.8.5 双晶の積層方向の調査に関する補足	69
3.9	3章のまとめ	70
第4章	平金型を用いた1軸圧縮試験による急速温間オースフォームの有効性の検証 ～急速温間オースフォームでマルテンサイトを転位強化・形態強化する	71
4.1	本章の目的と構成	72
	4.1.1 本章の目的	72
	4.1.2 本章の構成	73
4.2	組織評価方法の整理	74
4.3	試料作製方法および評価方法	77

4.3.1	プロセスの時間的制約とマルテンサイトの強化機構を調査するための試料	77
4.3.2	オーステナイト粒径と結晶欠陥密度がプロセスの時間的制約に与える影響を調査するための試料	78
4.3.3	焼入れ時の圧縮応力の影響を調査するための試料	80
4.3.4	実験時に測定するデータ	81
4.3.5	組織観察および硬度測定方法	84
4.3.6	圧縮加工された試験片内部のひずみ分布の推定	85
4.4	急速温間オースフォームのプロセス条件の解明	88
4.4.1	プロセスの基準条件	88
4.4.2	オーステナイトの結晶粒径や結晶欠陥の密度がプロセス条件に与える影響	92
4.5	急速温間オースフォームでマルテンサイトの硬度が増加することの確認	97
4.6	マルテンサイトが転位強化されることの確認	98
4.7	マルテンサイトが形態強化されることの確認	100
4.7.1	マルテンサイトの組織形態の変化	100
4.7.2	マルテンサイト組織の下部構造の観察	102
4.7.3	マルテンサイトのブロック幅の測定	104
4.7.4	形態強化メカニズムの推定	106
4.8	焼入れ時の圧縮応力はマルテンサイトの硬度に影響を与えないことの確認	110
4.8.1	熱加工履歴および形成した組織の確認	110
4.8.2	マルテンサイトのバリエーションおよびベイニンググループの特定方法	112
4.8.3	マルテンサイトの硬度およびブロック幅の測定結果	114
4.8.4	マルテンサイトのバリエーションの生成傾向の調査結果と考察	116
4.8.5	マルテンサイトのベイニンググループの生成傾向の調査結果と考察	121
4.9	焼き戻しに伴うマルテンサイトの硬度変化	123
4.10	4章のまとめ	126
第5章	凸金型を用いた1軸圧縮試験による急速温間オースフォームの有効性の検証 ～ 平金型で確認した有効性を凸金型で確認する	127
5.1	凸金型を用いた検証の必要性	128
5.1.1	転位論的観点から考えた凸金型を用いた検証の必要性	128
5.1.2	現実の鍛造現象に注目して考えた凸金型を用いた検証の必要性	129
5.2	凸金型の設計	131
5.2.1	金型形状の制約条件	131
5.2.2	凸部形状の検討	132
5.2.3	金型の全体形状の検討	133
5.2.4	凸金型で圧縮加工した場合のひずみ分布の解析	134
5.3	凸金型を用いた急速温間オースフォーム実験	137

5.3.1	実験方法	137
5.3.2	組織観察および硬度測定方法	138
5.3.3	結果と考察	139
5.4	5章のまとめ	143
第6章	まとめと展望	144
6.1	本研究のまとめ	145
6.2	今後の展望	147
	参考文献	150
	謝辞	158
	研究業績	160

目次

1.1	アルミニウムと鉄鋼の各種組織の硬度.	2
1.2	(a) 面心立方格子と体心立方格子の格子対応. (b) 体心立方格子と体心正方格子.	5
1.3	マルテンサイト変態における格子不変変形の様式. (a) 双晶変形. (b) すべり変形.	6
1.4	オーステナイトとマルテンサイトの結晶方位関係の模式図.	6
1.5	オーステナイトの 001 標準投影図に示した, K-S 関係の 24 通りのバリエント.	7
1.6	ひとつのオーステナイト粒内における K-S バリエントの分布. (a) バリエントマップにおける, 各バリエントと色の対応関係. (b) バリエントマップ.	8
1.7	マルテンサイトのベイングループの模式図.	8
1.8	ひとつのオーステナイト粒内におけるベイングループの分布. (a) ベイングループマップにおける, 各ベイングループと色の対応関係. (b) ベイングループマップ.	8
1.9	マルテンサイトの階層構造の模式図.	9
1.10	一定組成のオーステナイトとマルテンサイトの自由エネルギーと温度の関係.	10
1.11	一般的な焼入れ部品の製造工程.	11
1.12	鉄合金に生成するマルテンサイトの特徴.	13
1.13	ひとつのオーステナイト粒内に形成する中炭素鋼のマルテンサイト組織の模式図.	13
1.14	多結晶金属組織の強化機構.	15
1.15	母材強度に対する各種強化機構の作用の概念図. 強度が向上する場合を正とする.	15
1.16	マルテンサイトの強化を目的とした各種加工熱処理プロセスの概念図.	16
1.17	オースフォームの熱加工履歴の概念図.	19
1.18	急速温間オースフォームを実際の部品の製造に適用した場合の例.	19
1.19	低合金中炭素鋼のマルテンサイトの転位強化・形態強化の概念図.	19
1.20	本論文の構成.	22
2.1	転位壁やマイクロバンドに沿ってマルテンサイトが生成する模式図.	25

2.2	マルテンサイト変態における，結晶格子の膨張と収縮．z 方向には 20% 程度の収縮，x 方向と y 方向には 12% 程度の膨張が起こる．実際には，さらに結晶格子の回転とせん断変形が起こる．	26
2.3	急速温間オースフォームのプロセス設計の考え方．	28
2.4	塑性加工されたオーステナイトに生じた結晶欠陥の模式図．	31
2.5	オーステナイト粒の内部に生成したレンズマルテンサイトの模式図．	33
3.1	(a) 誘導加熱コイル，冷却ユニットの配置図，(b) 実験時の装置および試験片の様子．	38
3.2	硬度測定の場合．(a) バタフライマルテンサイトを含む領域の SPM 像．(b) バタフライマルテンサイトの位置を記入した画像．(c) 硬度測定を行ったあとの同視野の SPM 像．	41
3.3	(a) バタフライマルテンサイト内部の領域の定義．(b) バタフライマルテンサイト内部の硬度分布． μ と σ はそれぞれ平均値と標準偏差を意味する．	42
3.4	ラスマルテンサイトの領域とバタフライマルテンサイトの領域の硬度測定結果．	42
3.5	マルテンサイトブロックと，ナノインデンタの圧子の大小関係の模式図．(a) ラスマルテンサイトブロック．(b) バタフライマルテンサイトブロック．	43
3.6	炭素濃度の測定結果．(a) 対象とする領域の IQ マップ．(b) IQ マップと同視野の SEM 像．(c) IQ マップに情報を記入した画像．画像において，BM はバタフライマルテンサイトを示す． P_S は炭素濃度を測定した位置を示す．また，炭素濃度の測定位置は，説明のために左から番号を振っている．	45
3.7	ラスマルテンサイトの領域とバタフライマルテンサイトの領域においてそれぞれ測定した発光スペクトルの例．(a) 全エネルギー範囲，(b) 炭素に起因するスペクトルを含む範囲．なお，ラスマルテンサイトの領域のスペクトルは図 3.6 の地点 3，バタフライマルテンサイトの領域のスペクトルは地点 7 のもの．	46
3.8	ラスマルテンサイトの領域とバタフライマルテンサイトの領域の，炭素に起因する発光スペクトルの積分結果．	46
3.9	TEM を用いた転位密度の測定結果．(a) バタフライマルテンサイトとラスマルテンサイトを含む領域の STEM 像．(b) STEM 像にマルテンサイトの位置や高倍観察時の視野を記入した画像．BM と LM はそれぞれバタフライマルテンサイトとラスマルテンサイトを意味する．(c) 視野 A1 の STEM 像．(d) 視野 A2 の STEM 像．図 (c)(b) 内部の矢印は転位を示す．	50
3.10	バタフライマルテンサイト内部の双晶の積層方向の分類．HP と TP はそれぞれ，晶癖面と双晶面を意味する．実際の晶癖面には局所的なゆがみなどが存在するため，平均的なものであることを示すために “” を付けている．	55

3.11	本研究で観察した、低合金中炭素鋼のマルテンサイト組織。LMとBMは、それぞれラスマルテンサイトとバタフライマルテンサイトを意味する。(a)光学顕微鏡像、(b)(c)(d)SIM像。	56
3.12	PTMCにしたがって、マルテンサイト変態の行列表現を求めるための操作。(a)結晶格子を用いて示したベイン変形の模式図。(b)単位球を用いて示したベイン変形の模式図。(c)単位球を用いて示した剪断変形の模式図。	58
3.13	ひとつのオーステナイト粒から生成したマルテンサイトをEBSD測定した際の001極点図(a)と、それに合わせて理論的に算出したK-Sバリエントの投影図(b)。	59
3.14	空間内での2つのベクトルのなす角と、それをある平面に投影した際の角度。	60
3.15	バタフライマルテンサイトのTEM観察結果。(a)明視野像。(b)明視野像に拡大時の視野などを記入した画像。(c)視野A1の中心付近のP1点で取得した電子回折図形で、(d)と(e)はそれぞれ、スポット1およびスポット2を用いた暗視野像。(f)視野A2の明視野像。(g)視野A2内のP2点で取得した電子回折図形。(h)注目したバタフライマルテンサイト内部での双晶の積層方向の模式図。	62
3.16	バタフライマルテンサイトのTEM観察結果。(a)明視野像。(b)明視野像にいくつかの情報を記入した画像(b)。(c)視野A1の明視野像。(d)視野A2の明視野像。(e)注目したバタフライマルテンサイト内部での双晶の積層方向の模式図。	63
3.17	バタフライマルテンサイトのEBSD測定結果とその解析結果。(a)IQマップ。(b)IQマップにバタフライマルテンサイトの位置とバリエントを記入した画像。(c)観察範囲の実測の極投影図。(d)観察範囲の計算上の極投影図。	65
3.18	バタフライマルテンサイトのEBSD測定結果とその解析結果。IQマップ(a)。(b)IQマップにバタフライマルテンサイトの位置とバリエントを記入した画像。(c)観察範囲の実測の極投影図。(d)観察範囲の計算上の極投影図。	66
4.1	各種観察方法で取得できる代表的な組織の画像。Bはベイナイト、Mはマルテンサイト、BMはバタフライマルテンサイト、LMはラスマルテンサイトを意味する。(a)(b)ナイタルエッチングした組織の光学顕微鏡像。EBSDの測定データを解析して作成した(c)IQマップ、(d)粒界マップ、(e)KAMマップ。EBSDの測定データを解析して作成した、(f)バリエントマップと、(g)ベイングループマップ。(h)透過型電子顕微鏡の明視野像。(i)電子回折図形。	75
4.2	プロセスの時間的制約、およびマルテンサイトの強化機構を調査する実験の熱加工履歴。	77
4.3	(a)オーステナイト粒径とフェライト変態の潜伏時間の関係を調査するための熱履歴。(b)オーステナイト粒径および結晶欠陥と、フェライト変態の潜伏時間の関係を調査するための熱履歴。(c)オーステナイト粒径および温間加工と、ベイナイト変態の潜伏期間を調査するための熱履歴。	79

4.4	焼入れ時の圧縮応力がマルテンサイトの硬度に与える影響を調査する実験の熱加工履歴.	80
4.5	試験片温度と金型押込量の時間変化. (a) 無圧縮かつ保持時間 2s の場合. (b) ひずみ速度 0.5s^{-1} かつ 50% 圧縮かつ保持時間 1s の場合. (c) ひずみ速度 5s^{-1} かつ 50% 圧縮かつ保持時間 0s の場合. (d) ひずみ速度 10s^{-1} かつ 50% 圧縮かつ保持時間 0s の場合.	82
4.6	ひずみ速度 10s^{-1} で圧縮する場合の, 圧縮率ごとの金型位置の時間変化.	82
4.7	平金型で圧縮された試験片.	83
4.8	ひずみ速度 10s^{-1} で 50% 圧縮する場合の, 軸応力-ひずみの関係.	83
4.9	(a) 解析で用いる軸対称モデル, (b) 解析メッシュおよび境界条件.	86
4.10	(a) 実験結果および摩擦係数を変化させたときの試験片の外形変化. (b) 解析における, 摩擦係数と上面-中央部径比率の関係.	86
4.11	圧縮された試験片内部のひずみ分布の解析結果. (a)10% 圧縮, (b)30% 圧縮, (b)50% 圧縮.	87
4.12	いくつかのオースフォーム条件で形成した組織の光学顕微鏡像. 図において, B, M はそれぞれベイナイトとマルテンサイトを意味する. (a) $r_c = 0\%$ かつ $t_h = 2\text{s}$, (b) $r_c = 0\%$ かつ $t_h = 30\text{s}$, (c) $r_c = 50\%$ かつ $\dot{\epsilon} = 10\text{s}^{-1}$ かつ $t_h = 1\text{s}$, (d) $r_c = 50\%$ かつ $\dot{\epsilon} = 10\text{s}^{-1}$ かつ $t_h = 0\text{s}$, (e) $r_c = 50\%$ かつ $\dot{\epsilon} = 0.5\text{s}^{-1}$ かつ $t_h = 0\text{s}$, (f) $r_c = 50\%$ かつ $\dot{\epsilon} = 5\text{s}^{-1}$ かつ $t_h = 0\text{s}$	90
4.13	$r_c = 50\%$ かつ $\dot{\epsilon} = 10\text{s}^{-1}$ かつ $t_h = 0\text{s}$ の条件で圧縮した試験片に形成した組織の, 半径方向の連続写真. 5% ナイタルエッチングした組織の光学顕微鏡像. F, B, M はそれぞれフェライト, ベイナイト, マルテンサイトを意味する.	91
4.14	保持時間が 0s の場合の, 圧縮率とひずみ速度と組織の関係. フルマルテンサイトが形成する場合に “*” を付けた. 横軸は, 試験片の圧縮率と, 組織観察を行った地点の塑性ひずみの両方を記載した.	91
4.15	異なるオーステナイト粒径の試験片を窒素ガスで冷却した際の冷却曲線.	93
4.16	オーステナイト粒径がフェライト変態の潜伏時間に与える影響の調査において形成した組織. 5% ナイタルエッチングした組織の光学顕微鏡像. 図内の F と M はそれぞれ, フェライト (パーライト) とマルテンサイトを意味する. (a) $d = 30\mu\text{m}$ かつ $r_{co} = 60\text{K/s}$ の場合. (b) $d = 30\mu\text{m}$ かつ $r_{co} = 100\text{K/s}$ の場合. (c) $d = 140\mu\text{m}$ かつ $r_{co} = 30\text{K/s}$ の場合. (d) $d = 140\mu\text{m}$ かつ $r_{co} = 70\text{K/s}$ の場合.	94

4.17	オーステナイト粒径と結晶欠陥の密度がフェライト変態の潜伏時間に与える影響の調査において形成した組織. 5% ナイタルエッチングした組織の光学顕微鏡像. 図内の F と M はそれぞれ, フェライト (パーライト) とマルテンサイトを意味する. (a) $d = 30 \mu\text{m}$ かつ $r_{\text{co}} = 60 \text{ K/s}$ の場合. (b) $d = 30 \mu\text{m}$ かつ $r_{\text{co}} = 80 \text{ K/s}$ の場合. (c) $d = 140 \mu\text{m}$ かつ $r_{\text{co}} = 60 \text{ K/s}$ の場合. (d) $d = 140 \mu\text{m}$ かつ $r_{\text{co}} = 80 \text{ K/s}$ の場合.	95
4.18	オーステナイト粒径および温間加工と, ベイナイト変態の潜伏期間の関係の調査において形成した組織. 5% ナイタルエッチングした組織の光学顕微鏡像. 図内の B_g , B_i と M はそれぞれ, オーステナイト粒界に形成したベイナイト, 粒内に形成したベイナイト, マルテンサイトを意味する. (a) $d = 30 \mu\text{m}$ かつ $t_h = 0 \text{ s}$ の場合. (b) $d = 30 \mu\text{m}$ かつ $t_h = 0.1 \text{ s}$ の場合. (c) $d = 140 \mu\text{m}$ かつ $t_h = 0 \text{ s}$ の場合. (d) $d = 140 \mu\text{m}$ かつ $t_h = 0.1 \text{ s}$ の場合.	96
4.19	温間加工時の試験片の温度変化. (a) $d = 30 \mu\text{m}$ の場合, (b) $d = 140 \mu\text{m}$ の場合.	96
4.20	ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で形成したフルマルテンサイト組織の, 圧縮率と硬度の関係. 横軸は, 試験片の圧縮率と, 硬度測定を行った領域の塑性ひずみの両方を記載した.	97
4.21	(a) 無圧縮の試験片に形成したマルテンサイトの KAM マップ. (b) ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で 50% 圧縮された試験片に形成したマルテンサイト組織の KAM マップ. 破線の丸印は, ブロック内部に相当する領域の例を示す.	98
4.22	ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で圧縮された試験片に形成したマルテンサイト組織の, 圧縮率ごとの KAM 値の分布.	99
4.23	ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で形成したマルテンサイト組織の, 圧縮率ごとのブロック内部の KAM 値. 横軸は, 試験片の圧縮率と, KAM 値測定を行った領域の塑性ひずみの両方を記載した.	99
4.24	ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で圧縮した試験片に形成したマルテンサイト組織の, 各圧縮率での代表的なマルテンサイト組織. 図は EBSD 測定時の IQ マップで, LM と BM はそれぞれラスマルテンサイトとバタフライマルテンサイトを意味する. (a) 無圧縮, (b)10% 圧縮, (c)30% 圧縮, (d)50% 圧縮.	101
4.25	TEM 観察結果. BM はバタフライマルテンサイトを意味する. (a) 無圧縮の試料に生成した粗大なバタフライマルテンサイトを含む明視野像. (b) ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で 50% 圧縮された試料に形成したマルテンサイト組織のなかで, 小さな 2 枚羽形状の領域を含む組織の明視野像. (c) 領域 A1 中心部で測定した電子回折図形と, スポット S1 を用いた暗視野像.	103
4.26	ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で圧縮されたマルテンサイト組織の EBSD 測定結果. 無圧縮の組織の IQ マップ (a) と粒界マップ (b). 50% 圧縮された組織の IQ マップ (c) と粒界マップ (d).	105

4.27	ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で形成したフルマルテンサイト組織の、圧縮率とブロック幅の関係。横軸は、試験片の圧縮率と、ブロック幅を測定した領域の塑性ひずみの両方を記載した。	105
4.28	圧縮方向に垂直な面における、旧オーステナイト粒の特定結果の例。(a) 無加工の場合。(b)50% 圧縮加工の場合。	107
4.29	旧オーステナイト粒サイズの変化。	107
4.30	試験片形状と金型位置による、冷媒の当たり方の差。	108
4.31	(a) 加工後の温間保持で形成したフルベイナイト組織。5% ナイタルエッチングした組織の光学顕微鏡像。(b) 熱間加工後の回復によって、粗大なマルテンサイトが形成した組織。EBSD 測定時の IQ マップ。(c) 急速温間オースフォームで微細化したマルテンサイト組織。EBSD 測定時の IQ マップ。	108
4.32	焼入れ時の冷却曲線。 M_S および M_f はそれぞれ無加工の場合のマルテンサイト変態開始および終了温度 [97] [16]。 M'_S は 50% の圧縮加工を受けた場合のマルテンサイト変態開始温度 [92] で、470–520 K の範囲の高温側を示した。	109
4.33	熱加工履歴。応力なしの条件について、圧縮開始などのタイミングを示す。 . . .	110
4.34	形成した組織を 5% ナイタル液でエッチングした組織の光学顕微鏡像。M と B はそれぞれ、マルテンサイトとベイナイトを示す。(a) 応力なし。(b) 応力あり。	111
4.35	(a) ひとつの旧オーステナイト粒の IQ マップ及び、その極投影図 (b)。(c) 圧縮軸 (CA) が $[001]_A - [\bar{1}11]_A - [011]_A$ の三角形に収まるように (b) を回転させた極投影図。(d)K-S バリエントとそれに割り当てた色の対応。(e) ベイングループとそれに割り当てた色の対応。(f) 極投影図 (c) を (d) の定義に従って着色した極投影図。(g) 極投影図 (c) を (e) の定義に従って着色した極投影図。(h) オーステナイトを (f) に従って着色したバリエントマップ。(i) オーステナイトを (g) に従って着色したベイングループマップ。	113
4.36	硬度測定面の定義。CA は圧縮方向 (Compression Axis)。	114
4.37	硬度測定の結果。B と M はそれぞれ、ベイナイトとマルテンサイトを意味する。(a) 硬度測定痕。5% ナイタルでエッチングした組織の光学顕微鏡像。(b) 断面奥行方向の模式図。(c) 硬度測定結果。	115
4.38	ブロック幅の測定結果。	115
4.39	バリエントの生成傾向。(a) 圧縮加工なしかつ応力なし。(b)50% 圧縮加工ありかつ応力なし。(c)50% 圧縮加工ありかつ応力あり。	117
4.40	旧オーステナイト粒内での、場所ごとのバリエントの生成傾向の調査結果。(a) ひとつの旧オーステナイト粒の例。(b) 粒界領域の抽出画像。(c) 粒内領域の抽出画像。(d) 粒内領域と粒界領域の、バリエントの面積率。	118
4.41	圧縮応力による駆動力の計算結果。(a) バリエントが単独生成する場合。(b) 複数のバリエントが同体積で隣接して生成する場合。	120

4.42	切片法に準ずる方法で、ベイングループ幅を測定するための測定線。縦横の測定線はそれぞれ、画像の縦横の中央で引かれている。画像は、無加工および応力なしの条件。	121
4.43	各ベイングループの面積率。参考用に 33% を点線で示す。	122
4.44	加工熱処理条件ごとのベイングループ幅の分布。	122
4.45	焼き戻しに伴うマルテンサイトの硬度変化。	124
4.46	焼き戻しに伴うマルテンサイトの組織形態の変化。パタフライマルテンサイトが確認できた場合は、代表的なものを BM で示す。(a) 加工なしで焼入れしたままのマルテンサイト組織。それを 473 K で 3600 s 低温焼き戻しした組織 (b), 873 K で 3600 s 高温焼き戻しした組織 (c)。(d)50% オースフォームしたままのマルテンサイト組織。それを 473 K で 3600 s 低温焼き戻しした組織 (e), 873 K で 3600 s 高温焼き戻しした組織 (f)。	125
5.1	圧縮試験後の試験片形状。(a) 平金型で圧縮する場合。(b) 凸金型で圧縮する場合。	128
5.2	コンロッドの模式図。	129
5.3	歯車形状の鍛造方法の模式図。(a) 歯車形状の空間に充填させることで歯車形状を転写する方式。(b) 歯車形状を押し当てて形状を転写する方式。	130
5.4	鍛造中に生じる素材の流動様式。①広がり、②回り込み。	130
5.5	試験装置の試験片加工部における、加熱コイルおよびスプレーユニットの配置図。	131
5.6	金型の寸法の定義。	132
5.7	コンロッドと歯車で、高い硬度が求められる部位および寸法の定義。	132
5.8	設計した凸金型の図面 (a), および外形図 (b)。	133
5.9	(a) 解析範囲を示す模式図。(b) 解析メッシュおよび境界条件。	135
5.10	FEM 解析結果。(a) 凸部側面の摩擦係数が 0.3 の場合の、金型押し込み後の試験片の 3 次元形状。(b) 塑性ひずみを確認する断面。(c) 断面 (b) における相当塑性ひずみ分布。	136
5.11	実験設定。(a) 加工熱処理条件。(b) 金型および試験片などの配置。	137
5.12	(a) 熱加工履歴の実績の例。(b) 凸金型で加工された試験片。	140
5.13	形成した組織を 5% ナイタルエッチングした組織の光学顕微鏡像。M と B はそれぞれマルテンサイトとベイナイトを意味する。	140
5.14	塑性ひずみが 0.11 程度の領域 A と、0.5 程度の領域 B に形成したマルテンサイトの組織形態。組織の画像は、組織を EBSD 測定した場合に得られた IQ マップ。	141
5.15	凸金型で加工された試験片内部のマルテンサイトの硬度と、対応する場所の相当塑性ひずみ。 μ と σ はそれぞれ平均値と標準偏差を意味する。	142
5.16	平金型および凸金型を用いた実験で得られた、相当塑性ひずみとマルテンサイトの硬度の関係。	142

6.1	急速温間オースフォームの実施例. (a) 圧延の場合. (b) 鍛造の場合.	147
6.2	(a) 形成相およびマルテンサイトの硬度に分布を持たせること概念図. (b) 2重 歯車の模式図.	148

表目次

1.1	K-S 関係の 24 通りのバリエーションの結晶方位関係.	7
3.1	図 3.17 と図 3.18 のバタフライマルテンサイトの EBSD 測定の結果.	64
3.2	計算に用いる定数と計算結果.	67
3.3	想定されるすべての可能性の, 計算上の真の羽角と見かけの羽角.	67
3.4	双晶の積層方向の調査結果.	68
3.5	各バリエーションの双晶面	69
4.1	組織の各種評価方法と, その方法で評価できる項目.	76
4.2	複数のバリエーションが同体積で隣接して生成する場合のひずみ	85
4.3	計算に用いる定数と計算結果.	118
4.4	各バリエーションに関する, V1 バリエーションとの関係, マルテンサイト変態の行列表 現, ひずみの方向 (shape strain direction), ひずみ (shape strain).	119
4.5	複数のバリエーションが同体積で隣接して生成する場合のひずみ	119

第 1 章

序論

1.1 研究背景

1.1.1 鉄鋼素材に対する社会的要請

鉄鋼は過去数千年にわたり、道具や建造物、工業製品を作るための重要な素材としての地位を維持してきた。この理由は、単に安価で大量に生産できるだけでなく、成分や製造方法を変化させることで内部の組織が変化し、用途に応じて広い範囲で特性を変化させることができるためである。特性の例として硬度に注目すると、図 1.1 に示すように、1273 K 程度の高温に熱した素材を徐冷して得られるフェライト組織と、急冷して得られるマルテンサイト組織とでは強度が何倍も異なる [1] [2]。

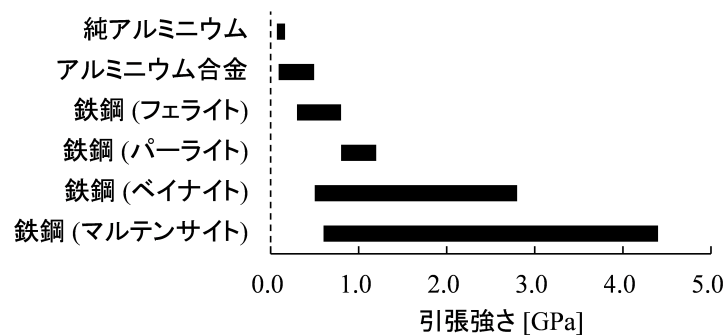


図 1.1 アルミニウムと鉄鋼の各種組織の硬度。

1.1.2 高い硬度を有する素材としての低合金中炭素鋼の重要性

前節で述べた通り，鉄鋼は強度が必要とされる部品に用いられる素材である．実際，多くの機械構造部材や動力伝達部材が鉄鋼で作られており，軸や歯車といった耐摩耗性が必要とされる部品の表面には，最も硬い組織であるマルテンサイト組織を形成させて耐摩耗性を高めている．

マルテンサイトの硬度は母材の鉄に添加される元素によって変化し，なかでも炭素は顕著な変化をもたらす．炭素量とマルテンサイトの硬度の関係は [3] にまとめられているが，1.0 質量 % (以下 wt.%) 程度までは，炭素量の増加に伴いマルテンサイトの硬度が増加する．このため，炭素を 0.6wt.% 程度含みそれ以外の元素を少ししか含まない低合金中炭素鋼が，安価かつ高強度な素材として機械部品に広く用いられている．

先ほど鉄鋼材料の強度向上の要求が高まっていることについて説明したが，マルテンサイトについても当てはまる．これは，すでに相当な硬さを有する中炭素鋼マルテンサイトの硬度を，さらに高めることを意味する．

1.1.3 マルテンサイトの結晶学 ～無拡散変態・マルテンサイトバリエーション・ベイングループ・ブロック

ここではマルテンサイトの結晶学について説明する。鉄鋼のマルテンサイトは、図 1.2 に示すような、面心立方格子のオーステナイトから無拡散変態によって生成した、体心立方格子（厳密には縦に少し伸びた体心正方格子）のフェライトのことである [4]。マルテンサイトの強さはこの生成過程に起因している。一つ目の理由は、変態時に原子が拡散しないために、フェライトに炭素原子が過飽和に固溶している点である。これによって固溶強化される [5] [6]。二つ目の理由は、変態で生じた体心立方格子が母相の面心立方格子に収まるように、図 1.3 のように、マルテンサイト自体がすべり変形や双晶変形（両方合わせて格子不変変形という）している点である [7] [8]。変形に伴って生じた結晶欠陥により、マルテンサイトが転位強化される。

さて、結晶構造が面心立方格子から体心立方格子に変化するとき、その変化は全く自由なものではなく、母相と特定の結晶方位関係を持ったものとなる。これは、相変態にあたって原子の移動を最小にしたり、母相と生成物の界面において、両者ができるだけ整合性を保とうとしたりするからである。結晶方位関係は、母相と生成相の間の特定の面の平行関係と、その面内に含まれる特定の方向の平行関係で表示される。

オーステナイトとマルテンサイトの結晶方位関係として、Kurdjumov-Sachs (K-S) 関係というものがある。この関係は低合金中炭素鋼に生成するマルテンサイトに対して成り立つ関係である [9] [10]。具体的には、図 1.4 に示すように、両相の最密面 (close-packed planes; CP) 同士が平行 ($\{111\}_A \parallel \{011\}_M$) で、さらに細密方向同士が平行 ($\langle 011 \rangle_A \parallel \langle 111 \rangle_M$) な関係である（以下、A と M はそれぞれ、オーステナイトとマルテンサイト座標系を意味する）。実際には、面と方向は等価な組み合わせがあるため、上記の関係を満たす結晶方位関係にはいくつかの組み合わせがある。まず、最密面について考える。オーステナイトの最密面 $\{111\}_A$ には等価な 4 つの面 ($(111)_A, (1\bar{1}1)_A, (\bar{1}11)_A, (11\bar{1})_A$) の 4 通りが存在する。次に、最密方向について考える。オーステナイトの最密面 $\{111\}_A$ 内には 3 つの最密方向 ($[\bar{1}01]_A, [01\bar{1}]_A, [1\bar{1}0]_A$) があり、マルテンサイトの最密面 $\{011\}_M$ 内には 2 つの最密方向 ($[\bar{1}\bar{1}1]_M, [\bar{1}1\bar{1}]_M$) がある。それゆえ、一つの最密面を共有する方向の組み合わせは 6 通りある。以上から、1 つのオーステナイト粒から同じ K-S 関係をもって生じて、24 通り結晶方位関係を持つマルテンサイトが生成する。このように、母相と同じ結晶方位関係を持ちながら、互いに結晶方位が異なるものをバリエーション (Variant) という。バリエーションは通し番号で区別することが一般的で、“V1” のように表記される。番号の振り方は任意であるため、本研究では先行研究に倣って [9] [10]、表 1.1 と図 1.5 に示すものとした。図 1.6 に、ひとつのオーステナイト粒内部における K-S バリエーションの分布を示す。図から、ひとつのバリエーションが連続して大面積を占めるのではなく、異なるバリエーション入り乱れるようにして、オーステナイト粒内を埋め尽くしていることがわかる。

マルテンサイトは他にも、図 1.7 に示すように、マルテンサイトの z 軸がオーステナイトの XYZ 軸のどれに対応するか注目して分類することもできる。この場合はベイングループと呼ば

れ, ABC で区別されることが一般的である [11]. 図 1.8 にひとつのオーステナイト粒内部におけるベイニングの分布を示す. ベイニングの場合も, 各グループが入り乱れるようにしてオーステナイト粒内を埋め尽くすことがわかる.

マルテンサイトは, その結晶学的特徴に起因して階層構造を持つ. それを図 1.9 を用いて説明する. マルテンサイト組織はマルテンサイトバリエントの集合体である. すなわち, マルテンサイト組織内部には, バリエントの境界に沿って, 数度から 60° 程度の範囲で結晶方位が不連続となる部分が存在する. 結晶方位が 15° 以上変化する境界 (以下, 大角粒界) では, 素材の変形を司る転位の運動が妨げられることが知られている [12] [13] [14]. そこで, 硬度をはじめとした“変形しにくさ”に関連する機械特性と組織形態に関連させて考える場合, マルテンサイトの組織形態は, 大角粒界に囲まれた領域であるブロックの幅を用いて定量評価されることが多い [15]. この場合, ブロックはマルテンサイトの実質的な結晶粒とみなされている. ブロックは結晶方位の変化に基づいて見出したものであるため, マルテンサイトの“実態”であるバリエントの分布とは一致しない. しかし, 先に述べたように実用上便利な概念であり, 広く用いられている.

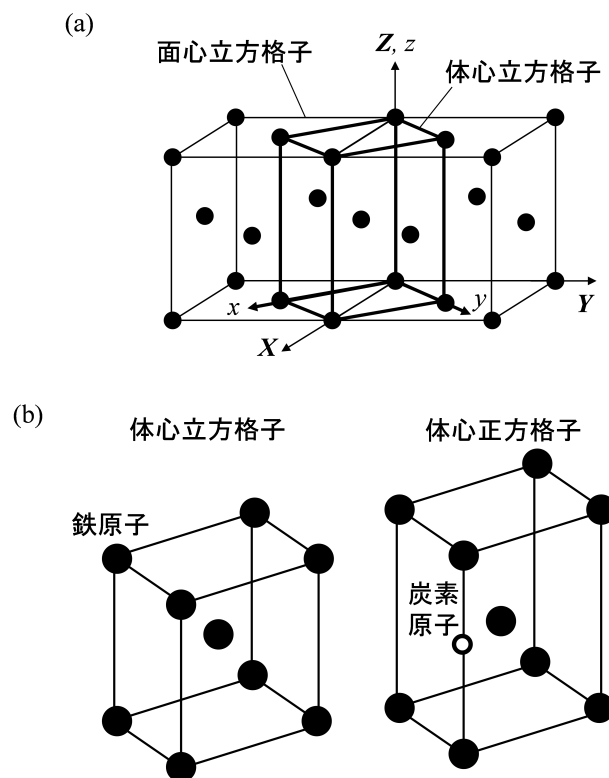


図 1.2 (a) 面心立方格子と体心立方格子の格子対応. (b) 体心立方格子と体心正方格子.

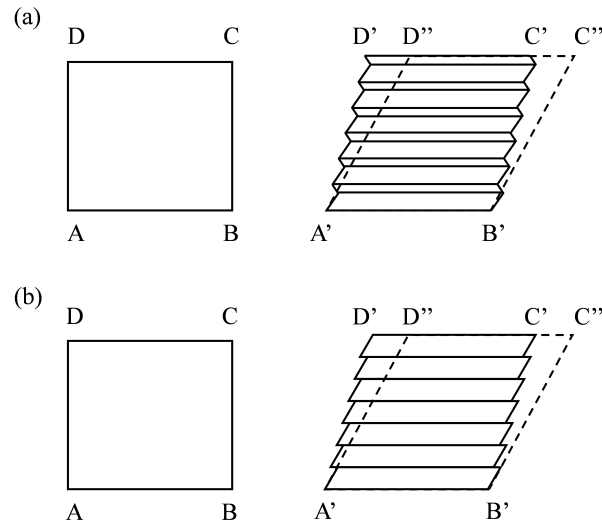


図 1.3 マルテンサイト変態における格子不変変形の様式. (a) 双晶変形. (b) すべり変形.

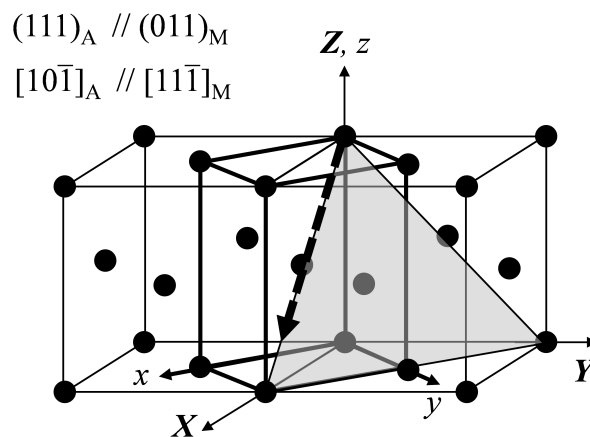


図 1.4 オーステナイトとマルテンサイトの結晶方位関係の模式図.

表 1.1 K-S 関係の 24 通りのバリエントの結晶方位関係.

Variant	Plane parallel	Direction parallel
V1	$(111)_A \parallel (011)_M$	$[\bar{1}01]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V2		$[\bar{1}01]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V3		$[0\bar{1}\bar{1}]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V4		$[0\bar{1}\bar{1}]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V5		$[\bar{1}\bar{1}0]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V6		$[\bar{1}\bar{1}0]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V7	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_A \parallel (011)_M$	$[10\bar{1}]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V8		$[10\bar{1}]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V9		$[\bar{1}\bar{1}0]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V10		$[\bar{1}\bar{1}0]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V11		$[0\bar{1}\bar{1}]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V12		$[0\bar{1}\bar{1}]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V13	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_A \parallel (011)_M$	$[0\bar{1}\bar{1}]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V14		$[0\bar{1}\bar{1}]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V15		$[\bar{1}0\bar{1}]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V16		$[\bar{1}0\bar{1}]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V17		$[\bar{1}\bar{1}0]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V18		$[\bar{1}\bar{1}0]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V19	$(11\bar{1})_A \parallel (011)_M$	$[\bar{1}\bar{1}0]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V20		$[\bar{1}\bar{1}0]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V21		$[0\bar{1}\bar{1}]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V22		$[0\bar{1}\bar{1}]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V23		$[10\bar{1}]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
V24		$[10\bar{1}]_A \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$

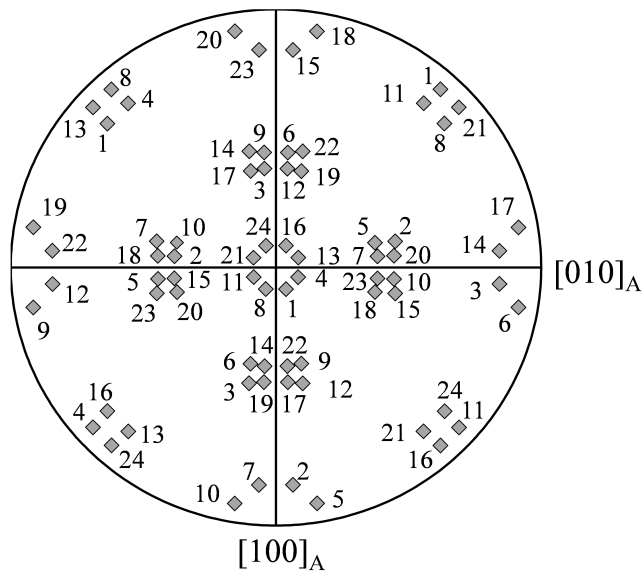


図 1.5 オーステナイトの 001 標準投影図に示した, K-S 関係の 24 通りのバリエント.

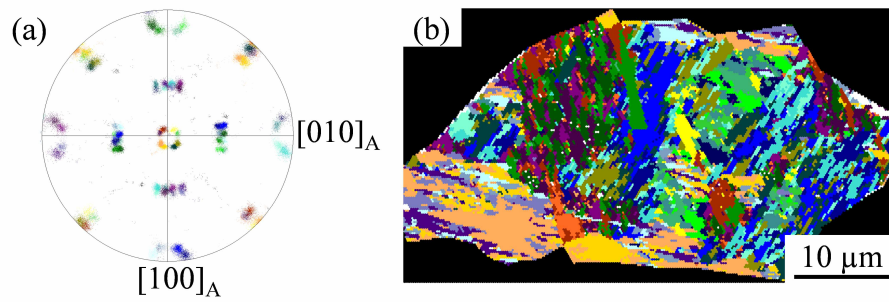


図 1.6 ひとつのオーステナイト粒内における K-S バリエントの分布. (a) バリエントマップにおける, 各バリエントと色の対応関係. (b) バリエントマップ.

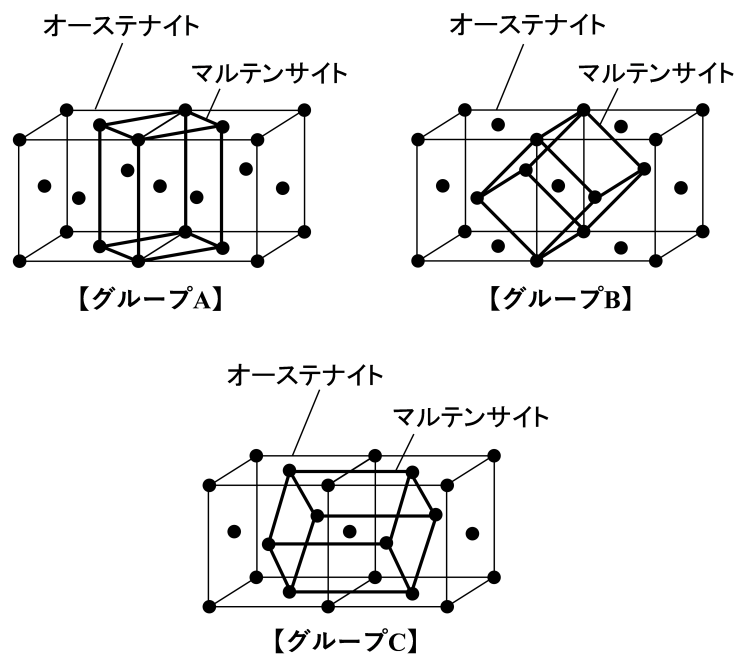


図 1.7 マルテンサイトのバイングループの模式図.

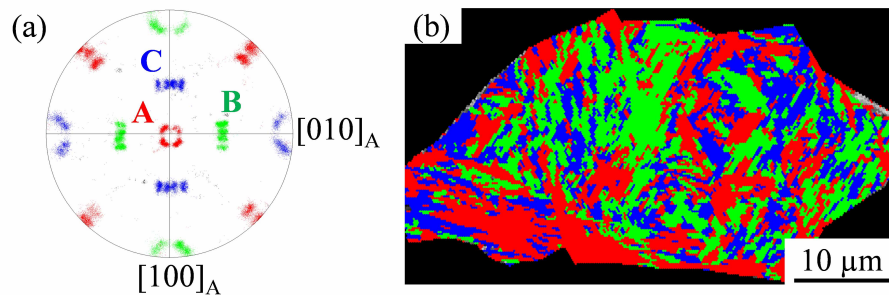


図 1.8 ひとつのオーステナイト粒内におけるバイングループの分布. (a) バイングループマップにおける, 各バイングループと色の対応関係. (b) バイングループマップ.

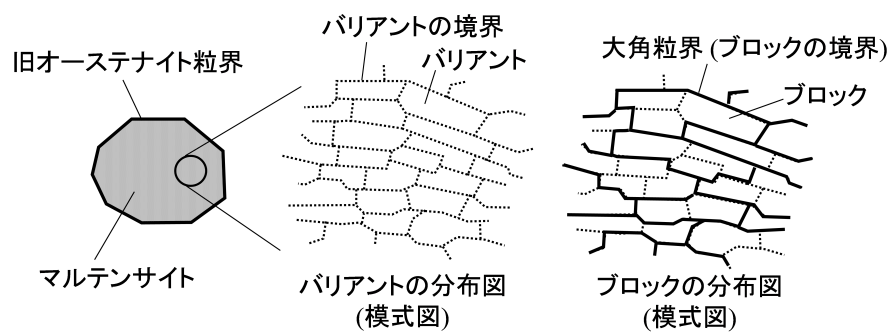


図 1.9 マルテンサイトの階層構造の模式図.

1.1.4 マルテンサイト生成における急冷の必要性 ～焼入れ

実際にマルテンサイト組織を形成させる方法を説明する。

まず、マルテンサイト変態の駆動力について説明する。図 1.10 は、一定組成のオーステナイトとマルテンサイトの自由エネルギーと温度の関係である。素材が完全にオーステナイトとなる A_f 温度以上に加熱された素材の温度を下げていくと、 T_0 温度で両者の自由エネルギーが等しくなる。さらに温度を下げていくと、マルテンサイト変態の駆動力 $\Delta G^{A \rightarrow M}$ が発生する。変態の様式が拡散変態であれば少しの駆動力で変態が起こるが、不拡散変態の場合は周囲のオーステナイトやマルテンサイト自身を変形させる必要があるために、駆動力がある一定の大きさになるまで変態が起こらない。つまり、変態に伴って発生する付加的なエネルギーに打ち勝つための過剰なエネルギーがオーステナイトに蓄積されて初めて、マルテンサイト変態が起こる。このときの温度を M_S 温度と呼ぶ。以上の説明から分かる通り、マルテンサイト変態を起こすには、所定の高温状態への加熱と、所定の温度以下への急冷が必要である。

マルテンサイト組織を形成させる処理は、一般的には“焼入れ”と呼ばれている。ここでは参考として、部品の形状成形から焼入れまでの工程を簡単に説明する。図 1.11 に示すように、まずプレス機などを用いて、素材を部品形状に加工して半成品を作る。なお、図では室温での加工としているが、例えば熱間加工でも構わない。つぎに、半成品を A_f 温度以上に加熱して、部品内部の組織をオーステナイト化する。そこから水に浸けるなどして焼入れを行い、マルテンサイト組織を形成させる。形状成形と焼入れが別々の工程になっている理由としては、各工程の処理能力が必ずしも一致していないことや、用いる装置の単純化を優先させることなどが挙げられる。

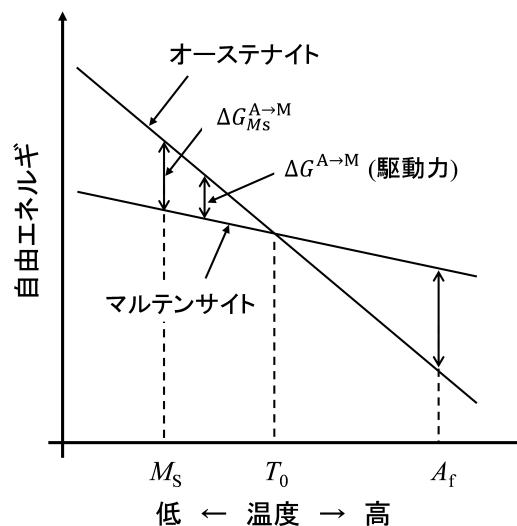


図 1.10 一定組成のオーステナイトとマルテンサイトの自由エネルギーと温度の関係。

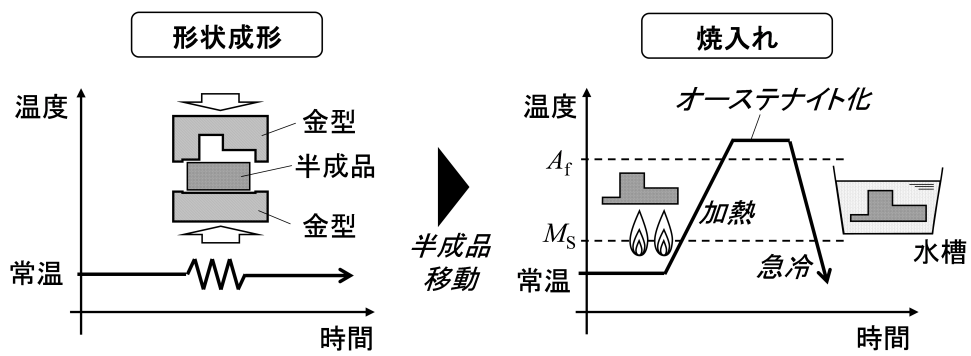


図 1.11 一般的な焼入れ部品の製造工程.

1.2 中炭素鋼のマルテンサイトに関する先行研究とその問題点

詳細な内容は必要に応じて別途補足することとし、ここでは概要について説明する。

1.1.3 節にて、マルテンサイト変態が無拡散変態であり、その過程で格子不変変形が起こることを説明した。格子不変変形のうち、すべり変形と双晶変形のどちらが起こるかは、素材の合金成分などによって異なる。その結果、鉄鋼では図 1.12 に示すように、下部構造と形態の異なる 4 種類のマルテンサイトが存在する [16]。中炭素鋼では、ラスマルテンサイトとバタフライマルテンサイトの 2 種類のマルテンサイトが生成する [17]。

まず、ラスマルテンサイトとバタフライマルテンサイトの形態と硬度に関する先行研究を整理する。ラスマルテンサイトは、幅が $1\mu\text{m}$ 以下のたくさんのブロックの集合体である [18]。一方のバタフライマルテンサイトは幅が数 μm の数個のブロックからなるマルテンサイトである。基本的には名前の通り蝶々のような 2 枚羽状をしているが、粒界付近に生成するものについては、片方の羽が著しく大きいものや、片方の羽のみのももある [18]。いずれにしても、ブロックを実質的な結晶粒として考えると、中炭素鋼のマルテンサイトは、図 1.13 に示すように、緻密なマルテンサイトと粗大なバタフライマルテンサイトの混合組織となる。もちろん、マルテンサイトの生成機構を考えると、ラスマルテンサイトと同程度に小さいバタフライマルテンサイトも存在するはずである。しかし、下部構造を確認しない限り、形状だけでは両マルテンサイトを区別できないため、上記のように説明されることが多い。

ラスマルテンサイトに関しては、機械特性およびそれに関連する結晶学的特徴について、多くの調査が行われている。たとえば、ブロック境界が硬度の増加に寄与していること、ブロック幅が小さくなるほど硬度が増加すること、炭素量が多くなるほどブロック幅が小さくなることなどが分かっている [19] [9] [20] [21] [22]。一方、バタフライマルテンサイトに関する調査は、ラスマルテンサイトと比較すると限定的である。実際に硬度を調査した研究はなく、内部に転位と双晶が存在するという程度の理解にとどまっている [23] [24] [25]。双晶が転位よりも硬度が大きいことと、ブロック幅が小さくなるほど硬度が大きくなることを踏まえると、粗大なバタフライマルテンサイトは、双晶が存在する場所は局所的に硬度が大きく、粗大であることに起因して全体としては硬度が低いと考えられる。粗大なバタフライマルテンサイトは、中炭素鋼のマルテンサイト組織においてある程度の面積を占めるため [18]、マルテンサイト組織全体の硬度に対する寄与が無視できない。マルテンサイトの硬度を増加させる手法の開発にあたり、検討に用いる情報のひとつとして、バタフライマルテンサイトの硬度を調査する必要がある。

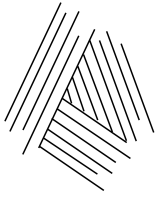
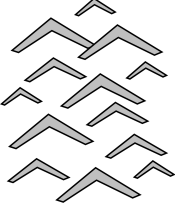
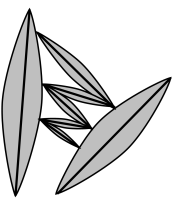
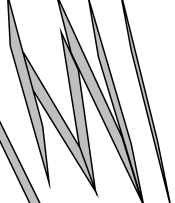
	ラス マルテンサイト	バタフライ マルテンサイト	レンズ マルテンサイト	薄板状 マルテンサイト
組織の 模式図				
下部 組織	転位	転位, (112) _M 双晶	転位, (112) _M 双晶 (ミドリブ)	(112) _M 双晶

図 1.12 鉄合金に生成するマルテンサイトの特徴.

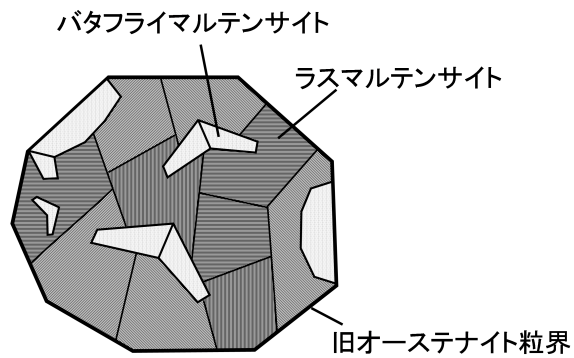


図 1.13 ひとつのオーステナイト粒内に形成する中炭素鋼のマルテンサイト組織の模式図.

1.3 マルテンサイトの強化手法に関する先行研究とその問題点

多結晶組織の強度は、母材そのものの強度にいくつかの強化因子の効果が加わって決まる [1]. その概念を図 1.14 と図 1.15 に示す. 固溶強化とは、添加元素が母材の結晶構造に入り込むことに起因した強化機構である; 転位強化とは、転位やナノ双晶といった結晶欠陥などによって、転位運動が阻害されることに起因した強化機構である; 析出強化とは、添加元素が基地中に析出することに起因した強化機構である; 粒界強化とは、結晶粒界や大角粒界で、転位運動が阻害されることに起因した強化機構である.

組織と強度は深い関係がある. マルテンサイトの強化を目的として組織を変化させる方法で、これまでに提案されているものは大きく 2 種類に分類できる. 1 つ目は素材の合金成分を変える方法, 2 つ目は加工や熱処理といったプロセスの条件を変える方法である.

1 つ目の方法について説明する. 1.1.2 節で説明したように、鋼の強度を安価かつ簡便に高める方法は、炭素量を増加させることである. しかし、炭素量が 0.6wt.% を超えると素材自体の強度が増加して成形性が低下したり、炭化物の偏析によるマルテンサイトの強度が低下したりといった問題がある [26]. すなわち、炭素添加はすでに炭素を 0.6wt.% 程度含む素材に対しては適用しにくい. これ以外の方法としては、Ni や Mo, Co を多量に添加するという方法があり、この方法を用いて強化した鋼はマルエージング鋼と呼ばれている [27]. その名前にもある通り、マルテンサイトを焼鈍処理 (エージング) する過程で、添加元素がマルテンサイト組織内部に析出し、マルテンサイトが析出強化される. しかし、高価な元素が必要であること、焼鈍処理に長い時間が必要であることなどから、安価かつ大量生産される機械部品には適していない.

2 つ目の方法について説明する. プロセス条件の工夫による強化手法は、図 1.16 に示すように、素材が加工される状態によって 4 種類に分類できる.

①は A_f 温度以上の安定オーステナイト域での加工である. この方法は、鍛造焼入れや、直接焼入れと呼ばれている [28] [29] [30] [31]. 主なマルテンサイトの強化メカニズムは、加工で導入された転位がマルテンサイトに引き継がれることによる転位強化である. この方法の利点としては次が挙げられる. 組織が安定オーステナイト状態にある限り、パーライトやベイナイトといった柔らかい相が生成しないため、加工に多少の時間がかかってもフルマルテンサイト組織を形成させることが可能である. また、焼入れのための再加熱が不要となるため、省プロセス、省エネルギー化が可能となる. 一方で、高温では転位の熱分解が急速に進むため、加工後の高温保持時間によってはマルテンサイトが強化されないこともある.

②は準安定オーステナイト域での加工である. この方法は、オースフォームと呼ばれている [32] [33] [34] [35]. ①と同様に転位強化を利用したマルテンサイトの強化手法である. 焼入れのための再加熱が不要となるため、省プロセス、省エネルギー化が可能となる. 加工温度が下がって転位の熱分解が遅くなるぶん、マルテンサイトに多くの転位を引き継がせることができる. 一方で、準安定オーステナイト組織は、時間が経過するにしたがってパーライト組織やベイナイト組織に変態する. したがって、これらの組織が形成しないうちにプロセスを完了させる必要がある.

③も準安定オーステナイト域での加工である [36] [37]. ②との違いは、鋼の合金成分を工夫して、 M_S 温度以上での加工中に、マルテンサイト変態するようにしている点である。しかし、Ni や Cr といった高価な元素が必要になることが問題である。

④はマルテンサイト状態での加工である [38]. 直接、マルテンサイトに転位を導入できることが利点だが、極めて硬いマルテンサイトを加工することに起因する欠点の方が大きく現実的ではない。

以上から、低合金中炭素鋼のマルテンサイトを強化する方法としては、成分を変更する方法ではなく、プロセスの条件を変える方法を採用すべきであるといえる。そのなかでもマルテンサイトにできるだけ多くの転位を引き継がせることが可能な②オースフォームが有力な候補であるといえる。

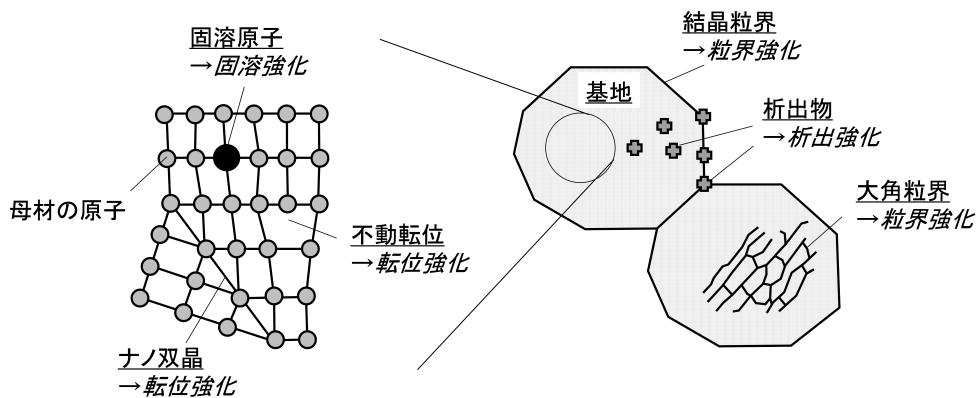


図 1.14 多結晶金属組織の強化機構。

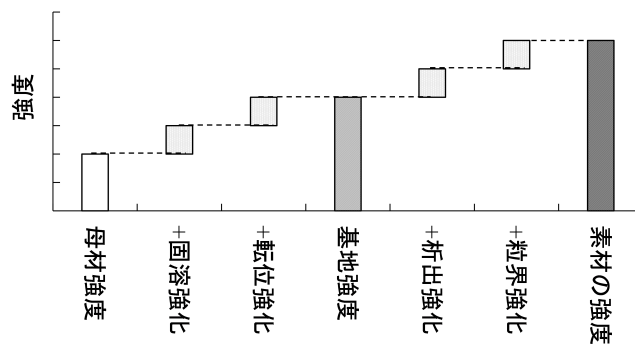


図 1.15 母材強度に対する各種強化機構の作用の概念図。強度が向上する場合を正とする。

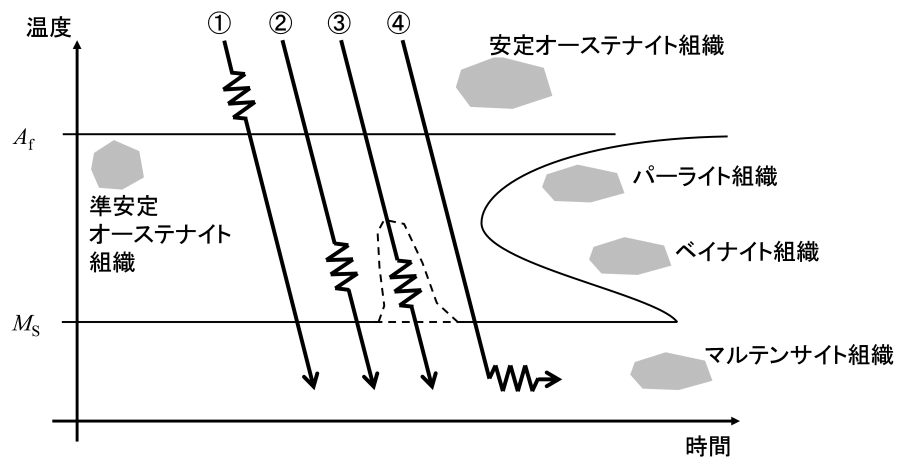


図 1.16 マルテンサイトの強化を目的とした各種加工熱処理プロセスの概念図.

1.4 低合金中炭素鋼マルテンサイトの強化手法としてのオースフォームの可能性

オースフォームでは、図 1.17 に示すように、TTT 線図 (Time Temperature Transformation Diagram; 等温変態線図) のベイにて加工を行うことが一般的である。ベイで加工を行う主な理由は 2 つある。1 つ目の理由は、時間的な制約に関係する。フルマルテンサイト組織を作るためには、焼入れを行うまで、素材を準安定オーステナイトの状態に保っておく必要がある。温間の準安定オーステナイト組織を得るには、素材をいちど A_f 温度以上に加熱してオーステナイト化したあと、温間まで冷却する必要がある。各工程およびその切り替えは、実作業として行うにはある程度の時間がかかる。そのため、中間の工程である加工は、準安定オーステナイトが長く時間存在できるベイにて行うことが望ましい。2 つ目の理由は、温度的な制約に関係する。転位強化の効果を最大化するには、転位の消失を最小化する必要がある。転位の熱分解は温度が下がるほど進みにくくなるため、加工温度はマルテンサイトが生成しない範囲でできるだけ低下させることが望ましい。

先述の理由により、オースフォームのプロセス設計を行う場合には、準安定オーステナイトの変態の速さが重要な因子となる。低合金鋼の場合は特に変態が早いため [39]、温間の準安定オーステナイト組織を得るには、数秒のうちに千 K 程度の熱間から数百 K 程度の温間に冷却する必要がある。また、ベイの時間も短く、熱間から温間までの冷却にかかる時間を除くと数秒程度の余裕しかない。この困難さから、オースフォームは準安定オーステナイトの変態が遅い高合金鋼を対象として、優先的に研究が行われてきた [36] [37]。低合金鋼を対象とした研究も存在するが、オーステナイトの変態が比較的遅い低炭素鋼が中心である。中炭素鋼を対象とする場合は、他相の生成を許容してベイにて加工を行う [40] か、フルマルテンサイト組織が得られる代わりに、転位の消失を許容してノーズ上側の高温域で加工を行う [28] [41] かのどちらかである。

しかし、低合金鋼の準安定オーステナイトの変態が早いといっても、まったく存在できないわけではない。本節の残りの部分で、低合金中炭素鋼でオースフォームを行う場合のプロセス条件と、マルテンサイトの強化機構について仮説を述べる。

まず、プロセス条件の時間的制約に関する仮説を述べる。先行研究のプロセス条件について検討すると、熱間から温間までの冷却速度、および加工速度に関しては増加させる余地が存在し、加工から焼入れに移行するまでの時間に関しても短縮の余地が存在する。すなわち、CCT 線図 (Continuous Cooling Transformation Diagram, 連続冷却変態線図) のノーズにかからないように熱間から温間に急速に冷却し、さらに TTT 線図のベイに収まるように加工とそれに続く焼入れを短時間で完了させれば、低合金中炭素鋼においてもフルマルテンサイト組織を形成できるはずである。以降、このプロセスを急速温間オースフォームと呼ぶことにする。本研究では、実験を通して、有効な急速温間オースフォームの条件を探索する。また、CCT・TTT 線図はオーステナイトの結晶粒径や結晶欠陥の密度などに応じて時間方向にシフトすることが知られている。本研究ではあわせて、オーステナイトの状態に応じてプロセスの条件を長時間側に緩和できること、

およびその逆もあることを確認する。

プロセス条件の検討に当たっては、焼入れ時に被加工物内部に生じる応力の影響についても調査する必要がある。図 1.18 は、急速温間オースフォームを実際の鍛造プロセスに適用した場合の例である。図に示すように、焼入れを行う際、被加工物が金型に拘束されて外力を受けているかどうかの 2 通りの可能性が考えられる。一般的な焼入れでは、焼入れ自体が別工程になっていることもあり、被加工物は特に外力を受けない状態で焼入れされる。急速温間オースフォームは時間的な制約が厳しいため、加工が終わった状態のまま焼入れを行うことも十分ありえる。このとき、被加工物には金型から受ける力によって圧縮応力が発生しうる。ラスマルテンサイトに関する研究で、圧縮応力によって特定のバリエーションが生成しやすくなることが明らかとなっている [11]。これは、特定のマルテンサイトブロックが粗大化しうることを意味し、ブロックの微細化を目指している本研究にとっては望ましくない現象である。しかし、この研究は素材が塑性加工されていない場合に関するものである。次の段落で説明する通り、塑性加工はマルテンサイトを微細化しうる。その効果が圧縮応力の影響を上回れば、トータルで見ればマルテンサイトが微細化して硬度が増加する。

次に、マルテンサイトの強化機構に関して仮説を述べる。1.3 節にて、オースフォームはもともと転位強化を狙った強化手法であることを説明した。その後の調査にて、ラスマルテンサイトについては、オースフォームで微細化して粒界強化されることが分かっている [10]。バタフライマルテンサイトについては先行研究がないものの、ラスマルテンサイトと共通の結晶構造を持っているため、同様に転位強化・粒界強化されると考えられる。このとき、実用的には硬度の変化が重要であるが、マルテンサイトの形態の変化にも注目すべきと考える。バタフライマルテンサイトという名前は、マルテンサイトが蝶々のような形態を呈することにちなんでつけられた名前である。微細化の際には、この特徴的な形態が崩れる可能性が高い。すなわち、結晶学的には存在していても、形態的には蝶々には見えないものとなりうる。強化機構としては粒界強化であるが、特徴的な形態が変化するという意味で、形態強化と呼ぶべき現象が予想される。まとめると、急速温間オースフォームされたマルテンサイトは、図 1.19 のように強化されると予想される。

また、マルテンサイトはほぼ必ず焼き戻して使われることを考えると、焼き戻し後も硬度が高まっている必要がある。オースフォームの効果は、473 K 程度の低温焼き戻しであれば残留することが知られている [42] [43]。急速温間オースフォームも同様であることを確認する。

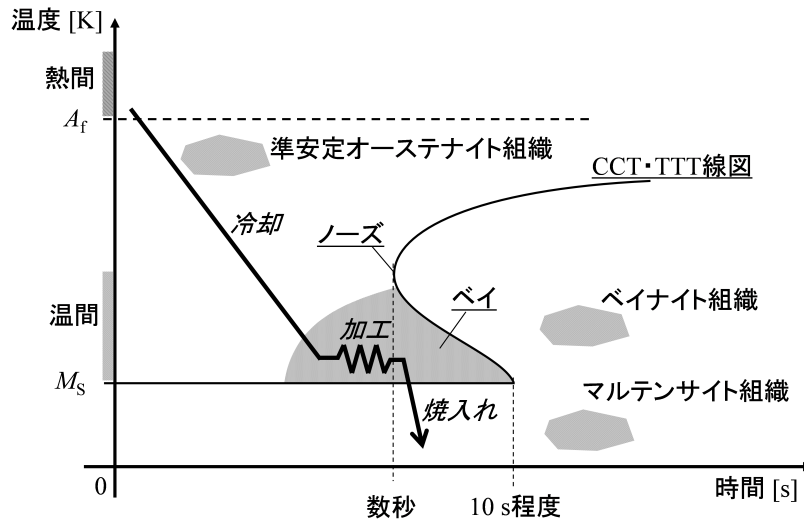


図 1.17 オースフォームの熱加工履歴の概念図。

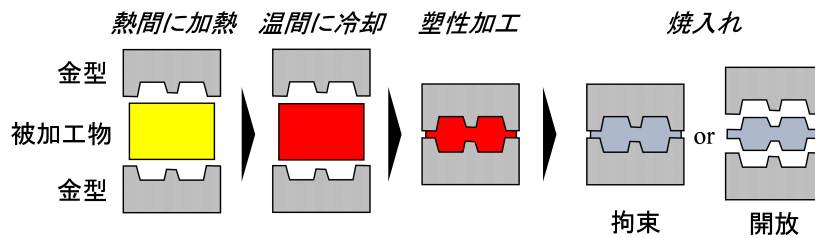


図 1.18 急速温間オースフォームを実際の部品の製造に適用した場合の例。

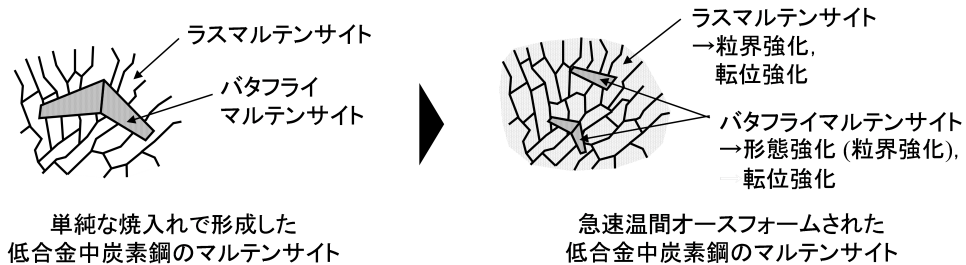


図 1.19 低合金中炭素鋼のマルテンサイトの転位強化・形態強化の概念図。

1.5 本研究の目的

本研究では、低合金中炭素鋼のマルテンサイトの硬度を増加させる手法の開発を目指している。その手法として急速温間オースフォームを提案したが、次の問題が存在する。

1つ目の問題は、バタフライマルテンサイトの結晶および機械特性の理解に関連するものである。先行研究の知見からは、粗大なバタフライマルテンサイトは、双晶が存在する場所は局所的に硬度が大きいものの、粗大であることに起因して平均的には硬度が小さいと予想される。しかし、実際に硬度を調査した研究はない。2つ目の問題は、急速温間オースフォームのプロセス条件である。低合金中炭素鋼のオーステナイトは変態が早く、ごく短時間のうちにフェライトやベイナイトに変態する。CCT・TTT線図のノーズやベイ内側の線と交差しないように、熱間から温間まで急速に冷却し、かつ加工とそれに続く焼入れを短時間で行えば、フルマルテンサイト組織を作ることができるはずだが、これについて確認した研究はない。また、焼入れの際に、被加工物を金型で拘束して圧縮応力を加えてもマルテンサイトの硬度が変化しないことを確認した研究はない。3つ目の問題は、マルテンサイトの強化機構に関連するものである。温間で加工して直ちに焼入れしているため、オースフォームにもともと想定されている転位強化は起こると考えてよい。オースフォームによって、ラスマルテンサイトのブロックが微細化することが確認されている。下部構造の共通性からバタフライマルテンサイトでも同様に、微細化に伴って形態強化されることが想定されるが、これについて調査した研究はない。

本研究では、上記問題に対して下記を明らかにすることで、急速温間オースフォームを、低合金中炭素鋼マルテンサイトの硬度向上手法として確立させる。

- 低合金中炭素鋼のマルテンサイトそのものについて、次を確認する。粗大なバタフライマルテンサイトは、局所的に硬い場所が存在しつつも、ブロックが粗大であることに起因して、平均的にはラスマルテンサイトよりも硬度が小さいこと。
- プロセス条件について、次を確認する。CCT・TTT線図のノーズやベイ内側の線と交差しないように、熱間から温間まで急速に冷却し、かつ加工とそれに続く焼入れを短時間で行うことで、フルマルテンサイト組織を作れること。また、焼入れの際に被加工物を金型で拘束して圧縮応力を加えても、マルテンサイトの硬度が変化しないこと。
- マルテンサイトの強化機構について、次を確認する。マルテンサイトが転位強化および形態強化されること。また、その効果は焼き戻しても有効であること。

1.6 本論文の構成

本論文の構成について、図 1.20 を用いて説明する。1 章では、先行研究の知見を整理し、低合金中炭素鋼のマルテンサイトを強化する手法として、急速温間オースフォームが有望であることを述べた。同時に、粗大なバタフライマルテンサイトそのものの硬度、急速温間オースフォームのプロセス条件、およびその強化機構について調査すべき事項があることを述べた。

2 章では、調査すべき事項として挙げた事項について、先行研究の知見をもとに、想定されるメカニズムあるいは得られる結果について仮説を立てる。

3 章では、粗大なバタフライマルテンサイトがブロックが粗大であることに起因して、緻密なマルテンサイトよりも硬度が小さいことを確認する。マルテンサイトの硬度を決める因子には、ブロック幅以外にも、下部構造、固溶元素、転位密度があるため、これらの影響が限定的であることを確認する。また、3 章ではもう一つ、バタフライマルテンサイト内部での双晶の積層の仕方についても調査を行う。この結果は、4 章でバタフライマルテンサイトとラスマルテンサイトを識別する際に活用する。

4 章では、平金型を用いて 1 軸の圧縮試験を行い、急速温間オースフォームのプロセス条件と効果を確認する。プロセス条件に関しては、プロセスを短時間化することでフルマルテンサイト組織を作れること、マルテンサイトの硬度は焼入れ時の圧縮応力の有無によらないことを確認する。効果に関しては、マルテンサイトが転位強化および形態強化されることを確認する。また、プロセス条件に関する補足として、オーステナイトの粒径や結晶欠陥の密度に応じて、プロセスを長時間側に緩和できること、およびその逆もあることを確認する。強化機構に関する補足として、焼戻し後もマルテンサイトが強化されていることを確認する。

5 章では、凸金型を用いて 1 軸の圧縮試験を行い、急速温間オースフォームの効果が金型形状によらず有効であることを確認する。

6 章では、本論文で得られた知見をまとめ、さらに展望を述べる。

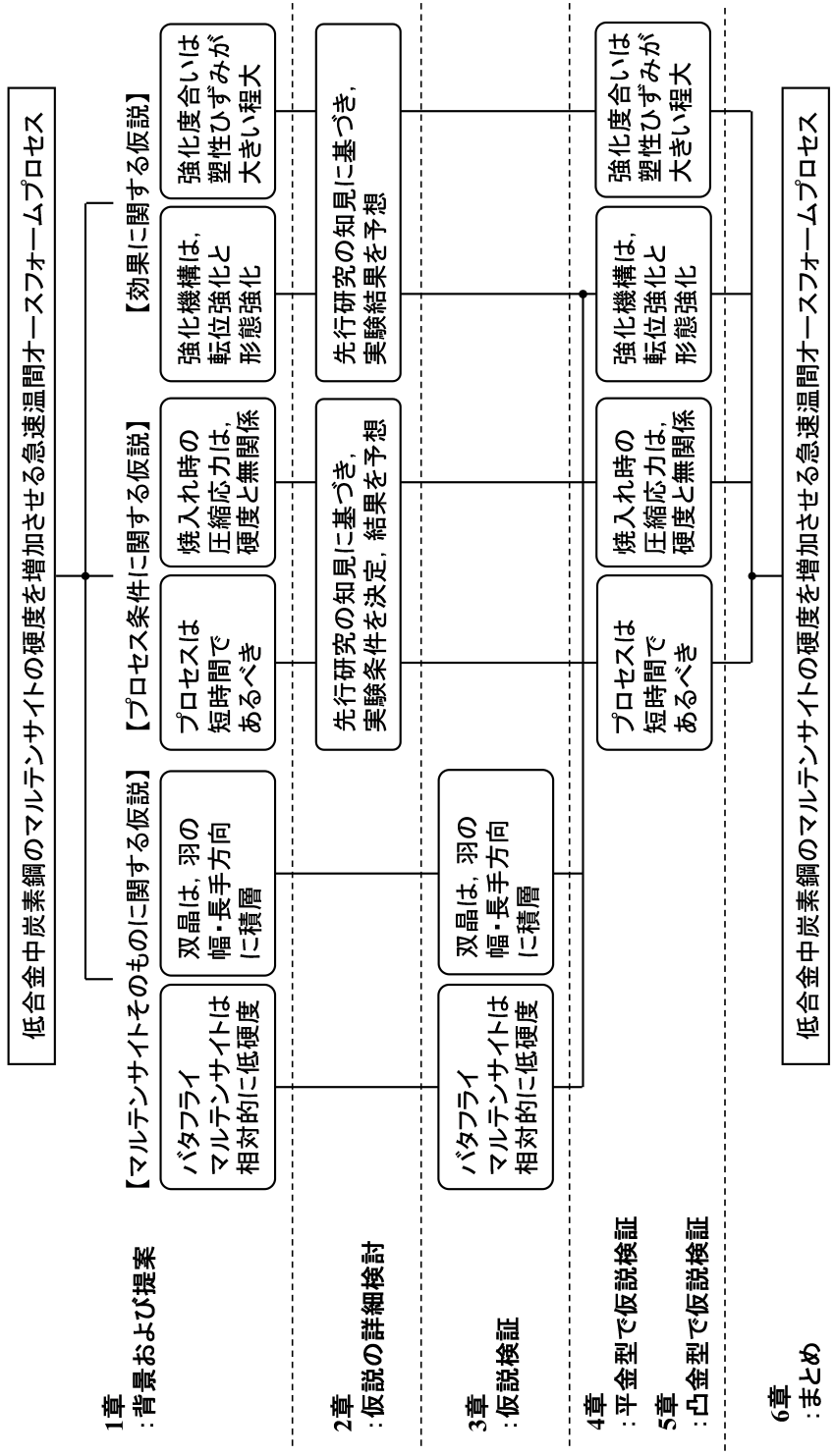


図 1.20 本論文の構成.

第2章

急速温間オースフォームのプロセス条件およびマルテンサイトの強化機構に関する仮説

2.1 本章の目的と構成

本章では、急速温間オースフォームのプロセス条件，およびマルテンサイトの強化機構に関する仮説を述べる．まず 2.2 節で必要な予備知識を説明し，それ以降の節で仮説について説明する．2.3 節では急速温間オースフォームのプロセス条件に関する 2 つの仮説を説明する．1 つ目は，プロセスを短時間のうちに完了させることでフルマルテンサイト組織を形成できるという仮説である．2 つ目は，焼入れ時に被加工物に発生する圧縮応力は，マルテンサイトの硬度には影響を与えないという仮説である．2.4 節では急速温間オースフォームのマルテンサイトの強化機構について 2 つの仮説を説明する．1 つ目は，マルテンサイトが転位強化されるという仮説である．2 つ目は，マルテンサイトが形態強化されるという仮説である．

2.2 オーステナイトの塑性変形とマルテンサイト変態時の圧縮応力がマルテンサイトに与える影響

2.2.1 オーステナイトの塑性変形の影響

結晶格子を塑性変形させると、一般的には最密面で、最密方向にすべる。オーステナイトが面心立方格子であることは1章にて説明したが、面心立方格子の場合は、すべり面は $\{111\}_A$ 、すべる方向は $\langle 1\bar{1}0 \rangle_A$ となる。塑性変形の程度が大きくなると、すべり面と平行に転位壁 (dense dislocation wall; DDW) やマイクロバンド (micro band; MB) といった構造が形成する [44] [45] [46]。このような状態のオーステナイトをマルテンサイト変態させると、図 2.1 のように、これらの構造と $\{011\}_M$ が平行となるマルテンサイトバリエントが生成しやすいことが知られている [44]。転位壁やマイクロバンドはオーステナイトの自由エネルギーを局所的に増加させるので、マルテンサイト変態に伴ってそれらをマルテンサイト-オーステナイト、マルテンサイト-マルテンサイト界面と置き換えやすいバリエントが、優先的に生成・成長すると考えられている [47] [48] [49]。

マルテンサイト変態の際に結晶欠陥が消滅したり、特定のバリエントが大きく成長したりすることは、転位強化と粒界強化の機構に照らして考えると不利である。しかし、実際には多くの種類の鋼で、オースフォームでマルテンサイトの硬度が増加することが確認されている。これは、オーステナイトを塑性変形させた際には、マルテンサイトを強化する効果の方が大きいことを意味する。本研究が対象としている中炭素鋼でも同様であることが期待できる。

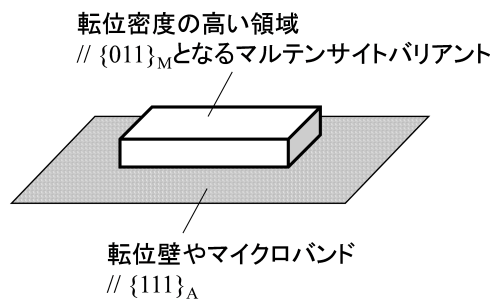


図 2.1 転位壁やマイクロバンドに沿ってマルテンサイトが生成する模式図。

2.2.2 マルテンサイト変態時の圧縮応力の影響

マルテンサイト変態とは、結晶学的には、面心立方格子から体心立方格への不拡散変態のことである。面心立方格子と体心立方格子は格子定数が異なるため、不拡散変態の条件をみたすために、変態の際に結晶格子の膨張収縮、回転、せん断変形が起こる。図 2.2 に、膨張と収縮について例を示す。これらがどの方向にどの程度起こるかは、マルテンサイトのバリエントによって異なる。圧縮応力がかかった状態でマルテンサイト変態が起こると、圧縮応力による格子変化の補助が最も大きいバリエントが優先的に生成することが知られている [11]。

マルテンサイト変態の際に特定のバリエントが大きく成長することは、粒界強化の機構に照らして考えると不利である。圧縮応力によってマルテンサイトの硬度が変化するかどうかに関する知見は存在しないため、実際に実験を行って確認する必要がある。ただし、マルテンサイトの組織形態に関する知見からは、中炭素鋼の場合は、圧縮応力の有無によってマルテンサイトの硬度に差が生じる可能性は低いと考えられる。マルテンサイト組織の内部でバリエントがどのように組み合わせられているか、について調査した研究はいくつか存在する [22] [10] [12]。それによれば、中炭素鋼のマルテンサイトはバリエント同士が入り乱れるように生成する傾向がみられるとのことである。これは、圧縮応力によって特定のバリエントが生成しやすくなったとしても、他のマルテンサイトによって粗大化が阻まれることで、硬度に実質的な差が生じない可能性が高いことを意味する。

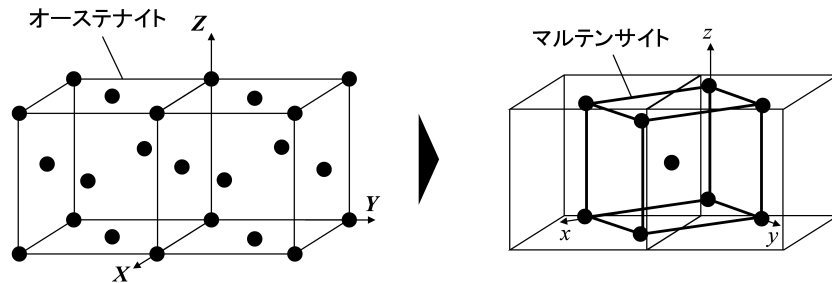


図 2.2 マルテンサイト変態における、結晶格子の膨張と収縮。z 方向には 20% 程度の収縮、x 方向と y 方向には 12% 程度の膨張が起こる。実際には、さらに結晶格子の回転とせん断変形が起こる。

2.3 急速温間オースフォームのプロセス条件に関する仮説

2.3.1 プロセスを短時間化することでフルマルテンサイト組織を作ることができるという仮説

急速温間オースフォームのプロセスは、前半と後半の大きく2つの工程に分けられる。

前半と後半それぞれについて、素材を準安定オーステナイト状態に保つためのプロセス条件の検討方法を説明する。前半は、熱間の素材を温間に冷却する工程である。この間、素材の温度は連続的に低下していく。連続的に冷却される素材の相変態挙動は、CCT 線図としてまとめられている。図 2.3 に示すように、素材の熱加工履歴と CCT 曲線が交差しないように冷却を行えばよい。後半は、温間での加工とそれに続く焼入れの工程である。加工中の素材の温度は等温であると仮定してよく、図 2.3 に示すように、素材の熱加工履歴と TTT 曲線が交差しないように加工と焼入れを行えばよい。

この考え方に従って、急速温間オースフォームの具体的なプロセス条件を検討した。CCT・TTT 線図は、代表的な市販の低合金中炭素鋼である AISI1050 と AISI1060 (それぞれ炭素を 0.5 wt.%, 0.6 wt.% 程度含む) のものを用いた [50] [51] [39] [52]。まず、前半の冷却速度について検討する。冷却速度が一定であると仮定したとき、最小の冷却速度は、熱加工履歴と CCT 線図のノーズがちょうど接するときである。冷却開始温度を 1073 K、ノーズの温度を 773 K、冷却開始からノーズまでの時間を 3 s とすると、最小の冷却速度は 100 K/s となる。次に、ベイでの滞留可能時間について検討する。ベイに滞留可能な時間は、そこまでの冷却にかかった時間に依存する。たとえば、熱間からベイまでの冷却速度が 100 K/s だった場合、熱加工履歴はノーズの下側の曲線に沿ったものとなるため、ベイでの滞留可能時間はほとんどない。この場合は、ベイに到達すると同時に加工を行う必要があるし、ベイでの滞留時間を減らすために加工速度をかなり大きくする必要がある。加えて、加工完了後ただちに焼入れを行う必要がある。前半の冷却速度を大きくできれば、ベイでの滞留可能時間を長くとることができるようになり、それに応じて、加工速度を落としたりすることが可能となる。

なお、CCT・TTT 線図は、鋼の成分が変わらずとも、オーステナイトの状態によって時間方向にシフトしうることを留意すべきである。時間方向のシフトは、フェライト変態やベイナイト変態の潜伏時間がオーステナイトの状態、たとえばオーステナイト粒径や結晶欠陥の密度、に依存していることに起因する。フェライトおよびベイナイト変態が拡散変態である [53] [54] [55] ことを考慮すると、オーステナイト粒径が大きくなるほど [56] [57]、あるいはオーステナイト中に存在している結晶欠陥の密度が小さくなるほど [58]、上記で説明したプロセスの条件は長時間側に緩和できると予想される。本研究ではこの傾向についても確認する。

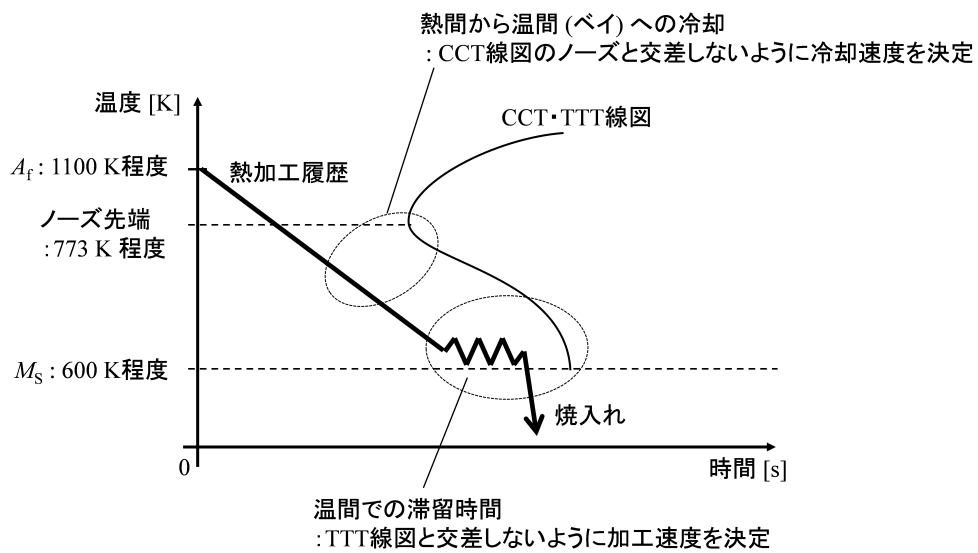


図 2.3 急速温間オースフォームのプロセス設計の考え方.

2.3.2 焼入れ時の圧縮応力はマルテンサイトの硬度に影響を与えないという仮説

焼入れを行う際、被加工物を金型で拘束したまま焼入れるか、開放して焼き入れるかの2通りの選択肢が考えられる。急速温間オースフォームでは、プロセスを短時間で行うために前者の条件を採用する可能性が高いため、圧縮応力がマルテンサイトの硬度に与える影響の評価は必須である。圧縮応力は、2.2.2節で検討したように、バリエーションの生成傾向に対してはある程度の影響を与えつつも、硬度については実質的には影響を与えないと考えられる。

2.4 急速温間オースフォームのマルテンサイトの強化機構に関する仮説

2.4.1 マルテンサイトが転位強化されるという仮説

加工で導入された転位がマルテンサイト変態が起こるまで残留していること、マルテンサイトの強化に寄与する転位がマルテンサイトに引き継がれることを説明する。

加工等で転位密度を増加させた素材を温間以上の温度で保持すると、転位は時間とともに消失していく。これは、転位等の格子欠陥によって増加した素材の自由エネルギーを下げようと、原子が拡散するためである。この現象は回復と呼ばれる。素材の温度を上げると原子拡散が活発となるため、回復現象も活発になる。

回復は原子拡散に伴って起こる現象であるため、回復に伴う転位密度 ρ の時間変化は、次のような式で表現できる。なお、 C_r は回復の速度係数、 ρ_0 は初期転位密度、 n は定数である。

$$\frac{d\rho}{dt} = -C_r \cdot (\rho - \rho_0)^n \quad (2.1)$$

2.1 式を定量的に解いた研究はいくつかあり、本研究の条件に近いものとしては吉江ら [59] の研究がある。この研究では、Fe-0.1C-1.37Mn (in wt.%) 鋼を素材として用い、1073 K から 1473 K の範囲で、加工終了後の転位密度の時間変化を求めている。それによれば、1273 K および 1473 K では、加工後約 1 s 経過してから転位が急激に減少することを明らかにしている。温度が低下するごとに転位密度の減少速度が遅くなる傾向も明らかになっており、例えば 1073 K では、転位が減少し始めるまでに 10 s 程度かかる。これは、温度が下がるほど鉄原子の拡散が起こりにくくなるためであると考えられる [60]。本研究では、それよりも温度の低い 673 K で素材を塑性加工してすぐに焼入れを行うため、加工で導入した転位はマルテンサイト変態が起こるまで残留していると考えられる。

次に、マルテンサイトに引き継がれる転位について説明する。オーステナイトが塑性変形すると、組織内部に転位セル組織が形成し、オーステナイトの加工硬化が起こる。加工度が大きい場合は DDW や MB が発達する (図 2.4) [61] [62]。このうち、強化の効果を有する転位セルは、マルテンサイト生成時の格子不変変形の様式によらず、オーステナイトからマルテンサイトにそのまま引き継がれることが知られている [35]。一方、強化の効果を必ずしも有しない DDW や MB は [63] [64] 引き継がれ方が異なる。すべり変形で生成するラスマルテンサイトの場合は DDW や MB はマルテンサイトの境界として置き換えられ、双晶変形とすべり変形で生成するレンズマルテンサイトの場合はマルテンサイトに引き継がれる [65] [44]。バタフライマルテンサイトも双晶変形とすべり変形で生成するため、レンズマルテンサイトと同様であると考えられる。しかし、強化の効果を有する転位セルの引き継がれ方がラスマルテンサイトとバタフライマルテンサイトで同様であるため、DDW と MB の引き継がれ方の差は、硬度を問題にする場合はひとまず考慮しなくてもよいといえる。

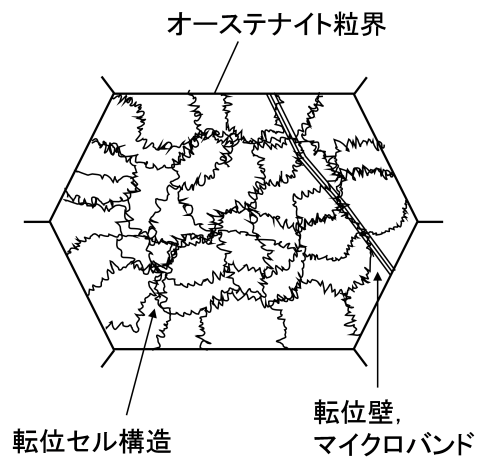


図 2.4 塑性加工されたオーステナイトに生じた結晶欠陥の模式図.

2.4.2 マルテンサイトが形態強化されるという仮説

2.2 では、オーステナイトの塑性加工や圧縮応力がマルテンサイトブロックを粗大化させうることを説明した。しかし、塑性加工には同時に、マルテンサイトを微細化する効果も存在する。

マルテンサイトが生成する場合、拡散変態のように新相が核生成してそれが徐々に成長するのではなく、核生成後瞬時に最終の大きさに達する、という生成の仕方をする。図 2.5 は、マルテンサイトのひとつであるレンズマルテンサイトの模式図である。マルテンサイトはオーステナイト粒界や他のマルテンサイトを越えることができないため、先に生成したマルテンサイトほどオーステナイトの粒幅いっぱいになり、後のものほど残された領域のなかで細々と生成する。すなわち、オーステナイト基地のいたるところに“障害”を導入できれば、粗大なバタフライマルテンサイトの生成を防止できると考えられる。

まず、塑性加工で導入された結晶欠陥が障害になりうることを説明する。2.4 で説明したように、オーステナイトが塑性変形すると、加工度が大きい場合には DDW や MB が発達する。Chiba らは、ラスマルテンサイトは DDW や MB を越えて成長できず、レンズマルテンサイトはその限りではないことを見出した [65]。バタフライマルテンサイトはラスマルテンサイトとレンズマルテンサイトの中間の性質を持つため、これらの結晶欠陥によって粗大化が阻まれうる。

次に、マルテンサイト自体が互いに障害になりうることを説明する。先に概念を説明し、それに続いて定性的に傾向を説明する。オーステナイトが塑性変形すると、組織内部に転位セル組織が形成し、加工度が大きい場合には DDW や MB が発達する。転位セルはオーステナイトを加工硬化させるため、マルテンサイト変態を抑制する効果をもつ [66] [67]。一方で、DDW や MB はオーステナイトの自由エネルギーを局所的に大きくするため [48] [49]、付近に転位が存在するなど、オーステナイトの塑性緩和が起りやすい状況では、マルテンサイトの生成サイトになりうる [68] [69]。このような場合、マルテンサイトが生成するまで十分に温度を下げれば、大量の生成サイトを起点として、オーステナイトのいたるところで同時多発的にマルテンサイトが生成しうる。実際、メカニズムについて深い議論はなされていないものの、いくつかの鋼でこのような現象が確認されている [70] [71]。

このことについて、定性的に傾向を説明する。塑性変形に伴う素材内部の転位密度 ρ の変化は、Kocks-Mecking-Estrin モデルでうまく記述できる [72]。

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = k_1\sqrt{\rho} - k_2\rho \quad (2.2)$$

2.2 式において、 ε は塑性変形のひずみである。右辺第 1 項は転位同士の相互作用による転位の増加で、 k_1 はその係数である。右辺第 2 項は回復に伴う転位の減少で、 k_2 はその係数である。この式から、オーステナイトの変形量が大きくなるほど、オーステナイト基地内部の転位密度が増加することが分かる。DDW や MB もそれにともない形成される。

転位密度が増加するとオーステナイトが加工硬化する。オーステナイトの硬さとマルテンサイト変態の活性化エネルギー ΔW_a の間には次の関係が存在する [67]。

$$\Delta W_a = \Delta W_a^0 + \Delta \tau V \quad (2.3)$$

2.3 式において、 ΔW_a^0 はもともとの活性化エネルギー、 $\Delta \tau$ は加工硬化に伴うせん断力の増分、 V は変態が起こる体積である。オーステナイトが加工硬化するほど、マルテンサイト変態の活性化エネルギーが大きくなることが分かる。変態に必要な駆動力を得るためには温度を下げる必要がある [73] [74]。また、ある領域がマルテンサイト変態しやすいかどうかは次の式で評価できる [75]。

$$p = 1 - \exp(-\rho V) \quad (2.4)$$

2.4 式において、 p はある領域がマルテンサイト変態する確率、 ρ は結晶欠陥の密度、 V は注目した領域の体積である。さらに、実際に生成するマルテンサイトの量 n_t は次の式で表現される [76]。

$$n_t = (n_i + F(f))(1 - f) \quad (2.5)$$

2.5 式において、 n_i はマルテンサイト変態が起こりうる領域の体積であり、先ほどの p が対応する。 f はすでに生成したマルテンサイトの体積率である。 $F(f)$ は、すでに生成したマルテンサイトの影響をうけて新たに生成するマルテンサイト量である。この式から、結晶欠陥が多いほど、マルテンサイトがよく生成することが予想される。

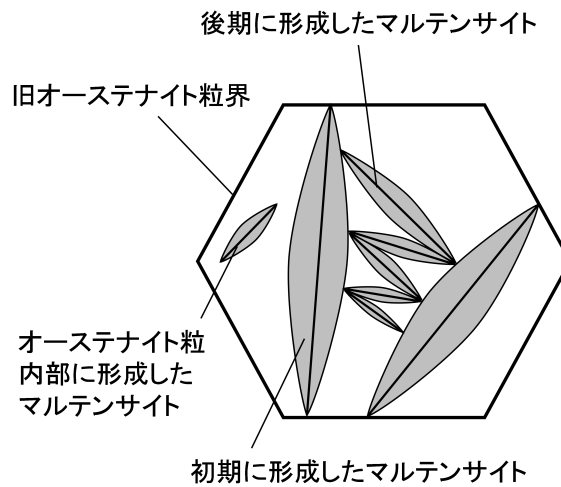


図 2.5 オーステナイト粒の内部に生成したレンズマルテンサイトの模式図。

第3章

中炭素鋼における高硬度なマルテンサイトの組織形態の提案 ～粗大なバタフライマルテンサイトを排除すべき理由

3.1 緒言

3.1.1 本章の構成

本章の主たる目的は、粗大なバタフライマルテンサイトが、ブロックが粗大であることに起因して、緻密なマルテンサイトよりも硬度が小さいことを確認することである。マルテンサイトの硬度を決める因子には、ブロック幅以外にも、下部構造 (たとえば双晶の有無) , 固溶元素, 転位密度があるため, これら因子の影響が限定的であることも確認する。また本章では, 補足的に, バタフライマルテンサイト内部での双晶の積層の仕方についても調査を行う。本論文の4章で, 下部構造をもとにバタフライマルテンサイトとラスマルテンサイトを識別する。確実に識別を行うための特徴としてバタフライマルテンサイト内部での双晶の積層方向に注目したが, 双晶の積層方向について調査した先行研究は存在しないため, ここで調査する。

3.1 節では, 本章の構成, 先行研究, 目的について説明する。3.2 節では, 本章の調査で用いる試料の作製方法について説明する。3.3–3.6 節では, 粗大なバタフライマルテンサイトが, ラスマルマルテンサイトに比べて粗大であることに起因して柔らかいことを確認する。3.7 節ではそれに基づき高硬度なマルテンサイトの組織形態を提案する。3.8 節ではバタフライマルテンサイト内部での双晶の積層方向を調査する。3.9 節では本章をまとめる。

3.1.2 先行研究

まず、先行研究の知見をもとに、マルテンサイトの硬度の調査方法を決定する。調査すべきバタフライマルテンサイトの領域は、数 μm 四方程度の領域である。このような微小領域の硬度をピンポイント的に測定する方法のひとつに、ナノインデンテーション (Nanoindentation) 法と呼ばれる方法がある [15]。これは、圧子の押込荷重を μN のオーダーで制御しながら、同時に押込深さを nm の分解能で測定する方法で、サブミクロン領域の機械特性を評価する試験方法である。柴田らはこの方法を用いて、レンズマルテンサイト内部の双晶を含む領域の硬度が、双晶を含まない領域の硬度よりも大きいことを確認した [77]。また、大村ら [15] は、ブロック境界を含まない領域で測定したナノ硬さと、ビッカース硬度計を用いて測定したマクロ的な硬さを比較することで、ブロック境界による硬度の増分を調査した。それ以外の方法としては、マイクロ曲げ試験がある。柴田ら [78] は、 $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m} \times 50\mu\text{m}$ のマイクロ曲げ試験片を $1\mu\text{N}$ の荷重で曲げる試験を行った。ブロック境界を含んだ試験片の結果と、ブロック境界を含まない試験片の結果を比較することで、ブロックの境界部分の硬度を調査した。この2つの方法を比較すると、方法としての簡便さ、より狭い領域の硬度が測定できるという面で、ナノインデンテーション法が優れていると考えられる。

次に、バタフライマルテンサイト内部での双晶の配置、および積層方向に関する先行研究を整理する。Gong ら [24] は、透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope; TEM) を用いて低合金高炭素鋼 Fe-1.2C (in wt.%) に生成したバタフライマルテンサイトを観察し、双晶が羽の外縁かあるいは内部に存在することを確認した。また、先に双晶の領域が形成し、その周囲に転位を多く含む領域が形成することを確認した。Umemoto ら [23] も、TEM を用いて高合金中炭素鋼 Fe-18Ni-1.0Cr-0.5C (in wt.%) に生成したバタフライマルテンサイトを観察し、羽の外縁付近に、 $\{112\}_M$ 双晶が羽の長手方向に積層していることと、その周囲に転位を多く含む領域が広がっていることを明らかにした。また、彼らは羽の界面が $\{225\}_A$ に近いことも解明した。彼らは、羽の角度が双晶の晶癖面のなす角で決まるとした。Hayashi ら [18] は、双晶は羽の幅方向全体にわたって存在することもあるが、基本的には外縁付近に存在することを指摘した。Sato ら [25] は、電子線後方散乱回折法 (electron backscatter diffraction; EBSD) を用いて、羽の内側の界面が $\{259\}_A$ に近く、外側の界面が $\{225\}_A$ に近いことを明らかにした。双晶や、双晶と転位が混在する場合に界面が $\{259\}_A$ や $\{225\}_A$ に近くなることを考慮すると、Sato らの調査結果も間接的ではあるが、少なくとも羽の縁付近に双晶が存在することを示しているといえる。

双晶の配置に関してまとめると、場所としては内部に存在することもあるが基本的に縁付近に存在し、羽領域の占有度合いとしては全幅に存在することもあるが基本的には幅方向の一部のみ存在する。位置と占有率が網羅されているという点で、この知見は網羅的であるといえる。しかし、双晶の積層方向に関しては、羽の長手方向のみが確認されており、幅方向に積層するかどうかに関する議論はなされていない。双晶が羽の幅方向にも積層することは特に否定できないため、本研究では幅方向にも積層することを確認する。

3.1.3 本章の目的

本章では、粗大なバタフライマルテンサイトが、ブロックが粗大であることに起因して緻密なマルテンサイトよりも硬度が小さいことを確認する。それに関連して、硬度に対して固溶元素、転位密度の影響が限定的であることを確認する。また、双晶がバタフライマルテンサイトの羽の幅方向にも積層することを確認する。

3.2 組織観察および硬度測定を行うための試料の作製方法

直径 12 mm の棒材として市販されている均質化済の S55C 低合金中炭素鋼 (Fe-0.56C-0.20Si-0.71Mn-0.017P-0.010S (in wt.%) を機械加工して、高さ 12 mm、直径 8 mm の円柱形状の小片を作成した。その小片に対して、加工に伴う残留応力を取り除くための、1073 K で 18 ks 保持したあと 1 K/min の速度で徐冷するアニール処理を行い、試験片とした。そして、熱間加工再現試験装置 (富士電波工機製、サーメックマスター Z、最大荷重 15 t) を用いて焼入れを行い、マルテンサイトを生成させた。焼入れ処理では、室温の試験片を誘導加熱によって 100 s かけて 1273 K に加熱し、組織をオーステナイト化したのち水冷した。なお、温度測定および制御のために、試験片の高さ半分の地点の表面に熱電対を溶接した。また、断熱のために、試験片と金型の間に厚さ 200 μm の雲母板を挟んだ。実験中の試験片表面の酸化を防ぐために、実験は窒素雰囲気で行った。図 3.1 に、試験片と誘導加熱コイル、および水スプレーの配置などを示す。

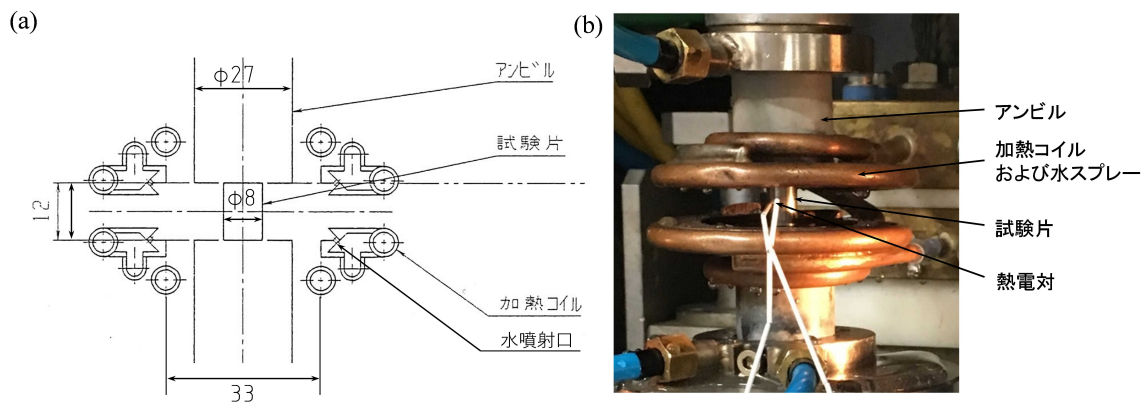


図 3.1 (a) 誘導加熱コイル，冷却ユニットの配置図，(b) 実験時の装置および試験片の様子。

3.3 ラスマルテンサイトとバタフライマルテンサイトの硬度測定

3.3.1 測定方法

試験片の高さ半分の地点で、表面から 500–1000 μm 内側の範囲に形成したマルテンサイト組織に対して、硬度測定を行った。

硬度はナノインデント (Hysitron TI 950 TriboIndenter) を用いて測定した。圧子はバーコビッチ圧子を用い、装置のキャリブレーションは溶融石英を用いて行った。硬度測定にあたっては、圧子を 50 $\mu\text{N/s}$ の荷重増加速度で 1000 μN となるまで押し込み、その状態で 30 s 間保持した。また、使用した装置には圧子をプローブとして使う走査プローブ顕微鏡 (Scanning Probe Microscope; SPM) 機能も搭載されており、ナノインデンテーション前後の試料表面を観察することができる。SPM 観察を行う場合は、走査荷重を 1 μN 、走査速度を 1 Hz とした。測定および観察用の断面は、試験片を高さ方向半分のところで切断し、切断面を機械研磨したあと 1 μm のダイヤモンド、0.03 μm のコロイダルシリカ懸濁液を用いて研磨して作成した。

3.3.2 硬度測定の結果と考察

バタフライマルテンサイト、およびその周囲のラスマルテンサイトに対して、ナノインデンテーション法を用いて硬度測定を行った。図 3.2(a) は中央にバタフライマルテンサイトを含む領域の SPM 像であり、図 3.2(b) は同視野の画像にバタフライマルテンサイトの位置を書き込んだ画像である。図 3.2(c) はナノインデンテーション後の同視野の SPM 像である。1 つのバタフライマルテンサイトとその周囲のラスマルテンサイトに対して、硬度測定に伴う圧痕がメッシュ状になっているのが確認できる。

まず、バタフライマルテンサイト内部における硬度分布の調査結果を説明する。図 3.3(a) に、バタフライマルテンサイト内部の領域の定義を示す。ここでは、外縁と内縁から $1\ \mu\text{m}$ 以内の領域を縁領域、それ以外を内領域とした。図 3.3(b) に、5 つのバタフライマルテンサイトを対象とした、硬度分布の調査結果を示す。軽微ながら、外縁領域の硬度が、それ以外の領域の硬度よりも大きいことが分かった。この硬度差について考察する。縁領域の硬度は、マルテンサイトの界面、および周囲のマルテンサイトの影響を受ける。しかし、これらの影響は外縁と内縁で等しいと考えられるため、外縁部だけ硬度が大きくなることを説明できない。すなわち、この硬度差は、当該のバタフライマルテンサイトの下部構造によるものと考えられる。外縁部は、先行研究にて双晶の存在がよく確認される領域である。双晶は転位強化の効果を有することから、バタフライマルテンサイト内部での硬度差は、双晶の存在に起因するものだと考えられる。

次に、バタフライマルテンサイトの領域とラスマルテンサイトの領域の平均的な硬度差について説明する。図 3.4 から、バタフライマルテンサイトの硬度が $1.6\ \text{GPa}$ 程度小さいことが分かる。すなわち、バタフライマルテンサイトは、部分的にはラスマルテンサイトと同等の硬度をもつ領域が存在するものの、平均的にはラスマルテンサイトよりも硬度が低いことが分かった。

ナノインデンタの測定結果の解釈の仕方について補足する。今回の測定は、ラスマルテンサイトの領域とバタフライマルテンサイトの領域の内部に、粒界強化の効果が小さい領域がどの程度存在するか、という調査だったと解釈できる。ナノインデンテーション時にできる圧痕は、一辺 $0.5\ \mu\text{m}$ 程度の正三角形となる。中炭素鋼のラスマルテンサイトのブロックの幅は $0.2\text{--}0.5\ \mu\text{m}$ 程度であるため [18]、図 3.5(a) に示すように、インデンテーションの結果には必ず粒界強化の効果が含まれている。一方バタフライマルテンサイトの場合はブロックの幅が数 μm 程度ある。そのため図 3.5(b) のように、ブロック境界から離れた内領域は、粒界強化の効果が小さいはずである。実際、この領域における硬度はラスマルテンサイトの領域の硬度より低い。つまり、粗大なバタフライマルテンサイトの領域の内部には、少なくとも圧痕の大きさ程度、粒界強化の効果が小さい領域が存在することが分かる。

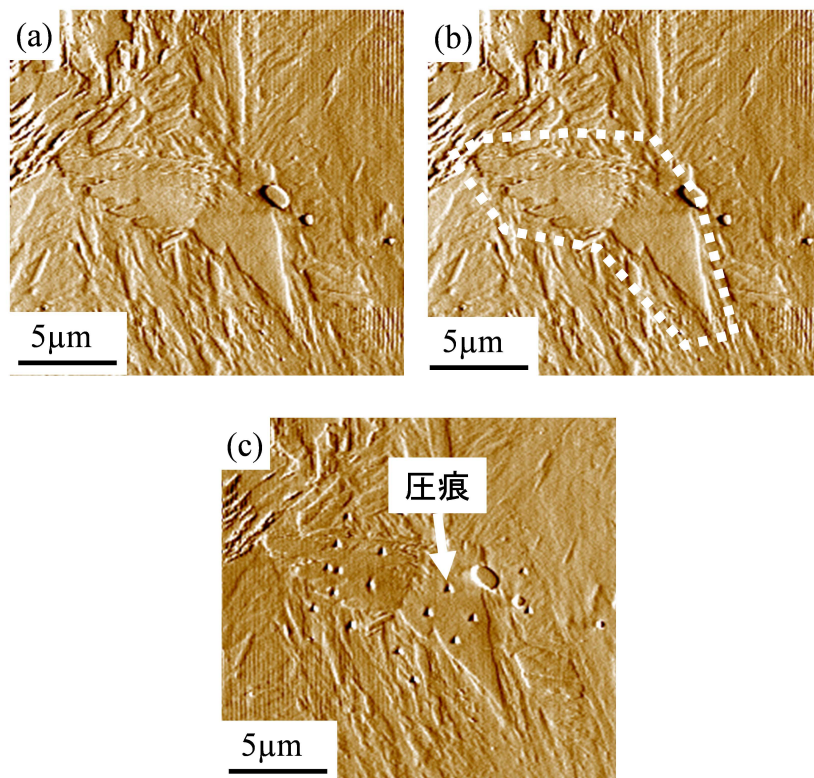


図 3.2 硬度測定の例. (a) バタフライマルテンサイトを含む領域の SPM 像. (b) バタフライマルテンサイトの位置を記入した画像. (c) 硬度測定を行ったあとの同視野の SPM 像.

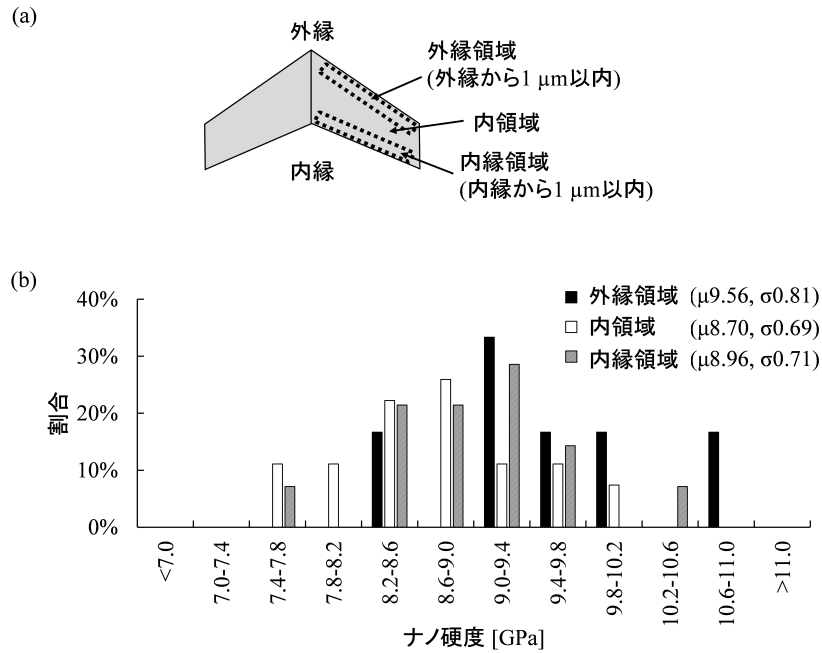


図 3.3 (a) バタフライマルテンサイト内部の領域の定義. (b) バタフライマルテンサイト内部の硬度分布. μ と σ はそれぞれ平均値と標準偏差を意味する.

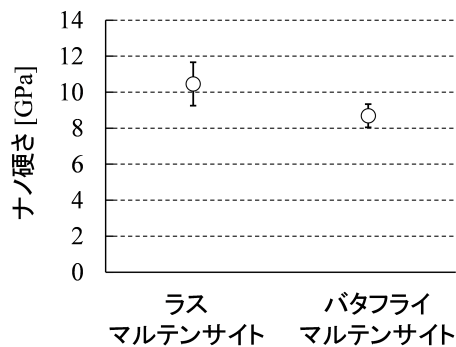


図 3.4 ラスマルテンサイトの領域とバタフライマルテンサイトの領域の硬度測定結果.

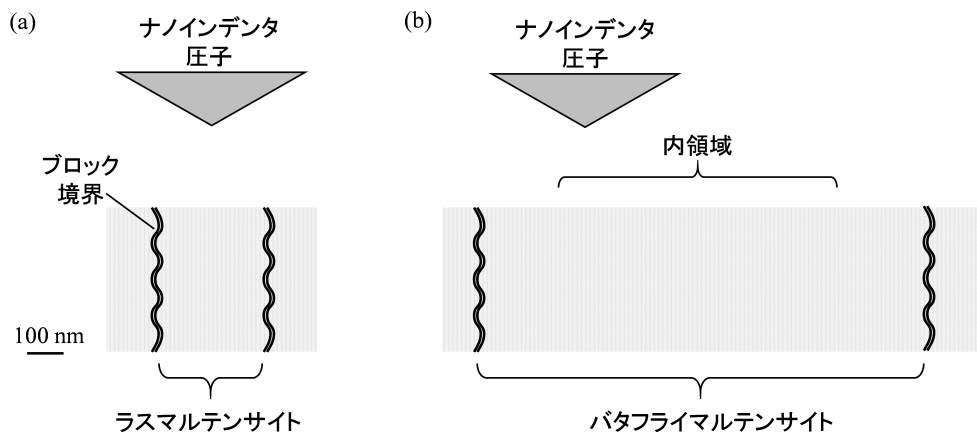


図 3.5 マルテンサイトブロックと、ナノインデンタの圧子の大小関係の模式図. (a) ラスマルテンサイトブロック. (b) バタフライマルテンサイトブロック.

3.4 ラスマルテンサイトとバタフライマルテンサイトの炭素濃度測定

3.4.1 測定方法

試験片の高さ半分の地点で、表面から 500–1000 μm 内側の範囲に形成したマルテンサイト組織に対して、炭素濃度測定を行った。

炭素濃度の測定は、走査型電子顕微鏡 (JEOL JSM-7200F; FE-SEM/EBSD/SXES; Scanning Electron Microscope; SEM) に搭載した軟 X 線分光器 (JEOL SS-94000SXES) を用いて行った。また、使用する SEM は TSL 社の OIM (Orientation Imaging Microscopy) 結晶方位測定システムを搭載しており、EBSD 法による結晶方位測定も行うことができる。加速電圧は、SEM 観察および軟 X 線測定時は 5 kV、EBSD 測定時は 15 kV とした。測定用の断面は、試験片を高さ方向半分のところで切断し、切断面を機械研磨したあと 1 μm のダイヤモンド、0.03 μm のコロイダルシリカ懸濁液を用いて研磨して作成した。

3.4.2 炭素濃度測定の結果と考察

まず、炭素濃度の評価方法について説明する。図 3.6(a) は、バタフライマルテンサイトとそれを囲むラスマルテンサイトを EBSD 測定した際の Image Quality (IQ) マップであり、図 3.6(b) は同視野の SEM 像である。また、図 3.6(c) は IQ マップに、バタフライマルテンサイトの位置と炭素濃度の測定位置を記入した画像である。図 3.6(c) から、片方の羽の長さが長いバタフライマルテンサイト BM1 と、二つの羽の長さがほぼ等しい BM2 が隣り合って存在していることが分かる。図 3.7 は、ラスマルテンサイトの領域 (地点 3) と、バタフライマルテンサイトの領域 (地点 7) において測定されたスペクトルである。図 3.7(a) は全エネルギー範囲、図 3.7(b) は炭素に起因する 270–286 eV のピークを含む範囲の拡大図である。このスペクトルにおいて、ピーク部分の波形と横軸で囲まれた部分の面積が、そのピークに対応する元素の濃度に比例する。

図 3.8 に 5 つのバタフライマルテンサイト、およびその周囲のラスマルテンサイトの調査結果を示す。なお、視野ごとにスペクトル強度が異なるため、視野ごとに積分値の平均値で除した相対値とした。その結果、バタフライマルテンサイトの領域の炭素濃度は、ラスマルテンサイトの領域よりも 2% 程度低いことが分かった。素材が含む炭素濃度は 0.56 wt.% であるから、それに対する 2% の 0.01 wt.% 程度が、両マルテンサイト領域の炭素濃度差となる。これは装置の分解能である 0.0003 wt.% よりも大きいため、実際に存在する炭素濃度差であると考えられる。そこで、炭素濃度とマルテンサイトの硬度の関係を調査した先行研究 [79] の知見に基づき、測定された炭素濃度差から生じる硬度差を推定した。炭素濃度が 0.56 wt.% の素材において、炭素濃度 0.01 wt.% の変動で発生する硬度差は 0.08 GPa 程度である。

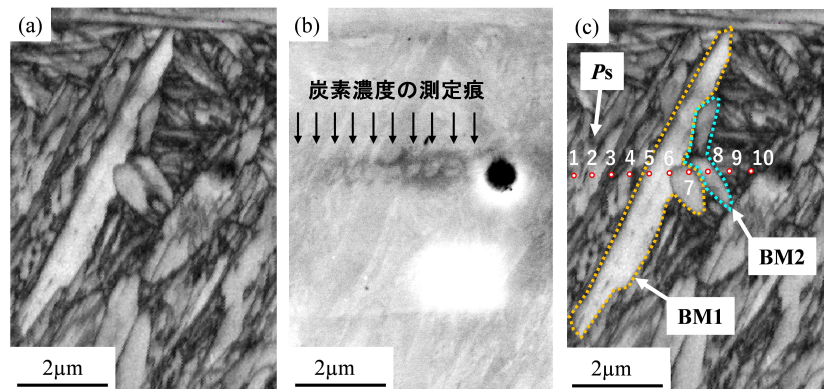


図 3.6 炭素濃度の測定結果. (a) 対象とする領域の IQ マップ. (b) IQ マップと同視野の SEM 像. (c) IQ マップに情報を記入した画像. 画像において、BM はバタフライマルテンサイトを示す。Ps は炭素濃度を測定した位置を示す。また、炭素濃度の測定位置は、説明のために左から番号を振っている。

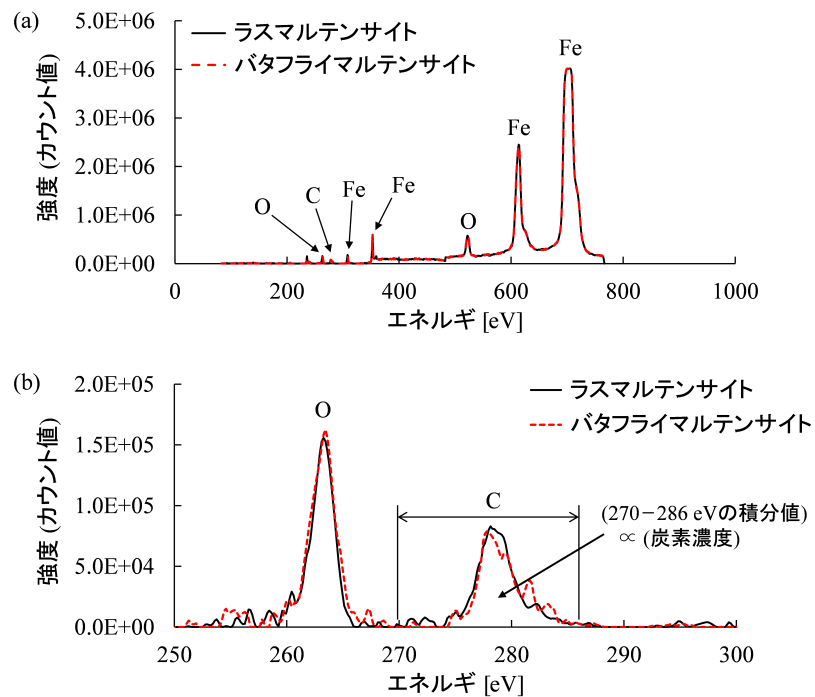


図 3.7 ラスマルテンサイトの領域とバタフライマルテンサイトの領域においてそれぞれ測定した発光スペクトルの例. (a) 全エネルギー範囲, (b) 炭素に起因するスペクトルを含む範囲. なお, ラスマルテンサイトの領域のスペクトルは図 3.6 の地点 3, バタフライマルテンサイトの領域のスペクトルは地点 7 のもの.

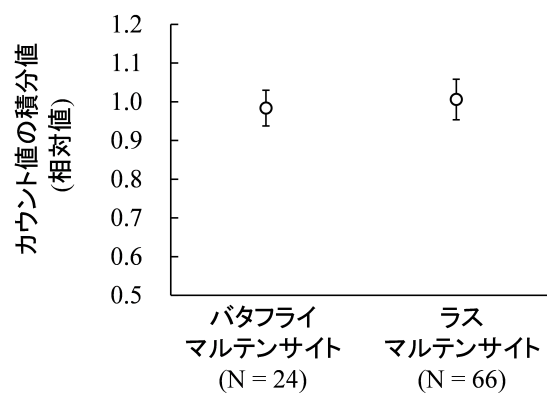


図 3.8 ラスマルテンサイトの領域とバタフライマルテンサイトの領域の, 炭素に起因する発光スペクトルの積分結果.

3.5 ラスマルテンサイトとバタフライマルテンサイトの転位密度測定

3.5.1 測定方法

試験片の高さ半分の地点で、表面から 500–1000 μm 内側の範囲に形成したマルテンサイト組織に対して、転位密度測定を行った。

転位密度の測定は、透過型電子顕微鏡 (JEOL JEM-2800; TEM) を用いて行った。TEM の加速電圧は 200 kV とした。また、観察用の薄片は、収束イオンビーム装置 (HITACHI SMF-1000; Focused Ion Beam; FIB) を用いて作成した。ビームの加速電圧は 30 kV、電流は 10 pA とした。

3.5.2 転位密度測定の結果と考察

バタフライマルテンサイトの領域とその周囲のラスマルテンサイトの領域に対して、TEMを用いた転位密度の調査を行った。この調査の目的は、ラスマルテンサイトとバタフライマルテンサイトの硬度差が、転位密度の差に起因するかどうかの調査である。したがって、3.3の調査で硬度差が生じていた羽内部および内縁付近を調査対象の領域とした。

図 3.9(a) はバタフライマルテンサイトとラスマルテンサイトを含む領域の、走査型透過電子顕微鏡 (Scanning Transmission Electron Microscope; STEM) 像である。また、その画像にマルテンサイトの種類や高倍観察時の視野を記入したものが図 3.9(b) である。図 3.9(c) は視野 A1 の STEM 像であり、左上側がバタフライマルテンサイトでそれ以外がラスマルテンサイトである。図 3.9(d) は視野 A2 の STEM 像であり、左下側がバタフライマルテンサイトでそれ以外がラスマルテンサイトである。図 3.9(c) と図 3.9(d) では、いくつかの転位を矢印で示している。

転位密度は、TEM 像上に見える転位を実際に数えることで算出する。TEM 像上に見える転位の本数は試料の厚みの影響を受けるため、視野間で試料の厚みをそろえる必要がある。本研究では FIB を用いて一様に研削して試験片を作成しているため、厚みの条件は問題はない。しかし、転位をはじめとする結晶欠陥が大量に存在し、電子が散乱されることで雲状のコントラストが視野全体にかかり、転位のコントラストを明瞭に視認できる領域がほとんど存在しない。試料の厚みを薄くすることで邪魔なコントラストは軽減できるものの、転位が抜けるという別の問題が発生する。これらの理由から、転位密度の定量的な評価は断念し、定性的に顕著な差は無し、と結論づけることとした。参考に、ごく狭い範囲を使って転位密度を測定した結果、ラスマルテンサイトの領域が $2.5 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ 、バタフライマルテンサイトの領域が $2.7 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ となり、いずれにしても顕著な差は見られなかった。

そこで、定性的に差がないと判断する範囲を 1 オーダー (± 10 倍) とし、その範囲で最大どの程度の硬度差が生じるか、先行研究の知見を利用して評価を行った。まず、炭素鋼の転位密度について調査した研究 [80] によれば、焼入れままのマルテンサイトにおける炭素量 C [wt.%) と転位密度 ρ [m^{-2}] の関係を求めると、0–0.6 wt.% の範囲では下記となる。

$$\rho = 0.6 \times 10^{15} + 3.0 \times 10^{15} \cdot C \quad (3.1)$$

3.1 式から、炭素を 0.56 wt.% 含むマルテンサイト組織の転位密度は、 $2.3 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ 程度と予想される。転位密度が ρ_0 [m^{-2}] から ρ [m^{-2}] に変化した場合の流動応力の変化 $\Delta\sigma$ [MPa] の間には、Bailey–Hirsch の式から導かれる次の関係がある [81]。

$$\Delta\sigma = \alpha\mu b \cdot (\sqrt{\rho} - \sqrt{\rho_0}) \quad (3.2)$$

3.2 式において、鉄鋼のマルテンサイトでは、 α は定数で 0.4 程度、 μ は剛性率で 85 GPa 程度、 b はバーガスベクトルの大きさを 0.25 nm 程度の値がよく用いられる [82] [83]。単純炭素鋼では、ナノ硬さ H_n [GPa] とビッカース硬さ H_V [HV] の間には次の 3.3 式の関係があることが分かって

いる [15].

$$H_n \simeq 1.2 \cdot H_V \quad (3.3)$$

また経験的に、(流動応力 [MPa]) $\simeq 3 \times$ (ビッカース硬さ [HV]) である。これらを合わせると、ナノ硬さの増分 ΔH_n [GPa] と転位密度 [m^{-2}] の間の関係として、次の 3.4 式が得られる。

$$\Delta H_n = 0.48 \times 10^{-8} \cdot (\sqrt{\rho} - \sqrt{\rho_0}) \quad (3.4)$$

これらの式を用いて、転位密度に 1 オーダーの範囲で最大限差があった場合に生じる硬度差を計算したところ、0.5 GPa 程度であることが分かった。

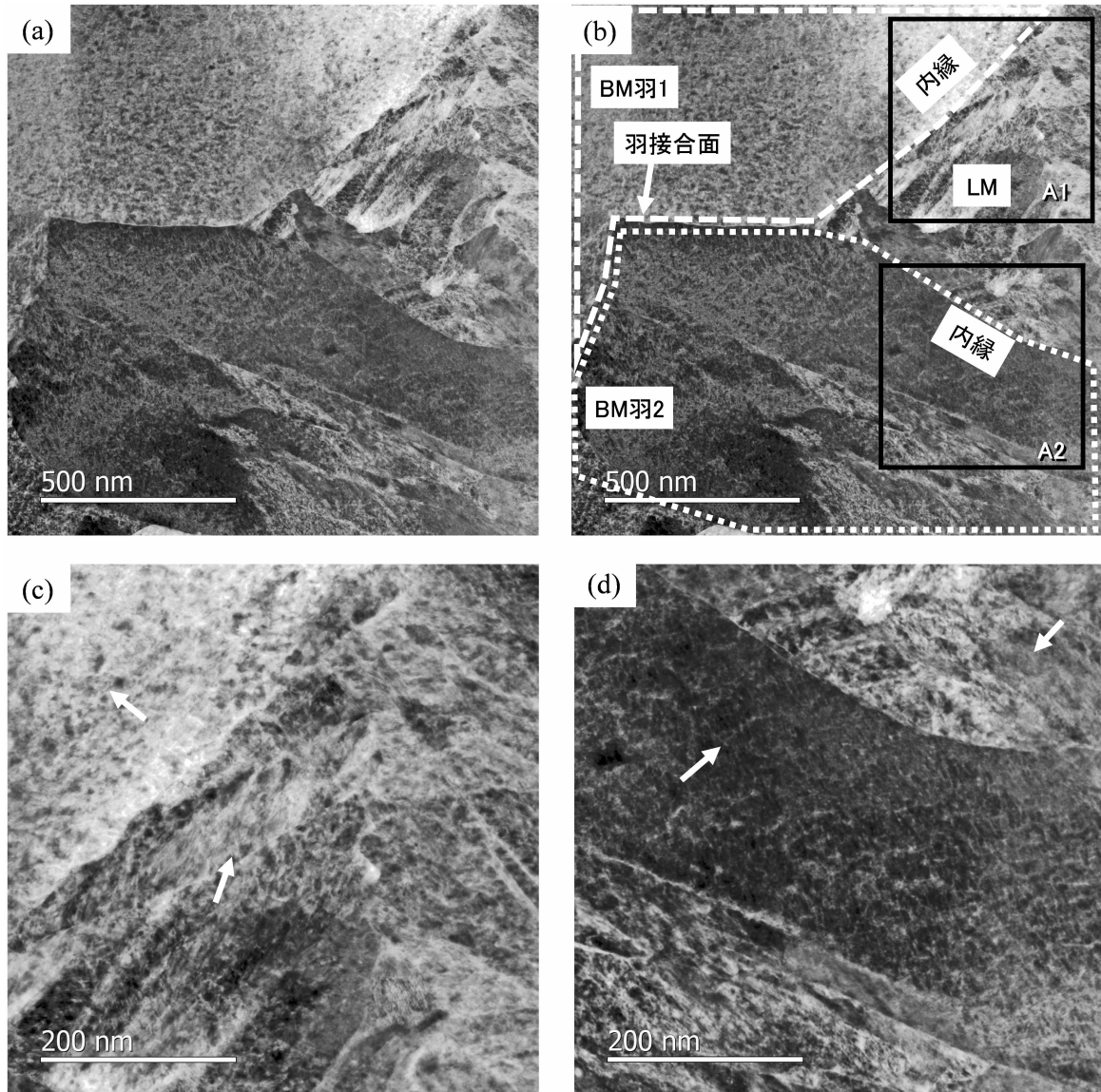


図 3.9 TEM を用いた転位密度の測定結果. (a) バタフライマルテンサイトとラスマルテンサイトを含む領域の STEM 像. (b) STEM 像にマルテンサイトの位置や高倍観察時の視野を記入した画像. BM と LM はそれぞれバタフライマルテンサイトとラスマルテンサイトを意味する. (c) 視野 A1 の STEM 像. (d) 視野 A2 の STEM 像. 図 (c)(b) 内部の矢印は転位を示す.

3.6 粗大なバタフライマルテンサイトがラスマルマルテンサイトに比べて、粗大であることに起因して柔らかいことの確認

ナノインデンタを用いた測定で、粗大なバタフライマルテンサイトがラスマルマルテンサイトよりも硬度が小さいことが分かった。ここでは、その硬度差が、主にマルテンサイトのブロックサイズに起因するものであることを考察する。

まず、多結晶組織の硬度は 3.5 式のようにあらわせる [84]。

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_{ss} + \sigma_{gb} + \sqrt{\sigma_{dis}^2 + \sigma_{pp}^2} \quad (3.5)$$

ここで、 σ_0 は単結晶時の強さ、 σ_{ss} は固溶強化、 σ_{gb} は粒界強化、 σ_{dis} は転位強化、 σ_{pp} は析出強化の寄与である。本研究で用いている素材では析出強化は起こらないと考えてよく、 $\sigma_{pp} = 0$ とすると、3.5 式は次の 3.6 式ようになる。

$$\sigma^l = \sigma_0^l + \sigma_{ss}^l + \sigma_{gb}^l + \sigma_{dis}^l \quad (3.6)$$

3.6 式で、右上の添え字はマルテンサイトの種類を意味する。ラスマルマルテンサイトの場合は l で、バタフライマルテンサイトの場合は b となる。このとき、ラスマルマルテンサイトの領域とバタフライマルテンサイトの領域の硬度差は、次の 3.7 式のように計算される。

$$\Delta\sigma^{l-b} = (\sigma_0^l - \sigma_0^b) + (\sigma_{ss}^l - \sigma_{ss}^b) + (\sigma_{gb}^l - \sigma_{gb}^b) + (\sigma_{dis}^l - \sigma_{dis}^b) \quad (3.7)$$

結晶構造が同じであるため、単結晶時の強さの差である右辺 1 つ目の括弧はゼロとなる。また、炭素濃度の調査結果から、右辺 2 つ目の括弧もゼロとしてよい。さらに、今回測定した値 $\Delta\sigma^{l-b} = 1.6 \text{ GPa}$ とし、転位密度差による硬度差が最大で存在したとして $(\sigma_{dis}^l - \sigma_{dis}^b) = 0.5 \text{ GPa}$ を代入すると、粒界強化の寄与は少なくとも 1.1 GPa 程度あることが分かる。

上記考察から、粗大なバタフライマルテンサイトはラスマルマルテンサイトに比べて、ブロックが粗大であることに起因して柔らかいといえる。

3.7 高い硬度を有するマルテンサイトの組織形態の提案

粗大なバタフライマルテンサイトは、ブロックが粗大であることに起因して、ラスマルマルテンサイトに比べて硬度が小さいことが判明した。このことから、低合金中炭素鋼のマルテンサイト組織の硬度を増加させようとした場合に、粗大なバタフライマルテンサイトを微細化することが、有力な策であるといえる。つまり、組織の形態に関して言えば、バタフライマルテンサイトのブロック幅がラスマルマルテンサイトのブロック幅と同等になった、一様に緻密な組織が望ましい組織といえる。このとき、2つの羽はそれぞれ別個のブロックとして考えてよい。ため、バタフライマルテンサイトの形態に関しては、特徴的な2枚羽形状を保っていても崩れてしまっても、どちらでもよい。

1.4節および2.4節で、急速温間オースフォームがラスマルマルテンサイトとバタフライマルテンサイトの両方を微細化しうることを説明した。先に述べたような組織形態を実現する見込みはあるといえる。

3.8 バタフライマルテンサイト内部での双晶の積層方向の調査

3.8.1 組織観察および結晶方位の測定方法

試験片の高さ半分の地点で、表面から 500–1000 μm 内側の範囲に形成したマルテンサイト組織に対して、観察およびを行った。

形成したマルテンサイト組織は、光学顕微鏡と走査イオン顕微鏡 (Hitachi FB-2000A; Scanning Ion Microscope; SIM) を用いて観察した。SIM の加速電圧は 30 kV とした。また、観察用の断面は、試験片を高さ方向半分のところで切断し、切断面を機械研磨したあと 5% のナイトル液でエッチングして作成した。マルテンサイトの下部組織は、透過型電子顕微鏡 (JEOL JEM-2000EXII か JEM-ARM200F; TEM) を用いて観察した。TEM の加速電圧は 200 kV とした。また、観察用の薄片は、ツイングジェット方式の電解研磨装置 (Struers TenuPol-5) を用いて作成した。マルテンサイトの結晶方位の情報は、EBSD 測定で取得した。装置は、TSL 社の OIM 結晶方位測定システムを搭載した走査型電子顕微鏡 (JEOL JSM-7100F; SEM) を用いた。顕微鏡の加速電圧は 15 kV で、EBSD 測定のステップサイズは 0.1–0.3 μm である。測定用の断面は、試験片を高さ方向半分のところで切断し、切断面を機械研磨したあと 1 μm のダイヤモンド、0.03 μm のコロイダルシリカ懸濁液を用いて研磨して作成した。

3.8.2 EBSD の測定データを用いたバタフライマルテンサイト内部の双晶の積層方向の特定手法

3.8.2.1 提案手法の概念

バタフライマルテンサイトの羽内部の双晶の積層方向を確認するには、従来は TEM が用いられてきた。しかし、TEM を用いた観察は、試料作製に時間がかかったり、顕微鏡の試料傾斜範囲の制約のために双晶のコントラストを現出できなかったりと、大量観察が難しい。そこで、EBSD の測定データを用いた大量観察に向けた手法を構築する。

この方法は、先行研究の知見である、双晶の領域によってバタフライマルテンサイトの羽角が決定されることと、本研究の仮説である、双晶が羽の長手方向と幅方向に積層しうることに基づいている。双晶の積層方向に注目すると、図 3.10 に示すように、バタフライマルテンサイトは大きく 3 つのパターンに分類できると考えられる。さらに、それぞれのパターンで鋭角と鈍角の場合が考えられる。すなわち、パターン A では、両方の羽で、双晶が羽の長手方向に積層する。そして、それぞれの羽の双晶の晶癖面のなす角が羽角となる。パターン B では、一方の羽では双晶が羽の長手方向に積層し、もう一方の羽では幅方向に積層する。そして、晶癖面と双晶面のなす角が羽角となる。パターン C では、両方の羽で、双晶が羽の幅方向に積層する。そして、それぞれの羽の双晶面のなす角が羽角となる。

前段落にて、双晶の積層方向が決まり、そして羽角が決まると説明した。提案手法はこの逆をたどる。まず、2 つの羽のそれぞれのバリエーションを特定し、双晶面と晶癖面を理論的に算出する。その結果を用いて、A1-C2 すべてのパターンの羽角を算出する。そして、その中から、観察断面上で実測した羽角に最も近いものを探す。その羽角に対応するパターンが、注目したバタフライマルテンサイトの双晶の積層方向のパターンである。ただし、バタフライマルテンサイトは立体形状をしているため、断面によって羽角が変わりうる。実際、図 3.11 に示すように観察断面上での見かけの羽角は、鋭角から鈍角の範囲で大きくばらついている。あわせて、観察面の影響を取り除く方法も提案する。

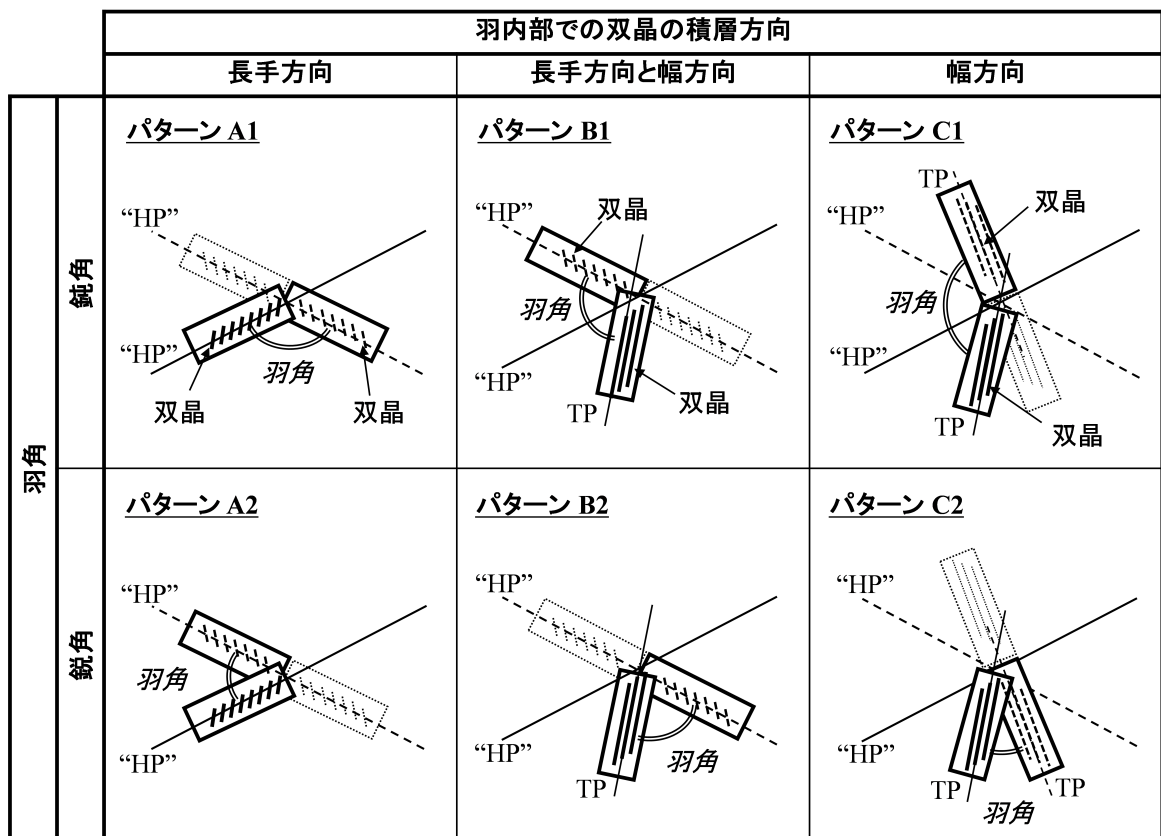


図 3.10 バタフライマルテンサイト内部の双晶の積層方向の分類. HP と TP はそれぞれ、晶癖面と双晶面を意味する. 実際の晶癖面には局所的なゆがみなどが存在するため、平均的なものであることを示すために “” を付けている.

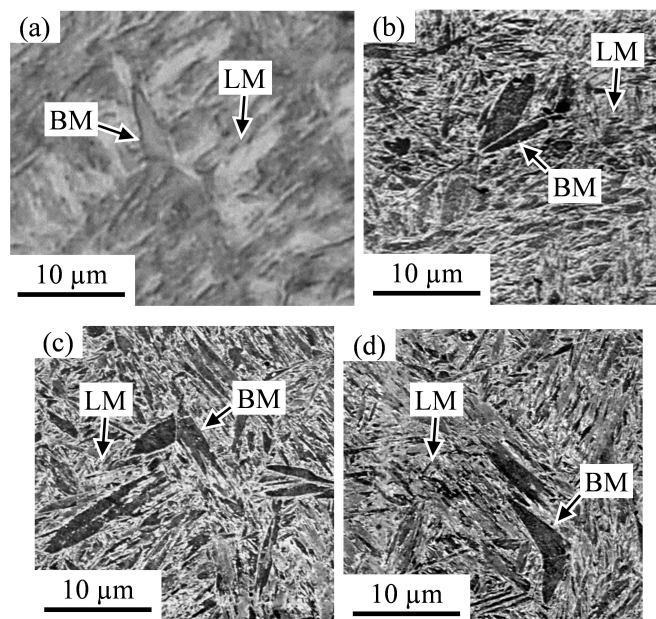


図 3.11 本研究で観察した，低合金中炭素鋼のマルテンサイト組織．LM と BM は，それぞれラスマルテンサイトとバタフライマルテンサイトを意味する．(a) 光学顕微鏡像，(b)(c)(d)SIM 像．

3.8.2.2 本手法に必要な数学 ～マルテンサイト変態の現象論

バタフライマルテンサイト内部での双晶の積層方向の調査に必要な数学，いわゆるマルテンサイト変態の現象論 (Phenomenological Theory of Martensite Crystallography; PTMC) [21] [8] [85] [86] [87] について説明する。PTMC では，マルテンサイト変態が，ベイン変形・せん断変形・剛体回転の合成として想定され，それが1次変換の形で表現される。

まず，PTMC の概念について説明する。以下の説明は，マルテンサイト変態においてどのようなことが起きたかを順序立てて切り分けて記述したものであって，どのように起きたかを説明するものではないことを先に断っておく。格子が面心立方格子から体心立方格子に変化するためには，格子定数の差に起因して，図 3.12(a) に示すように，高さ方向の圧縮，幅と奥行方向の膨張が必要である。これはベイン変形と呼ばれる。図から明らかのように，ベイン変形だけでは不変面ができない。つまり，原子の位置が変わってしまう。そこで，不変面を作るために，せん断変形と剛体回を起こす。なお，以降の説明では原子ひとつひとつを意識するとわかりにくくなるため，単位球というものをを用いて説明する。図 3.12(b) に，ベイン変形前の面心立方格子を示す単位球 s と，ベイン変形後の体心立方格子を示す回転楕円体 e を示す。曲線 $A'B'$ は2つの立体の交線である。ここで，図 3.12(b) のように単位球面上に $OA' = OA$ ， $OB' = OB$ となる点 AB を取る。このとき，円錐面 OAB 上の点 C がベイン変形によって点 C' に移ったならば， C は円錐面 $OA'B'$ 上に存在し， C に対して $OC = OC'$ という関係がなりたつ。次に，図 3.12(c) に示すように，せん断変形によって回転楕円体の x 軸方向への膨張がキャンセルされた曲面 m を考える。このとき，図 3.12(b) の A と A' は x 軸上で一致する。また，先ほどの点 C と C' については， x 軸上の任意の点 D について， $DC = DC'$ という関係が成り立つ。最後に，面 OAB と OAB' が重なるように曲面 m を剛体回転させると，面 OAB が不変面となる。

次に，マルテンサイト変態 F を，ベイン変形 B ，せん断変形 P ，剛体回転 R の合成として求める方法を説明する。まず，マルテンサイト変態 F は次式のように表せる。

$$F = RBP \quad (3.8)$$

これを次のように変形する。なお， P^{-1} は P の反転行列である。

$$FP^{-1} = RB \quad (3.9)$$

3.9 式の左辺において， P がせん断面を不変面とする不変面変形を表す行列であるため， P^{-1} も不変面変形となる。 F も晶癖面を不変面とする不変面変形であることから，左辺は2つの不変面変形の合成となる。つまり左辺は2つの不変面の交線が不変であるような不変線変形を表す。したがって，右辺の RB は不変線変形となる。ここで， B は，オーステナイトとマルテンサイトの格子定数およびベイン変形の方角によって決まるため，既知と考えてよい。せん断面は，想定している素材およびマルテンサイトの種類が分かれば既知と考えてよい。 RB の不変線上のベクトルがせん断面上に乗っていることを制約条件として用いると， R も求めることができる。つまり RB が求まる。 P はせん断面と方向が既知であるため， F が不変面変形となるように P を決定することができる。以上の操作によって， F を具体的に求めることができる。

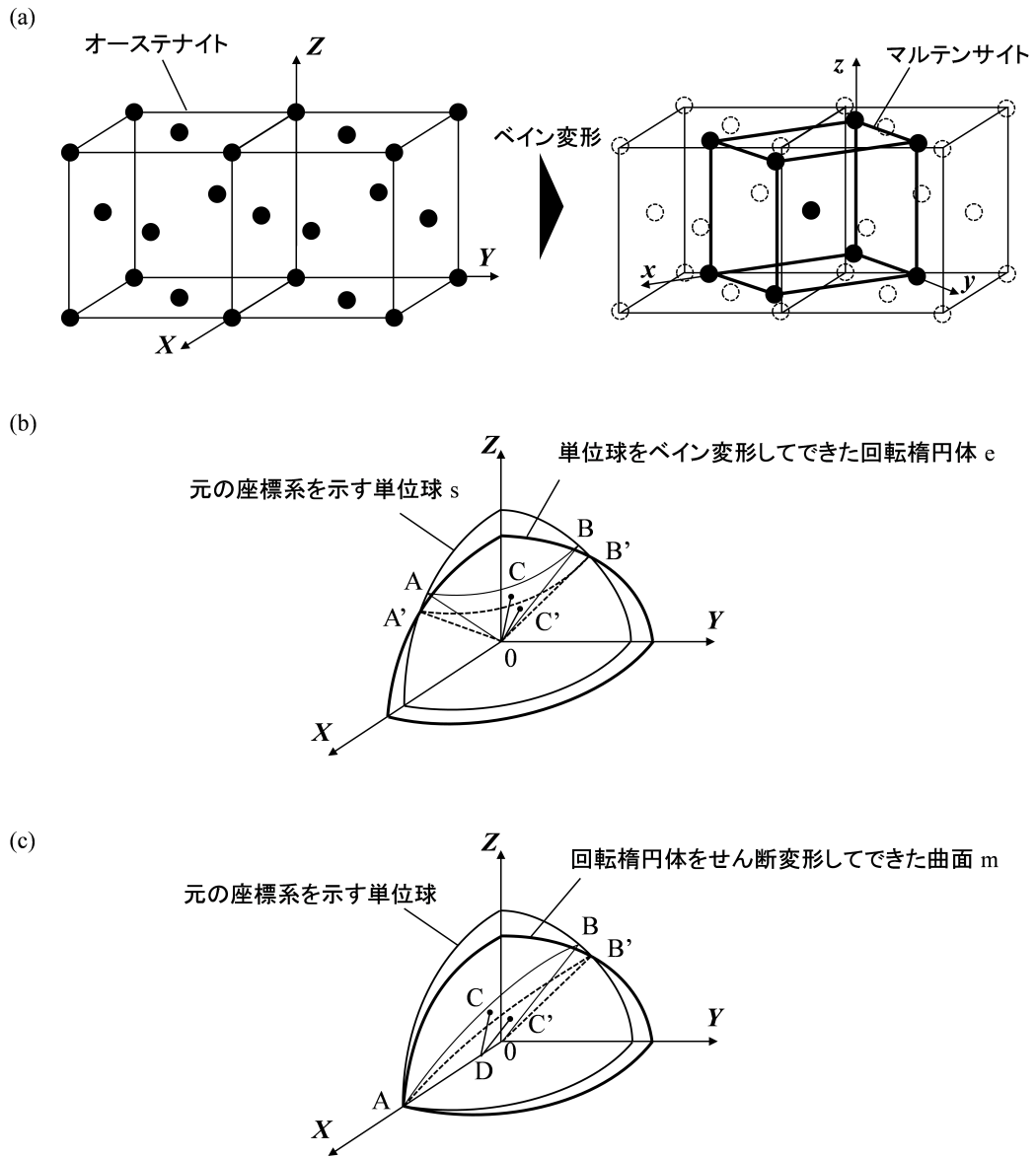


図 3.12 PTMC にしたがって、マルテンサイト変態の行列表現を求めるための操作。(a) 結晶格子を用いて示したベイン変形の模式図。(b) 単位球を用いて示したベイン変形の模式図。(c) 単位球を用いて示した剪断変形の模式図。

3.8.2.3 EBSD の測定データを用いた双晶の積層方向の推定方法

観察面の方向と見かけの羽角の情報から、羽内部での双晶の積層方向を推定する方法を説明する。作業は大きく5つのステップに分けられている。

(Step1) バタフライマルテンサイトの見かけの羽角の測定

先行研究と同様に、バタフライマルテンサイトの外縁のなす角を測定する。

(Step2) 観察方向およびバタフライマルテンサイトのバリエーションの特定

観察面上において、各オーステナイト粒は自由な方向を向いている。図 3.13(a) は、あるひとつのオーステナイト粒に形成したマルテンサイト組織の 001 極点図である。図から、オーステナイトの 001 方位を赤色の菱形のように特定できる。また、EBSD の測定に際して TD-RD 平面と試料の観察面を平行にしておけば、観察面の法線方向 (ND 方向) とオーステナイトの方位関係も把握することができる。図 3.13(b) は、特定したオーステナイトの方位をもとに算出した、K-S バリエーションの投影図である。図 3.13(a) と図 3.13(b) を比較することで、ある領域がどのバリエーションに該当するか知ることができる。すなわち、2つの羽のバリエーションを具体的に知ることができる。

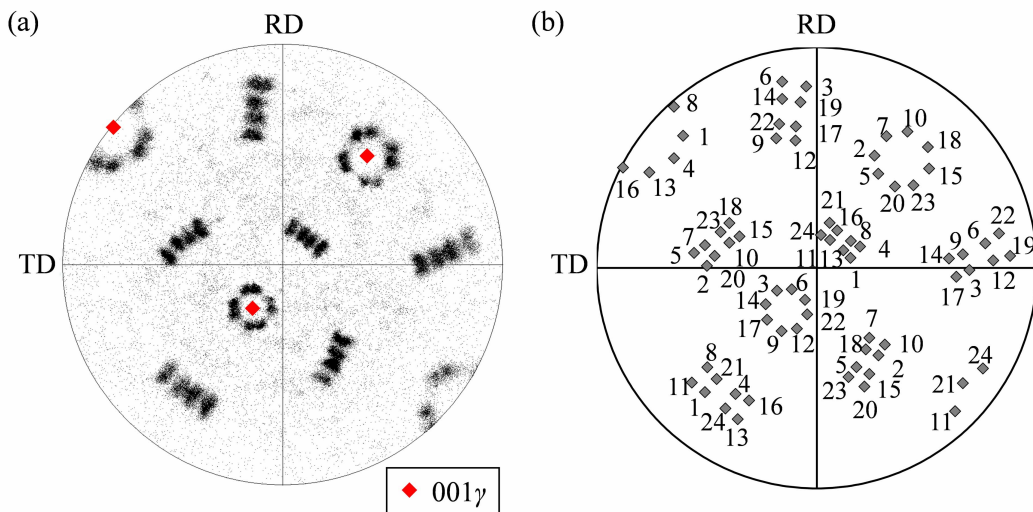


図 3.13 ひとつのオーステナイト粒から生成したマルテンサイトを EBSD 測定した際の 001 極点図 (a) と、それに合わせて理論的に算出した K-S バリエーションの投影図 (b)。

(Step3) PTMC に基づく晶癖面および双晶面の算出

PTMC に基づき、バタフライマルテンサイトの羽内部の双晶面と晶癖面を算出する。下記の計算では、添え字 A と M によって、オーステナイト座標系かマルテンサイト座標系かを区別する。マルテンサイト変態の行列表現を F としたとき、晶癖面 p は、せん断面 s と F から次のように

計算される。

$$p = s - sF^{-1} \quad (3.10)$$

そして、双晶面 t は次のように計算される。

$$t_A = FC^{-1}t_M \quad (3.11)$$

なお、 C はオーステナイト座標系からマルテンサイト座標系への座標変換である。

(Step4) 想定されるすべての真の羽角と見かけの羽角の算出

Step1 に説明した方法で、バタフライマルテンサイトの 2 つの羽のバリエントが特定できる。そして、Step2 の方法で、それぞれの羽の晶癖面と双晶面を算出することができる。ここでは、A1-C2 全てのパターンについて、真の羽角と見かけの羽角を算出する。図 3.14 に示すように、2 つの平面が a と b で表現されるとして、それらがなす角を d とする。また、2 つの平面が、 v で表現される平面で切断されるとして、その平面上で 2 つの平面がなす角を d' とする。このとき、 d と d' は次のように計算される。なお、“ \times ” は外積，“ \cdot ” は内積を示す。

$$a' = v \times a, b' = v \times b \quad (3.12)$$

$$d = \cos^{-1}(a \cdot b) \quad (3.13)$$

$$d' = \cos^{-1}(a' \cdot b') \quad (3.14)$$

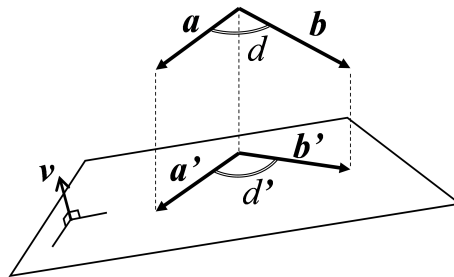


図 3.14 空間内での 2 つのベクトルのなす角と、それをある平面に投影した際の角度。

(Step5) 真の羽角の特定

Step4 にて、A1-C2 のすべてのパターンに関して、計算上の見かけの羽角が算出される。そのなかで、Step1 で実測した見かけの羽角に最も近い羽角となるパターンが、対象としているバタフライマルテンサイトの双晶の積層パターンである。

3.8.3 バタフライマルテンサイト内部での双晶の積層方向の観察結果と考察

図 3.15(a) は、バタフライマルテンサイトを含む領域の明視野像であり、図 3.15(b) はそれにバタフライマルテンサイトの位置などを書き込んだ図である。図 3.15(c) は、視野 A1 の中心付近の P1 点で取得した電子回折図形である。この回折図形から、先行研究と同様の $\{112\}_M$ 双晶が存在していることが分かる。双晶の積層方向を確認するために、回折図形のスポット 1 と 2 の暗視野観察を行った。図 3.15(d) と (e) がそれぞれ、スポット 1 と 2 に対応する暗視野像である。明瞭な明暗のコントラストが双晶の積層に対応し、この羽では、羽の幅方向に双晶が積層していることが分かる。図 3.15(f) はもう一方の羽の明視野像であり、図 3.15(g) は、羽接合面付近の P2 点で取得した電子回折図形である。この羽でも、羽の幅方向に双晶が積層していることが分かる。図 3.15(h) は、このバタフライマルテンサイト内部での双晶の積層方向を示す模式図である。

図 3.16 に、図 3.15 とは異なるバタフライマルテンサイトの TEM 観察結果を示す。図 3.16(a) はバタフライマルテンサイトを含む明視野像であり、図 3.16(b) は同視野についてマルテンサイトの位置などを書き込んだ図である。図 3.16(c) は領域 A1 の拡大図である。図から、羽の幅方向に双晶が積層していることが分かる。また、図 3.16(d) は A2 の拡大図である。図から、羽の長手方向に双晶が積層していることが分かる。図 3.16(e) は、このバタフライマルテンサイト内部での双晶の積層方向を示す模式図である。このバタフライマルテンサイトに関しては、観察に用いた顕微鏡の試料の傾斜範囲では、双晶の存在を示す回折図形を取得することができなかった。そのため、先行研究 [23] [20] [88] [89] を参考に、明視野像のコントラストパターンから双晶の積層方向を判断した。より広い範囲で試料を傾斜させることができれば、図 3.15 の場合と同様に、双晶の存在を示す回折図形を撮影できると考えている。

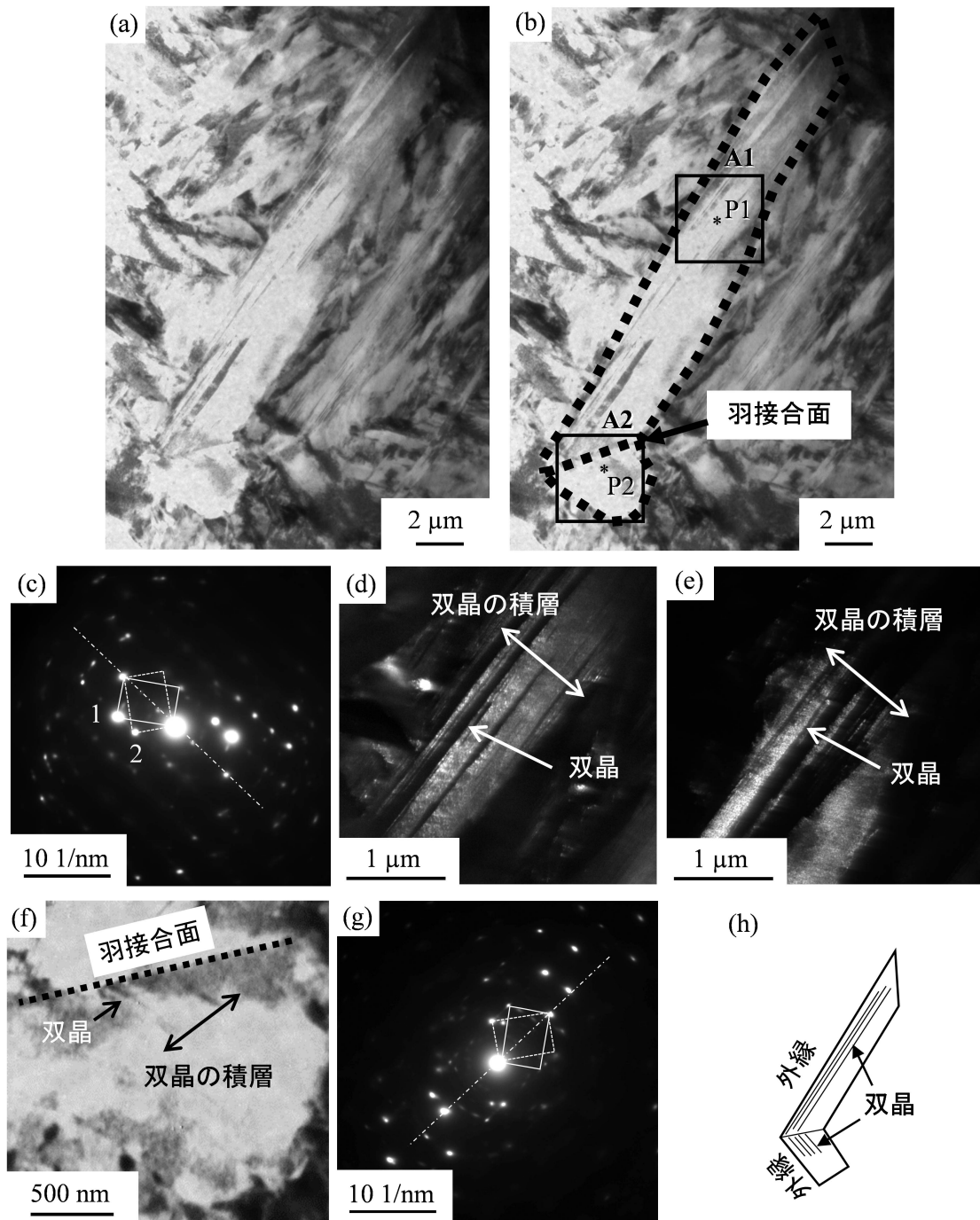


図 3.15 バタフライマルテンサイトの TEM 観察結果. (a) 明視野像. (b) 明視野像に拡大時の視野などを記入した画像. (c) 視野 A1 の中心付近の P1 点で取得した電子回折図形で, (d) と (e) はそれぞれ, スポット 1 およびスポット 2 を用いた暗視野像. (f) 視野 A2 の明視野像. (g) 視野 A2 内の P2 点で取得した電子回折図形. (h) 注目したバタフライマルテンサイト内部での双晶の積層方向の模式図.

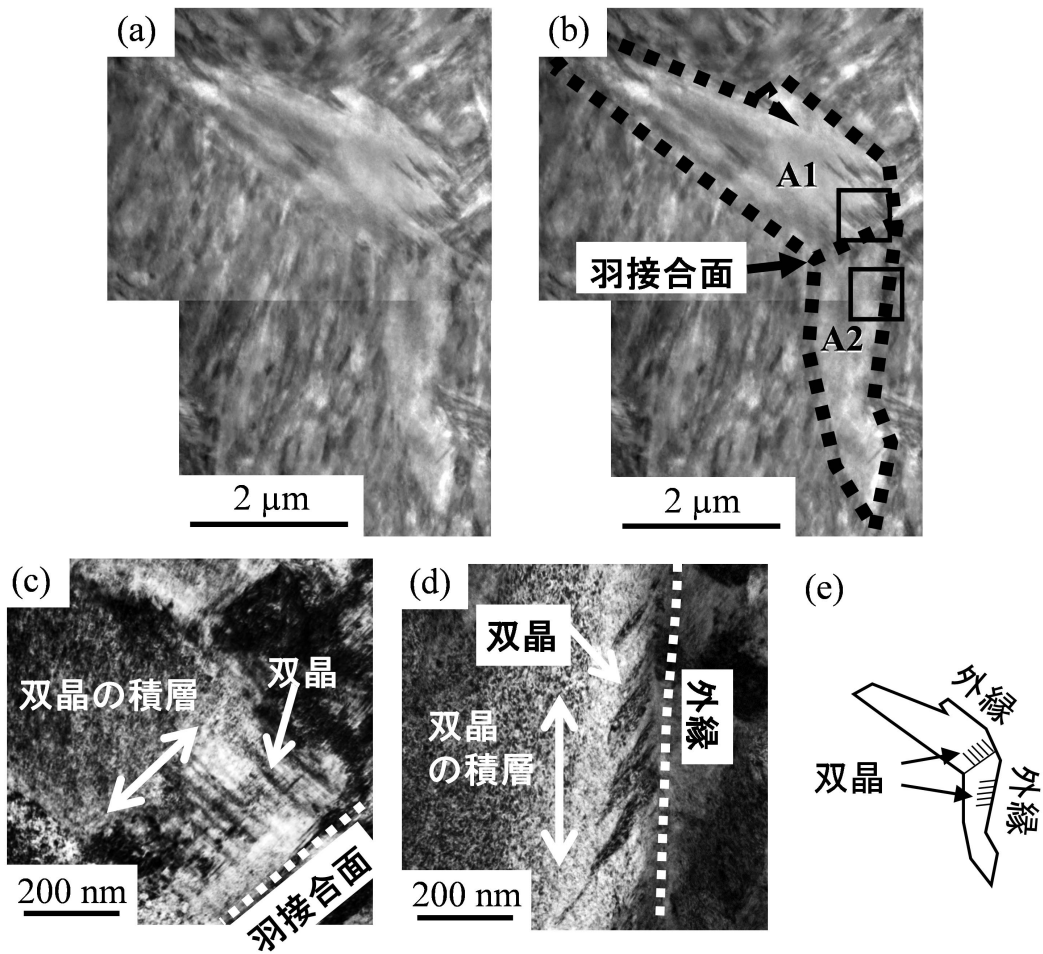


図 3.16 バタフライマルテンサイトの TEM 観察結果. (a) 明視野像. (b) 明視野像にいくつかの情報を記入した画像 (b). (c) 視野 A1 の明視野像. (d) 視野 A2 の明視野像. (e) 注目したバタフライマルテンサイト内部での双晶の積層方向の模式図.

3.8.4 EBSD の測定データを用いた双晶の積層方向の推定結果

3.8.2.3 節で説明したステップに沿って、27 個のバタフライマルテンサイトの双晶の積層方向を推定した。ここでは、2 つのバタフライマルテンサイトを例として、その方法を具体的に示す。なお、粒界に沿って羽が伸びているバタフライマルテンサイトは、形状が粒界の影響を受けている可能性がある。羽角と双晶の積層方向の関係を適切に分析するために、このようなバタフライマルテンサイトは解析の対象外とした。

まず、Step1 と Step2 について具体例を示す。図 3.17(a) は、EBSD 測定で得られる IQ マップである。図 3.17(b) は同視野のマップにマルテンサイトの位置を記入したものである。図 3.17(c) は極点図であり、図 3.17(d) は特定した方位のオーステナイトから生成する K-S バリエントの方位の計算結果である。図 3.17(c) と (d) の比較から、注目したバタフライマルテンサイトの 2 つの羽は、V9/V19 の組み合わせであることが分かる。図 3.18 は、別のバタフライマルテンサイトに対して同様の解析を行った結果である。図 3.18 のバタフライマルテンサイトは、V13/V21 の組み合わせであることが分かる。表 3.1 に、断面上での羽角の実測結果、および各種解析結果を示す。

表 3.1 図 3.17 と図 3.18 のバタフライマルテンサイトの EBSD 測定の結果。

バタフライマルテンサイト	図 3.17 の V9/V19	図 3.18 の V13/V21
見かけの羽角	113°	87°
観察方向	(0.41 0.53 0.74) _A	(0.97 0.23 - 0.03) _A

次に、Step3 と Step4 について具体例を示す。表 3.2 に、計算に用いる定数および結果を示す。格子定数は先行研究 [8] [90] に従って決めた。ベイン変形の方法は 1 章で説明した通りに決めた。格子不変変形の様式は、双晶を下部構造に持つマルテンサイトの結晶学的特徴をよく再現することが知られている $(112)[\bar{1}\bar{1}1]_M$ を仮定した single shear model を想定した。これらを用いて各バリエントのマルテンサイト変態 F し、さらに各バリエントの晶癖面と双晶面を算出した。

最後に、Step5 について具体例を示す。表 3.3 に示すように、A1-C2 すべてのパターンに関して、真の羽角と見かけの羽角を算出した。パターン B については、どちらの羽で、双晶が羽の幅方向に積層しているか (あるいは、どちらの羽で、羽の長手方向に積層しているか) によって、羽角に 2 通りの可能性が存在する。そのため、両方の可能性を記載している。図 3.17 の V9/V19 のバタフライマルテンサイトは、実測の見かけの羽角は 113° である。計算上の見かけの羽角がこれに最も近くなるのは、双晶の積層方向が A1 のパターンであり、真の羽角が 107° であることが分かる。同様に、図 3.18 の V13/V21 のバタフライマルテンサイトについては、双晶の積層方向のパターンが C2 であり、真の羽角が 86° であることが分かる。

以上に例示した方法を、全 27 個のバタフライマルテンサイトに適用した結果を表 3.4 に示す。表から、最も割合の多いパターンは、片方の羽では双晶が羽の幅方向に積層し、もう片方の羽で

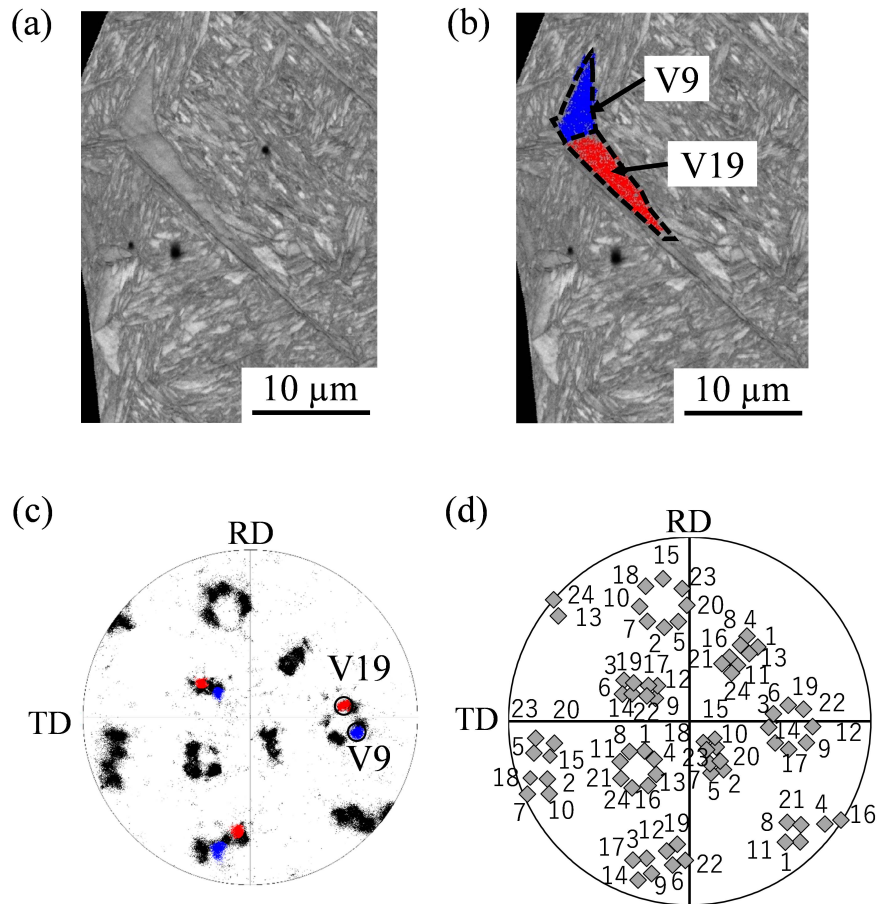


図 3.17 バタフライマルテンサイトの EBSD 測定結果とその解析結果. (a)IQ マップ. (b)IQ マップにバタフライマルテンサイトの位置とバリエーションを記入した画像. (c) 観察範囲の実測の極投影図. (d) 観察範囲の計算上の極投影図.

は長手方向に積層する、パターン B であることが分かる.

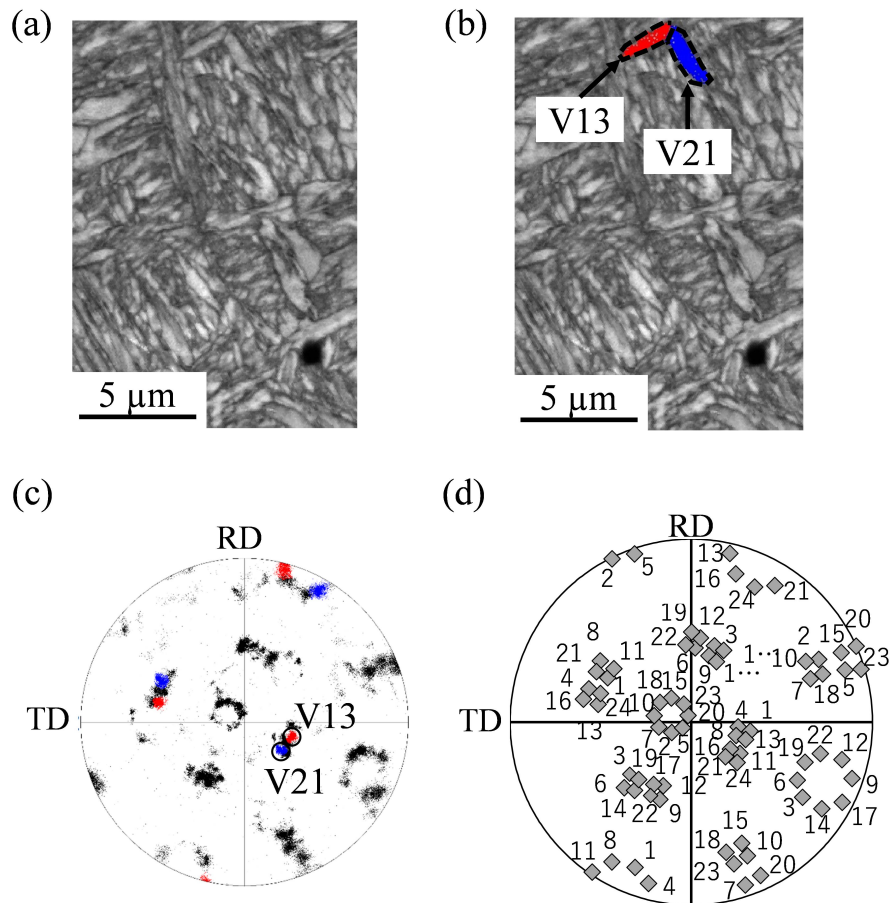


図 3.18 バタフライマルテンサイトの EBSD 測定結果とその解析結果. IQ マップ (a). (b)IQ マップにバタフライマルテンサイトの位置とバリエントを記入した画像. (c) 観察範囲の実測の極投影図. (d) 観察範囲の計算上の極投影図.

表 3.2 計算に用いる定数と計算結果.

バリエーション	V9	V13	V19	V21
入力				
格子定数				
オーステナイト	0.358 nm	0.358 nm	0.358 nm	0.358 nm
マルテンサイト	0.287 nm	0.287 nm	0.287 nm	0.287 nm
結果				
マルテンサイト変態 \mathbf{F}	$\begin{bmatrix} 1.101 & -0.164 & -0.119 \\ 0.237 & 0.782 & 0.037 \\ 0.109 & -0.043 & 1.125 \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} 1.125 & -0.109 & -0.043 \\ 0.119 & 1.101 & 0.164 \\ 0.037 & -0.237 & 0.782 \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} 1.101 & 0.164 & 0.119 \\ -0.237 & 0.782 & 0.037 \\ -0.109 & -0.043 & 1.125 \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} 1.125 & 0.109 & -0.043 \\ -0.119 & 1.101 & -0.164 \\ 0.037 & 0.237 & 0.782 \end{bmatrix}$
晶癖面 \mathbf{p}_A	$(-0.5970.184 - 0.781)_A$	$(0.781 - 0.597 - 0.184)_A$	$(-0.597 - 0.1840.781)_A$	$(-0.781 - 0.5970.184)_A$
晶癖面 \mathbf{p}_A	$(0.729 - 0.6770.099)_A$	$(-0.0990.7290.677)_A$	$(0.7290.677 - 0.099)_A$	$(0.0990.729 - 0.677)_A$

表 3.3 想定されるすべての可能性の、計算上の真の羽角と見かけの羽角.

面の組み合わせ (i と j はバリエーション)	図 3.17 の V9/V19		図 3.18 の V13/V21	
	真の羽角 [°]	見かけの羽角 [°]	真の羽角 [°]	見かけの羽角 [°]
A V_i 晶癖面 - V_j 晶癖面	$A_1 : 107, A_2 : 73$	$A_1 : 115, A_2 : 65$	$A_1 : 107, A_2 : 73$	$A_1 : 161, A_2 : 19$
B a) V_i 晶癖面 - V_j 双晶面	$B_{1a} : 103, B_{2a} : 77$	$B_{1a} : 133, B_{2a} : 47$	$B_{1a} : 103, B_{2a} : 77$	$B_{1a} : 83, B_{2a} : 97$
B b) V_i 双晶面 - V_j 晶癖面	$B_{1b} : 103, B_{2b} : 77$	$B_{1b} : 103, B_{2b} : 77$	$B_{1b} : 103, B_{2b} : 77$	$B_{1b} : 103, B_{2b} : 77$
C V_i 双晶面 - V_j 双晶面	$C_1 : 94, C_2 : 86$	$C_1 : 93, C_2 : 87$	$C_1 : 94, C_2 : 86$	$C_1 : 94, C_2 : 86$

表 3.4 双晶の積層方向の調査結果.

双晶の積層方向	長手方向 (パターン A)	長手方向と幅方向 (パターン B)	幅方向 (パターン C)	合計
個数	7	16	4	27

3.8.5 双晶の積層方向の調査に関する補足

3.8.2.3 節では、縞模様状の TEM コントラストや電子回折図形を用いることなく、EBSD のデータを用いてバタフライマルテンサイト内部の双晶の積層方向を確認する方法を提案した。ここでは、実際に双晶が見えている図 3.15 のバタフライマルテンサイトに適用することで、提案手法の妥当性を確認した。

まず、図 3.15(a) では、二つの羽内部の双晶がどちらも線状に見える。このように見えるのは、両方の羽の双晶面とほぼ平行な角度から観察している場合であり、この場合、見かけの羽角と真の羽角がほぼ等しくなる。羽角は、具体的には 97° であった。

次に、計算上の羽角を求める。このバタフライマルテンサイトでは、2つの羽ともに双晶が羽の幅方向に積層しているため、羽角は2つの双晶面のなす角となる。計算上の羽角を求めるためには、2つの羽のバリエントを知る必要がある。試料中にオーステナイトが残留していればそれをもとに羽のバリエントが特定できるが、今回の TEM 試料では組織すべてがマルテンサイトとなっているため、この方法はとれない。しかし、3.8.2.3 節の調査の過程で、2つの羽のバリエントの組み合わせは、V1 と V16 の組み合わせと等価なものが 80% 以上で、残りが V1 と V2, V1 と V6, V1 と V17 と等価なものになることが分かっている。そこで、表 3.5 のよう、に V1, V2, V6, V16, V17 の双晶面をそれぞれ求め、それをもとに双晶面同士のなす角を算出した。

表 3.5 において、実測の羽角と最も近くなるのは、V1 と V16 の組み合わせの 94° である。羽角の一致性、バリエントの組み合わせの一致性の両面で、提案手法の妥当性が確認できたといえる。

表 3.5 各バリエントの双晶面

バリエント	双晶面	V1 双晶面となす角 (鈍角側で表示)
V1	$[0.729 \ 0.099 \ 0.677]_A$	-
V2	$[0.677 \ 0.099 \ 0.729]_A$	176°
V6	$[0.729 \ 0.677 \ 0.099]_A$	132°
V16	$[-0.729 \ 0.099 \ 0.677]_A$	94°
V17	$[-0.729 \ 0.677 \ 0.099]_A$	113°

3.9 3章のまとめ

本章では、バタフライマルテンサイトの硬度、マルテンサイト内部での双晶の積層方向について調査を行い、下記を確認した。

粗大なバタフライマルテンサイトは、部分的にはラスマルテンサイトと同等の硬度を有する領域が存在しつつも、粗大であることに起因して、全体としてはラスマルテンサイトよりも硬度が低いことを確認した。このことから、粗大なバタフライマルテンサイトを生成させないことで、低合金中炭素鋼のマルテンサイト組織の硬度を増加させることができるといえる。また、バタフライマルテンサイト内部では、羽の幅方向にも長手方向にも双晶が積層することを確認した。調査を通して、最も多い組み合わせは、一方の羽では双晶が羽の長手方向に積層し、もう一方の羽では羽の幅方向に積層するというものであることが分かった。

第4章

平金型を用いた1軸圧縮試験による急速温間オースフォームの有効性の検証
～急速温間オースフォームでマルテンサイトを転位強化・形態強化する

4.1 本章の目的と構成

4.1.1 本章の目的

本章では、平金型を用いた 1 軸圧縮試験を通して、急速温間オースフォームのプロセス条件と効果について、次を確認する。プロセス条件に関しては、プロセスを短時間化することでフルマルテンサイト組織を作れること、マルテンサイトの硬度は焼入れ時の応力の有無によらないことを確認する。効果に関しては、マルテンサイトが転位強化および形態強化されることを確認する。また、プロセス条件に関する補足として、オーステナイトの粒径や結晶欠陥の密度に応じて、プロセスを長時間側に緩和できること、およびその逆もあることを確認する。強化機構に関する補足として、焼戻し後もマルテンサイトが強化されていることを確認する。

4.1.2 本章の構成

4.1.1 節では、本章で行うべき調査内容を説明した。ここでは、それらを調査する順番について検討し、続いて本章の構成について説明する。

本研究では、急速温間オースフォームについて、プロセスを短時間化すればよいこと、焼入れ時の圧縮応力はマルテンサイトの硬度と無関係であることを想定している。本章ではこの想定を踏まえて調査を行う。すなわち、焼入れ時に圧縮応力がかかる条件で、プロセスの時間的制約とマルテンサイトの強化機構について調査を行う。圧縮応力ありの条件で調査を行う理由は、焼入れ時に金型を開放する必要がない分、プロセスが単純になるためである。そして、一通りの傾向を確認したのち、焼入れ時の圧縮応力がマルテンサイトの硬度に影響を与えないことを確認する。

次に本章の構成を述べる。4.2 節では、本章で用いる組織の評価方法をまとめて説明する。4.3 節では、試料の作製方法および組織の評価方法について説明する。4.4-4.7 節では、プロセスの時間的制約とマルテンサイトの強化機構について調査を行う。4.8 節では、焼入れ時の圧縮応力がマルテンサイトの硬度に影響を与えないことを確認する。4.9 節では、焼き戻してもマルテンサイトが強化されていることを確認する。

4.2 組織評価方法の整理

本章では多くの方法で組織の評価をおこなうため、それらを整理する。表 4.1 に各観察方法とその評価項目の対応関係、図 4.1 に各観察方法で取得できる代表的な画像を示す。

まず図 4.1(a)(b) にナイトルエッチングした組織の光学顕微鏡像を示す。ナイトルエッチングした組織を光学顕微鏡で観察すると、生成した相および粗大なバタフライマルテンサイトの有無を評価できる。例えば、図 4.1(a) から、旧オーステナイト粒界を中心にベイナイトが生成し、それ以外の部分にはマルテンサイトが生成していることが分かる。図 4.1(b) から、ラスマルテンサイトのなかに粗大なバタフライマルテンサイトが存在していることが分かる。

図 4.1(c)(d)(e) は、バタフライマルテンサイトを含む領域を EBSD 測定して得られるデータの各種解析結果である。図 4.1(c) は Image Quality (IQ) マップで、結晶方位がどれだけ綺麗に取得できたかを、画素の輝度に対応させたものである。ブロック内部など方位の変化が少ない領域は高輝度となり、粒界など方位が不連続に変化する領域は低輝度となる傾向がある。中央付近に明るい連続領域として見えるのがバタフライマルテンサイトで、その周囲の小胞状に見える部分がラスマルテンサイトである。図 4.1(d) は、ある閾値を設定し、それ以上結晶方位が変化する部分を粒界として可視化した粒界マップである。図では、マルテンサイトのブロック境界に相当する大角粒界が黒で示されている。粒界マップを用いることで、組織の緻密さを定量評価できる。また、図 4.1(c) と図 4.1(d) を比較すると、IQ マップに見られる輪郭は、ブロック境界におおむね一致している。すなわち定性評価であれば、IQ マップでも組織の緻密さを評価できることが分かる。図 4.1(e) は Kernel Average Misorientation (KAM) マップで、局所的な方位の変化を、画素の輝度に対応させたものである。素材内部に存在する転位には、素材を作った時点で“自然の状態”存在している Statistically Stored (SS) 転位と、塑性加工を施した際に生じる Geometrically Necessary (GN) 転位の 2 種類が存在する。KAM 値は GN 転位密度と正の相関を持つことが知られているため [91]、GN 転位密度の評価に用いることができる。図 4.1(f)(g) は、ひとつ旧オーステナイト粒内を EBSD 測定して得られるデータの各種解析結果である。図 4.1(f) は、各バリエーションに異なる色を与えることで、バリエーションの分布を可視化したマップである。図から、バリエーション同士の隣接傾向や、断面内での各バリエーションの占有率が分かる。図 4.1(g) は、ベイングループに対して図 4.1(f) と同様の解析を行ったものである。

図 4.1(h) はバタフライマルテンサイトを含む領域の、透過型電子顕微鏡の明視野像である。明視野像でもバタフライマルテンサイトの有無を確認できる。また、透過型電子顕微鏡は高い倍率で組織観察を行うことができ、転位や双晶といったマルテンサイトの下部構造を確認できる。図 4.1(i) は透過型電子顕微鏡を用いて取得した電子回折図形である。電子回折図形は結晶ごとに特定の図形を示すため、取得した領域の結晶構造を把握できる。なお、ここで示した回折図形は、図形を取得した領域に、体心立方格子 (マルテンサイト) の $\{112\}_M$ 双晶が存在することを示している。

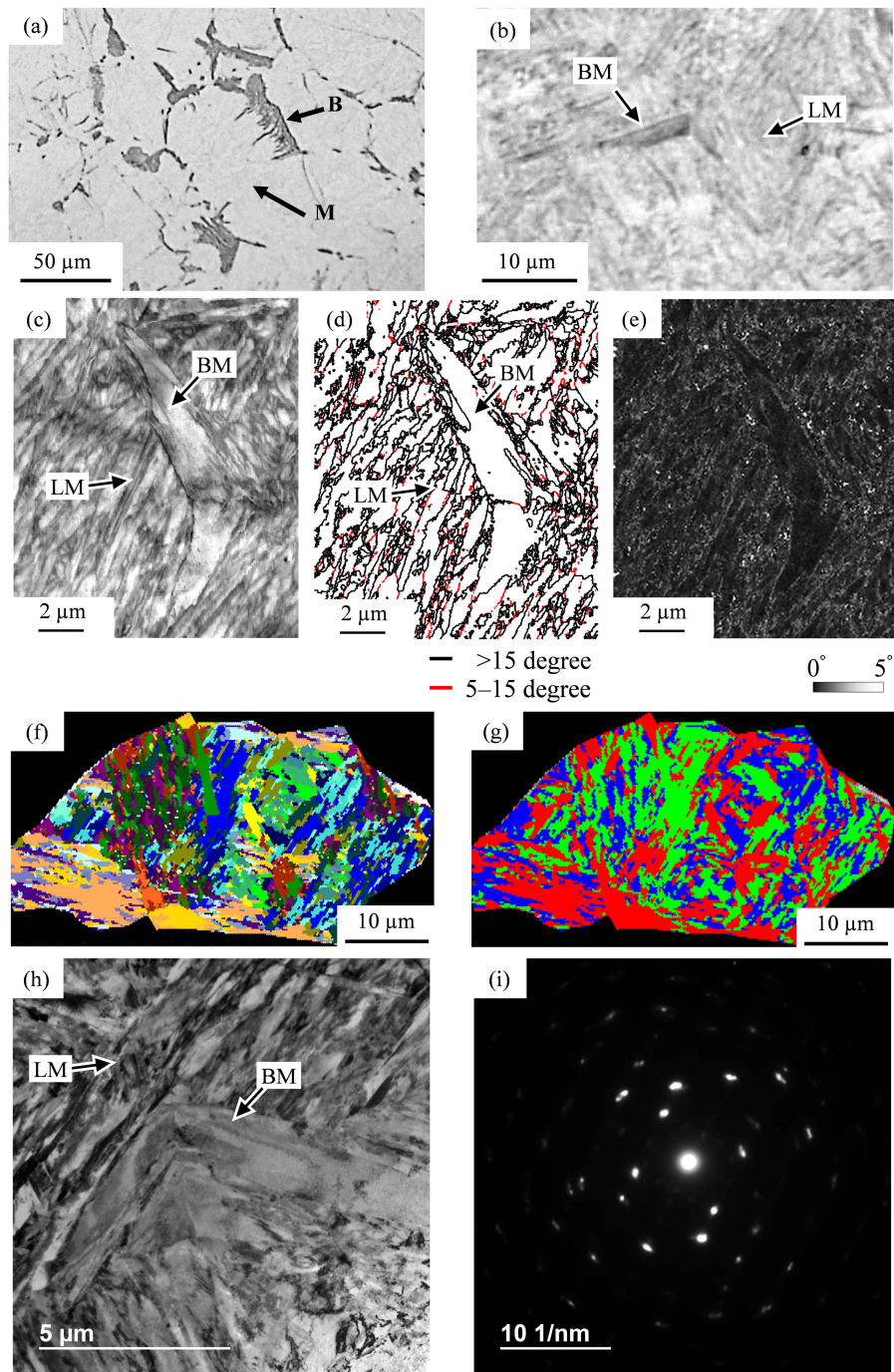


図 4.1 各種観察方法で取得できる代表的な組織の画像。B はベイナイト，M はマルテンサイト，BM はバタフライマルテンサイト，LM はラスマルテンサイトを意味する。(a)(b) ナイタルエッチングした組織の光学顕微鏡像。EBSD の測定データを解析して作成した (c)IQ マップ，(d) 粒界マップ，(e)KAM マップ。EBSD の測定データを解析して作成した，(f) バリエーションマップと，(g) バイングループマップ。(h) 透過型電子顕微鏡の明視野像。(i) 電子回折図形。

表 4.1 組織の各種評価方法と，その方法で評価できる項目.

装置	像種類	評価可能な項目
光学顕微鏡	光学顕微鏡像	<ul style="list-style-type: none"> ・相の種類 ・バタフライマルテンサイトの有無
走査型電子顕微鏡 (EBSD)	IQ マップ	<ul style="list-style-type: none"> ・バタフライマルテンサイトの有無 ・定性的な組織の緻密さ
	KAM マップ	<ul style="list-style-type: none"> ・相対的な GN 転位密度
	粒界マップ	<ul style="list-style-type: none"> ・バタフライマルテンサイトの有無 ・定量的な組織の緻密さ (ブロック幅)
	バリエーションマップ	<ul style="list-style-type: none"> ・バリエーションの分布傾向
	ベイングループマップ	<ul style="list-style-type: none"> ・ベイングループの分布傾向
透過型電子顕微鏡	明・暗視野像	<ul style="list-style-type: none"> ・バタフライマルテンサイトの有無 ・下部構造 ・定量的な転位密度
	電子回折図形	<ul style="list-style-type: none"> ・結晶構造

4.3 試料作製方法および評価方法

4.3.1 プロセスの時間的制約とマルテンサイトの強化機構を調査するための試料

直径 12 mm の棒材として市販されている均質化済の S55C 低合金中炭素鋼 (Fe-0.56C-0.20Si-0.71Mn-0.017P-0.010S (in wt.%)) を機械加工して、高さ 12 mm、直径 8 mm の円柱形状の小片を作成した。その小片に対して、加工に伴う残留応力を取り除くための、1073 K で 18 ks 保持したあと 1 K/min の速度で徐冷するアニール処理を行い、試験片とした。

そして、熱間加工再現試験装置 (富士電波工機製, サーマックマスター Z, 最大荷重 15 t), および上下対称の平金型を用いて、図 4.2 に示すような熱加工履歴の急速温間オースフォームを行った。具体的には、窒素ガスを吹き付けることで、試験片を約 110 K/s の速度で 673 K 程度の温間まで冷却した。そのまま温間にて 1 軸の圧縮加工を行い、金型を圧縮時の最下点位置で固定したまま焼入れした。なお、加工中および温間での保持時間中に、加工発熱や周囲の環境への放熱などによって試験片の温度が変化しうる。そのため、加工中の試験片温度が 673 K 程度で一定になるように、窒素ガスや水スプレーを用いた冷却あるいは誘導加熱を行った。

変化させる条件について説明する。オースフォームの程度に関しては、高さ方向の圧縮率を、0, 10, 30, 50% と変化させて制御した。なお、0% は無加工を意味する。温間での滞留時間に関しては、圧縮時間 (t_r) と、加工終了から焼入れを行うまでの保持時間 (t_h) で制御した。圧縮時間は、ひずみ速度を 0.5, 5, 10 s^{-1} の範囲で変化させることで、0.02–1.5 s の範囲で変化させた。保持時間は、0, 1, 2, 30 s の範囲で変化させた。

温度制御のために、試験片の高さ方向中央付近の表面に熱電対を溶接した。断熱および摩擦低減のために、試験片と金型の間には厚さ 200 μm の雲母板を挟んだ。また、実験中の試験片表面の酸化を防ぐために、実験は窒素雰囲気で行った。

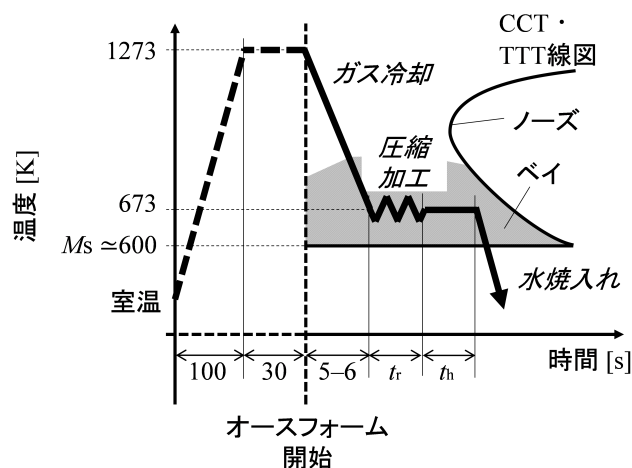


図 4.2 プロセスの時間的制約, およびマルテンサイトの強化機構を調査する実験の熱加工履歴.

4.3.2 オーステナイト粒径と結晶欠陥密度がプロセスの時間的制約に与える影響を調査するための試料

素材は 4.3.1 節と共通とし，熱間加工再現試験装置（富士電波工機製，サーメックマスター Z，最大荷重 5 t），および上下対称の平金型を用いて加工熱処理を行った．使用した装置が 4.3.1 節の装置と異なる理由は，最大加工荷重が小さい一方で，窒素ガスで冷却する際の冷却速度を広い範囲で調整できるためである．

図 4.3(a)(1) は，オーステナイト粒径とフェライト変態の潜伏時間の関係を調査するための熱履歴である．オーステナイト粒径を変化させるために 3 種類の温度でオーステナイト化を行ったあと，1173 K から窒素ガスを用いて 30–100 K/s の速度で冷却し，そのあと水冷を行った．ベイナイト変態の潜伏時間については (2) の履歴で調査した．1173 K から 100 K/s の速度で 673 K まで冷却し，1，2，3，5 s 保持したあと水冷を行った．

図 4.3(b) は，オーステナイト粒径およびオーステナイトに含まれる結晶欠陥の密度と，フェライト変態の潜伏時間の関係を調査するための熱履歴である．オーステナイト粒径を変化させるために 3 種類の温度でオーステナイト化を行ったあと，1173 K にてひずみ速度 10 s^{-1} で 30% の圧縮加工を行い，窒素ガスを用いて 60–80 K/s の速度で冷却し，そのあと水冷を行った．窒素ガスの冷却速度が図 4.3(a)(1) の場合よりも小さいのは，下降した金型が障害となって，ガスが試験片に届きにくくなったためである．

図 4.3(c) は，オーステナイト粒径および温間加工と，ベイナイト変態の潜伏期間の関係を調査するための熱履歴である．1473 K でオーステナイト化を行ったあと，1173 K から窒素ガスを用いて 100 K/s の速度で 673 K まで冷却し，ひずみ速度 10 s^{-1} で圧縮率 30% の圧縮加工したあと，水冷を行った．水冷開始のタイミングは加工完了と同時に，あるいは加工開始から 0.1 s 後とした．加工完了から水冷を開始するまでの試験片の温度は，その間に生じる組織の変化を妨げないように変化するに任せた．

すべての実験において，温度制御のために，試験片の高さ方向中央付近の表面に熱電対を溶接した．また，断熱および摩擦低減のために，試験片と金型の間には厚さ 200 μm の雲母板を挟んだ．実験中の試験片表面の酸化を防ぐために，実験は窒素雰囲気で行った．

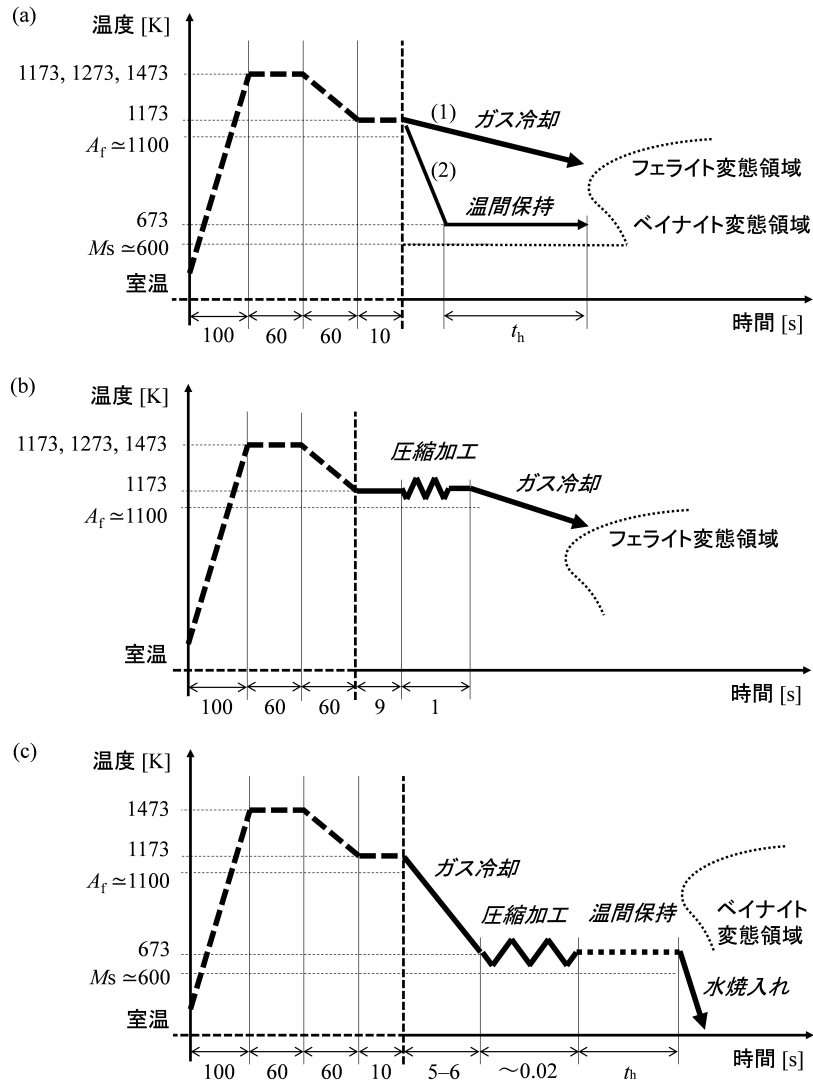


図 4.3 (a) オーステナイト粒径とフェライト変態の潜伏時間の関係を調査するための熱履歴。(b) オーステナイト粒径および結晶欠陥と、フェライト変態の潜伏時間の関係を調査するための熱履歴。(c) オーステナイト粒径および温間加工と、ベイナイト変態の潜伏期間を調査するための熱履歴。

4.3.3 焼入れ時の圧縮応力の影響を調査するための試料

素材は 4.3.1 節と共通とし、装置は熱間加工再現試験装置 (富士電波工機製, サーメックマスター Z, 最大荷重 15 t) を用いた。4.1 節で説明したように、圧縮応力の影響を評価するにあたっては、圧縮率、ひずみ速度、および温間での保持時間は、4.3.1 節で説明したなかで最大・最速・最短の条件としてよい。図 4.4 に実験用の加工熱履歴を示す。熱間から温間までは 110 K/s で 673 K まで窒素ガス冷却する。そして、平金型を持って、ひずみ速度 10 s^{-1} 、圧縮率 50% の圧縮加工を行い、温間での保持時間なしで焼入れを行う。

変化させた条件について説明する。ここでは、焼入れ時に金型で試験片を押しえつけて 70 MPa 以上 [11] の圧縮応力を付加する条件と、金型を開放して外力による応力を付加しない条件の試験片を作った。

温間での保持時間と M_S 温度について補足する。金型を開放する場合はそのぶん時間がかかる。そのため、加工開始から試験片の温度が M_S 温度を下回るまでの時間が両条件で揃うように、応力を付加する条件では必要最低限の保持時間を設けた。オーステナイトは塑性加工されると加工硬化するため、それに伴って M_S 温度が低下する。50% の圧縮加工を受けた S55C 鋼の M_S 温度は 470–520 K 程度となる [92]。ここでは確実にオーステナイト状態での加工となるように、 M_S 温度が 520 K であると想定して実験条件を決めた。

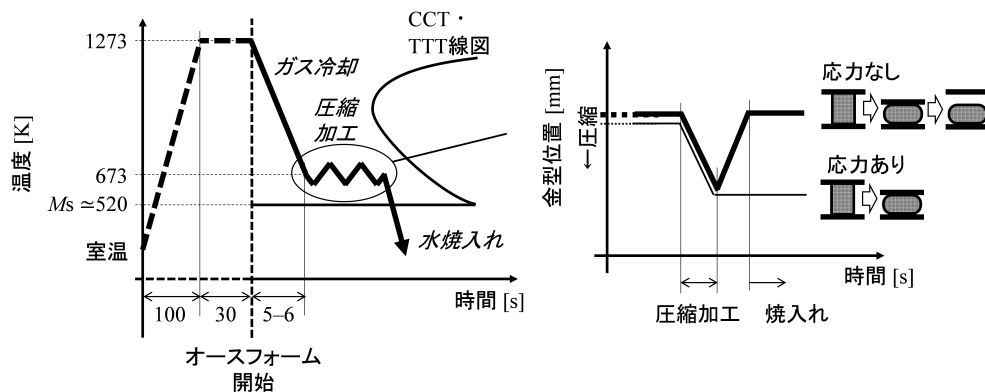


図 4.4 焼入れ時の圧縮応力がマルテンサイトの硬度に与える影響を調査する実験の熱加工履歴。

4.3.4 実験時に測定するデータ

想定通りの加工熱処理が行えていることを、温度、金型位置および荷重の変化によって確認した。さらに、実際の試験片の外形も目視にて確認した。また、本研究では有限要素法解析を用いて、圧縮された試験片内部のひずみ分布を推定した。また、有限要素法解析に用いることを目的として、応力-ひずみ関係も記録した。ここでは、いくつかのデータを例として示す。

図 4.5 に、試験片の温度および金型押込量の時間変化の例を示す。図 4.5(a) は、無圧縮かつ温間で 2s 保持する場合である。熱間から温間までの冷却速度、温間での保持時間ともに、設定どおりの条件で熱処理が行えていることが分かる。図 4.5(b)(c)(d) は、50% 圧縮であることと焼入れ時に圧縮応力をかけることは共通とし、それぞれ異なるひずみ速度、保持時間とした場合である。図から、熱間から温間までの冷却が再現性よく行えること、加工中および温間保持中に試験片の温度をほぼ一定に保てることが分かる。図 4.6 はひずみ速度 10 s^{-1} で圧縮する場合の、金型位置の時間変化である。加工速度が早い条件でも、直線的かつ高い位置精度で金型が動き、圧縮が行えることが分かる。図 4.7 に、加工後の試験片を示す。試験片の高さを測定することで、条件通りに金型が動作したことを確認できる。また、試験片が軸対称形状であることを確認することで、加工時に試験片内部が同組織、同温度であったことが確認できる。図 4.8 はひずみ速度 10 s^{-1} で 50% 圧縮する場合の、軸方向の応力-ひずみの関係である。

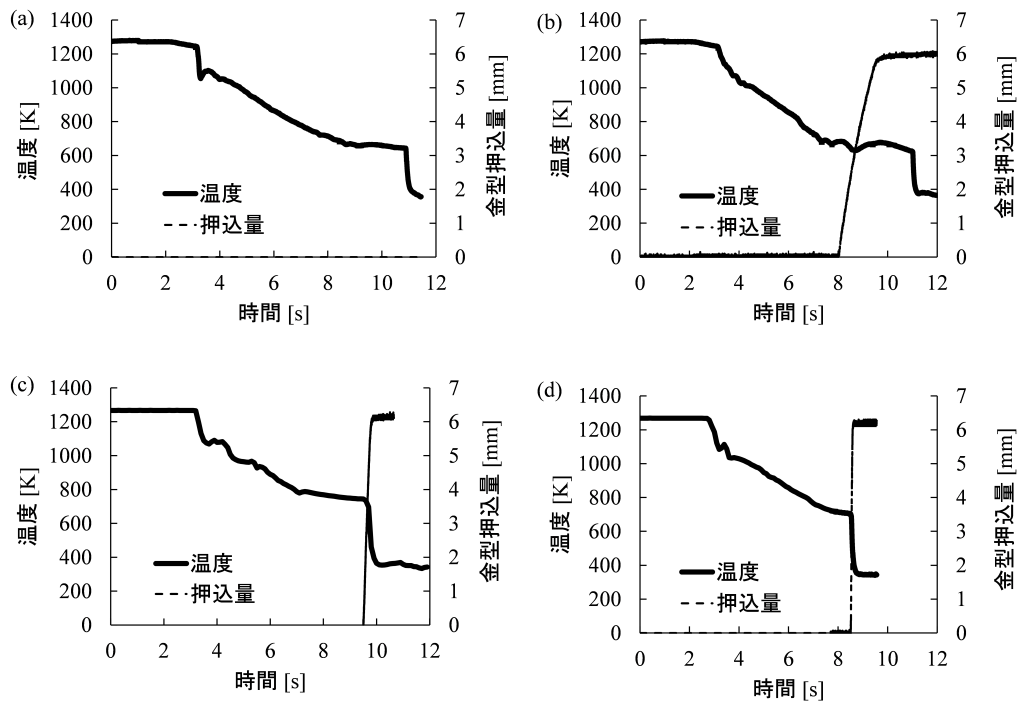


図 4.5 試験片温度と金型押込量の時間変化. (a) 無圧縮かつ保持時間 2s の場合. (b) ひずみ速度 0.5 s^{-1} かつ 50% 圧縮かつ保持時間 1s の場合. (c) ひずみ速度 5 s^{-1} かつ 50% 圧縮かつ保持時間 0s の場合. (d) ひずみ速度 10 s^{-1} かつ 50% 圧縮かつ保持時間 0s の場合.

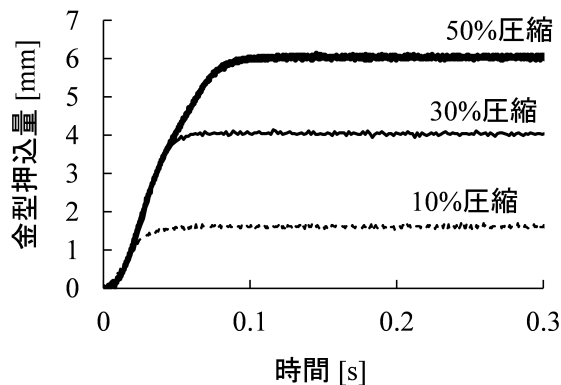


図 4.6 ひずみ速度 10 s^{-1} で圧縮する場合の、圧縮率ごとの金型位置の時間変化.

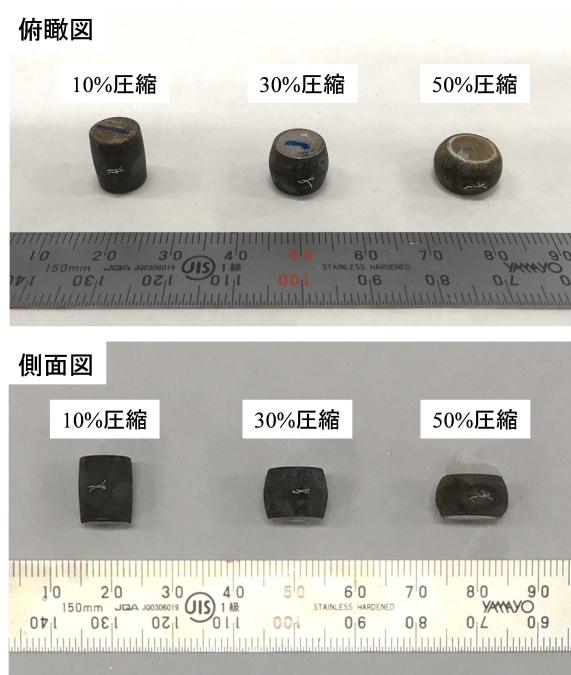
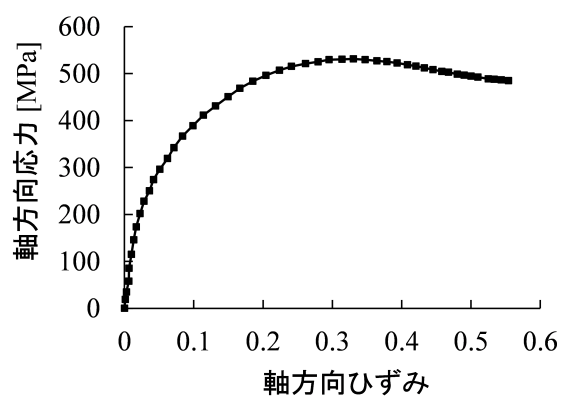


図 4.7 平金型で圧縮された試験片.

図 4.8 ひずみ速度 10 s^{-1} で 50% 圧縮する場合の、軸応力-ひずみの関係.

4.3.5 組織観察および硬度測定方法

試験片の高さ半分の地点で、表面から 500–1000 μm 内側の範囲に形成した組織を観察および硬度測定した。

生成した相の種類は、光学顕微鏡を用いた観察で判定した。観察用の断面は、試験片を高さ方向半分のところで切断し、切断面を機械研磨したあと 5% のナイトル液でエッチングして作成した。下部構造は、透過型電子顕微鏡 (JEOL JEM-2000EXII; TEM) を用いて観察した。顕微鏡の加速電圧は 200 kV とした。また、観察用の薄膜は、ツインジェット方式の電解研磨 (Struers TenuPol-5) あるいは収束イオンビーム研削 (FEI Quanta 3D) で作成した。マルテンサイトの結晶方位の情報は、EBSD 測定で取得した。装置は、TSL 社の OIM 結晶方位測定システムを搭載した走査型電子顕微鏡 (JEOL JSM-7100F; SEM) を用いた。顕微鏡の加速電圧は 15 kV で、EBSD 測定のステップサイズは 0.1–0.3 μm とした。また、測定用の断面は、試験片を高さ方向半分のところで切断し、切断面を機械研磨したあと 1 μm のダイヤモンド、0.03 μm のコロイダルシリカ懸濁液を用いて研磨して作成した。マルテンサイトの硬度は、マイクロビッカース硬度計 (SHIMADZU HMV-G21ST) を用いて測定した。押込荷重は 2.94 N で、押込荷重での保持時間は 10 s とした。硬度測定用の断面は、試験片を高さ方向半分のところで切断し、切断面を機械研磨したあと 5% のナイトル液でエッチングして作成した。

4.3.6 圧縮加工された試験片内部のひずみ分布の推定

有限要素法 (Finite Element Method; FEM) 解析ソフトウェアの Abaqus (Dassault Systems) を用いて、圧縮された試験片内部のひずみを推定した。解析モデルは、図 4.9(a) のように上下対称かつ軸対象のモデルとした。メッシュおよび境界条件は図 4.9(b) のようにした。試験片を圧縮する金型の動きは、4.3 節で説明したように、実験中に取得したものをを用いた。試験片および金型の物性値は表 4.2 のものをを用いた。試験片の温度は 673 K で一定とした。また、金型内部の温度勾配はなく、金型や周囲との熱伝達もないとした。試験片の塑性は、実験中に取得した軸方向応力-ひずみの関係を用いた。試験片と金型の間の摩擦係数は 0.3 とし、ペナルティ法に基づく摩擦計算モデルを用いた。

摩擦係数の決定方法を簡単に説明する。図 4.10(a) に、50% 圧縮した試験片と、解析において摩擦係数を 0.1–0.7 の範囲で変化させた場合の、試験片の外形の変化を示す。摩擦係数が小さいほど試験片上面の拘束力が小さくなるため、低摩擦係数の場合ほど上面が半径方向に広がっている。また、摩擦係数 0.3 と 0.7 では形状の差がないことが分かる。図 4.10(b) に、摩擦係数と、試験片上面の径 d_t と高さ中央部の径 d_m の比率の関係を示す。図から、摩擦係数を 0.3 より大きくしても比率がほとんど変化していないことが分かる。これは、設定値として大きな値を入力できるだけで、実際にはその値に応じた摩擦応力に達する前に、材料が降伏してしまうためだと考えられる。多くの先行研究で摩擦係数は 0.1–0.3 とされていること、解析と実験で寸法の差が 10% 以内であることを考慮し、今回は摩擦係数は 0.3 とした。

次に、解析の結果について説明する。図 4.11 は各圧縮率の場合の、試験片内部のひずみの分布を示す。圧縮率によらず、金型と接している付近がデッドメタル状態となってひずみが小さく、試験片中心部が最もひずみが大きいという傾向が見られた。また、図では硬度測定および組織観察を行った領域に印をつけている。これらの領域のひずみは、10, 30, 50% 圧縮の場合でそれぞれ、0.10–0.11, 0.35–0.38, 0.56–0.61 程度となることが分かった。

表 4.2 複数のバリエーションが同体積で隣接して生成する場合のひずみ

	試験片	金型
素材	Steel	Si ₃ N ₄
密度 [kg/m ³]	7800	3200
温度 [K]	673	-
応力-ひずみ関係	experimental value	- (rigid body)
ヤング率 [GPa]	140	- (rigid body)
ポアソン比	0.3	- (rigid body)
摩擦係数	0.3	0.3

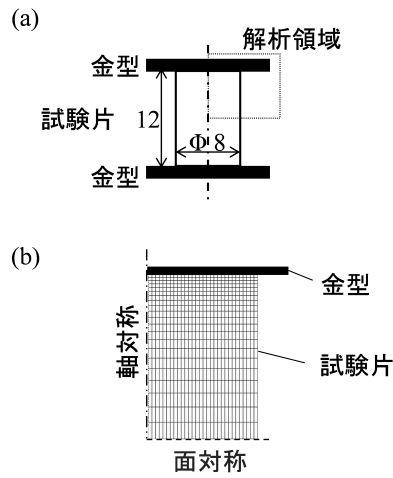


図 4.9 (a) 解析で用いる軸対称モデル, (b) 解析メッシュおよび境界条件.

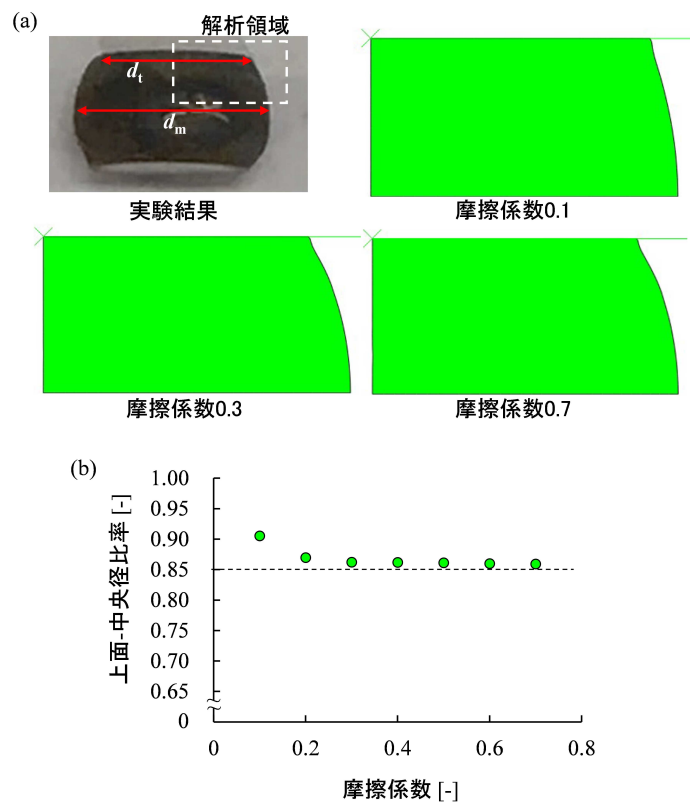


図 4.10 (a) 実験結果および摩擦係数を変化させたときの試験片の外形変化. (b) 解析における, 摩擦係数と上面-中央部径比率の関係.

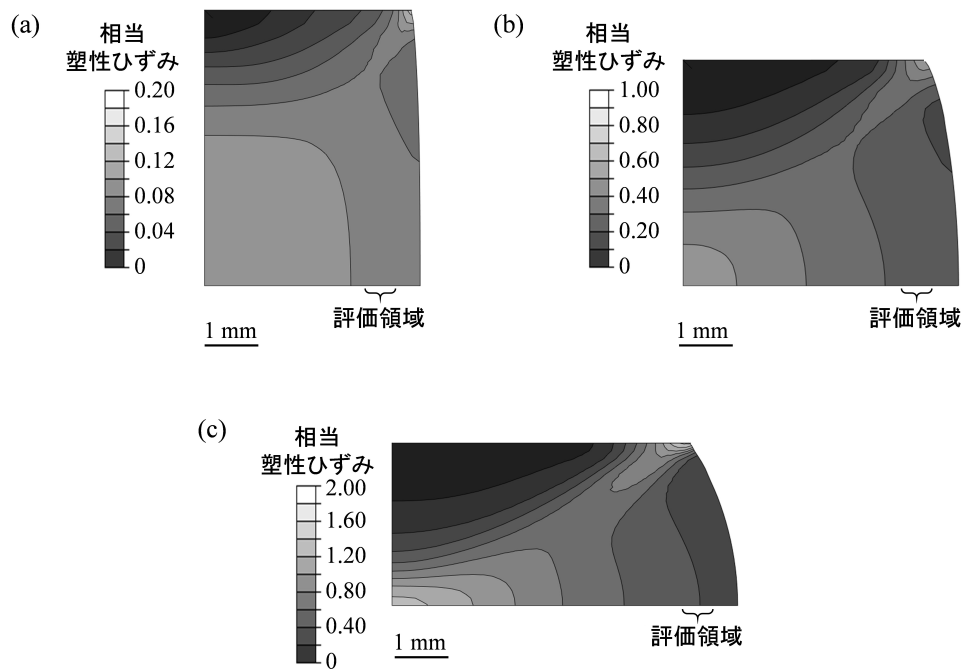


図 4.11 圧縮された試験片内部のひずみ分布の解析結果. (a)10% 圧縮, (b)30% 圧縮, (b)50% 圧縮.

4.4 急速温間オースフォームのプロセス条件の解明

本節では、急速温間オースフォームのプロセス条件の解明を行う。まず 4.4.1 節にて、オーステナイトの結晶粒径および結晶欠陥の密度をおおむね一定としたうえで、基準となるプロセス条件を探索する。そして、4.4.2 節にて、オーステナイトの結晶粒径や結晶欠陥の密度が変化した場合に、基準となるプロセス条件をどのように変化させるべきか調査する。

4.4.1 プロセスの基準条件

4.3.1 節で説明した条件で実験を行い、表面以下 500–1000 μm の領域に形成した組織を確認した。ここでは、圧縮率を r_c 、ひずみ速度を $\dot{\epsilon}$ 、保持時間を t_h と略記する。

図 4.12 に、いくつかの代表的な条件で形成した組織の光学顕微鏡像を示す。図 4.12(a) は $r_c = 0\%$ かつ $t_h = 2\text{s}$ の場合に形成した組織であり、フルマルテンサイト組織となっている。この結果から、熱間から 110 K/s で冷却すれば CCT 線図のノーズを回避できること、ベイ部にて、少なくとも 2s 間はベイナイトを生成させることなく保持できることが分かる。ただし、図 4.12(b) が示すように、無加工であってもベイ部にて 30s 保持した場合はベイナイトが生成することが分かる。これらの結果は、少なくとも加工を行わない場合は、CCT・TTT 線図を用いたプロセス設計ができることを示している。次に、図 4.12(c) は $r_c = 50\%$ かつ $\dot{\epsilon} = 10\text{s}^{-1}$ かつ $t_h = 1\text{s}$ の場合に形成した組織である。この条件は図 4.12(a) の条件よりも保持時間が短いにも関わらず、ベイナイトが生成している。加工を行うとオーステナイトの変態が加速されることが知られている [93]。今回は加工温度が温間であったため、ベイナイトが生成したと考えられる。図 4.12(d) は $r_c = 50\%$ かつ $\dot{\epsilon} = 10\text{s}^{-1}$ かつ $t_h = 0\text{s}$ の条件で形成した組織であり、フルマルテンサイト組織となっている。すなわち、保持時間をさらに短縮してゼロにすれば、ベイナイト変態を回避できることが分かった。図 4.12(e)(f) は、図 4.12(d) と圧縮率と保持時間 $t_h = 0\text{s}$ であることを共通とし、ひずみ速度がそれより遅い $\dot{\epsilon} = 0.5, 5\text{s}^{-1}$ の条件で形成した組織である。これらの条件ではベイナイトが生成することが分かった。この実験結果は、低合金中炭素鋼であっても、温間のオースフォームでフルマルテンサイト組織が形成する条件が存在することを示している。

補足的に、急速温間オースフォームした試験片の表面から中心部に向けて、連続的に組織を確認した (図 4.13)。表面以下 0–400 μm 付近には、フェライトを中心とした領域が存在する。この領域は、試験片作成時のアニール処理中に形成した脱炭層だと考えられる [94]。その内側の 400–1000 μm 付近にはフルマルテンサイトの領域が存在し、それより内側はマルテンサイトとベイナイトの混合組織となっている。この理由として、中心部ほど冷却速度が小さくなることが挙げられる。すなわち、中心部ほど温間滞留時間が長くなるため、その分ベイナイトが形成したと考えられる。他の理由としては、加工によってオーステナイトの変態が加速されることが挙げられる。図 4.11 に示すように、試験片の中心部ほど塑性ひずみが大きくなる。このため、中心部ほどベイナイトが形成したと考えられる。

図 4.14 は、熱間から温間までの冷却速度 110 K/s と保持時間 0 s を共通条件とし、各圧縮率とひずみ速度において形成する組織をまとめたものである。図では、フルマルテンサイト組織が形成した条件が“*”印で示されている。全体的な傾向として、圧縮率が小さい、あるいはひずみ速度が大きい条件でフルマルテンサイト組織が形成することが分かる。また、この傾向をもとに推定した、フルマルテンサイト組織を形成可能な条件も矢印で示している。特に、ひずみ速度を 10 s^{-1} とすれば、圧縮率が $0\text{--}50\%$ の範囲でフルマルテンサイト組織が形成することが分かる。この結果から、熱間から 673 K の温間に 110 K/s 程度で冷却を行い、ひずみ速度 10 s^{-1} で加工しただちに焼入れを行う、というのが急速温間オースフォームの基準条件であるとした。

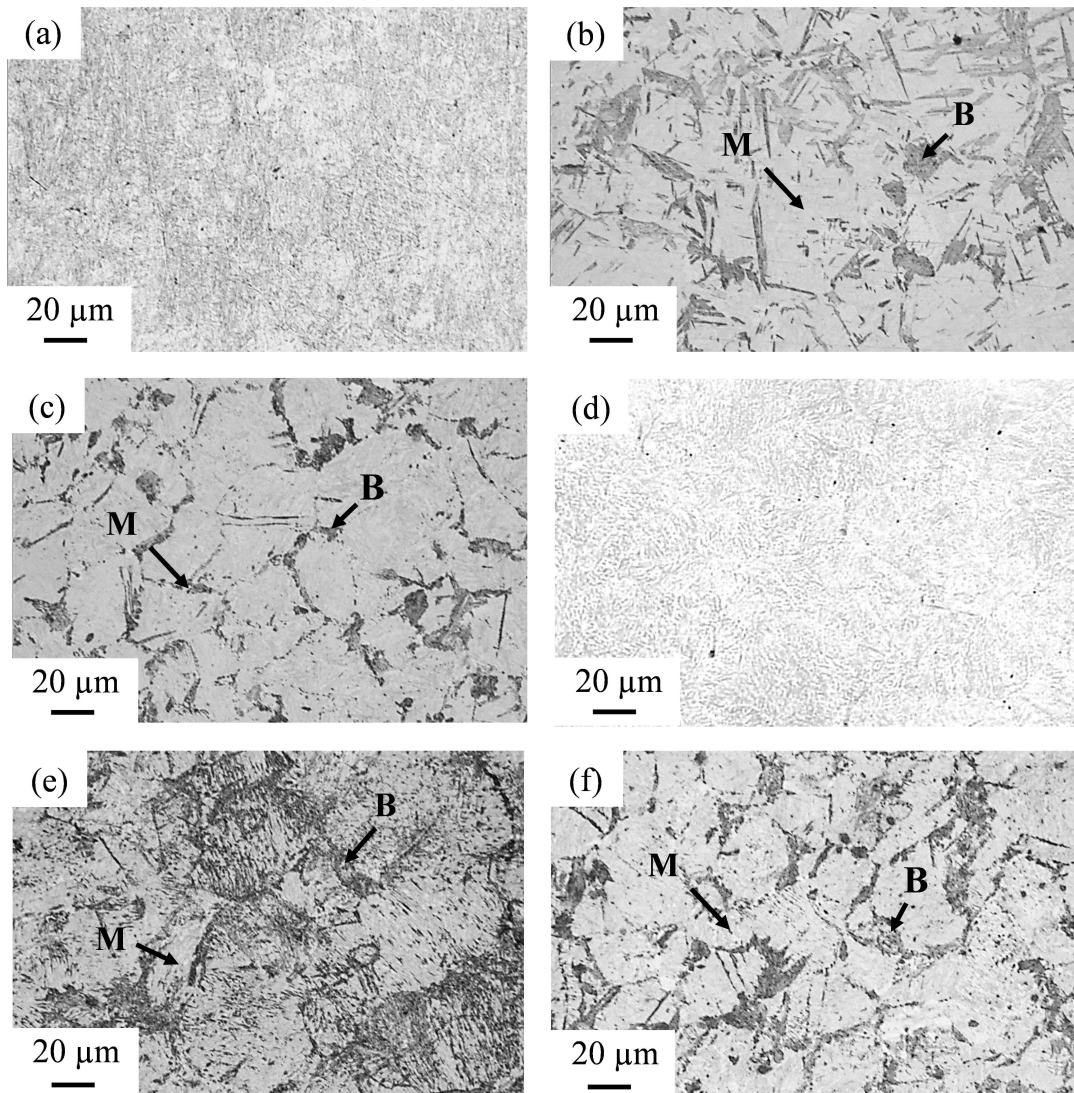


図 4.12 いくつかのオースフォーム条件で形成した組織の光学顕微鏡像。図において、B、M はそれぞれベイナイトとマルテンサイトを意味する。(a) $r_c = 0\%$ かつ $t_h = 2\text{ s}$, (b) $r_c = 0\%$ かつ $t_h = 30\text{ s}$, (c) $r_c = 50\%$ かつ $\dot{\epsilon} = 10\text{ s}^{-1}$ かつ $t_h = 1\text{ s}$, (d) $r_c = 50\%$ かつ $\dot{\epsilon} = 10\text{ s}^{-1}$ かつ $t_h = 0\text{ s}$, (e) $r_c = 50\%$ かつ $\dot{\epsilon} = 0.5\text{ s}^{-1}$ かつ $t_h = 0\text{ s}$, (f) $r_c = 50\%$ かつ $\dot{\epsilon} = 5\text{ s}^{-1}$ かつ $t_h = 0\text{ s}$.

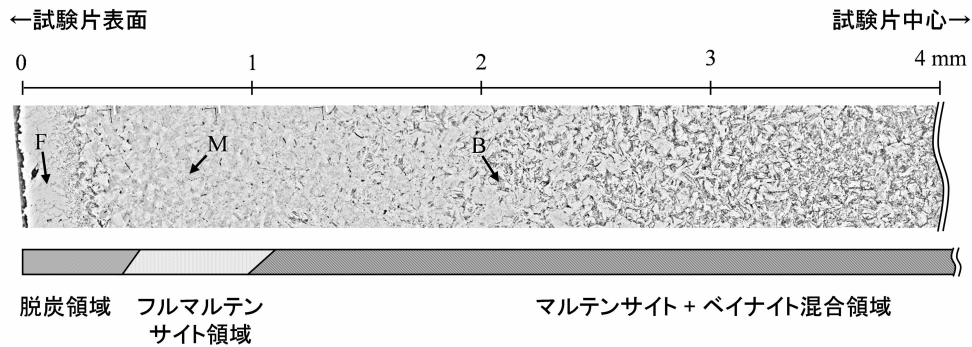


図 4.13 $r_c = 50\%$ かつ $\dot{\epsilon} = 10\text{s}^{-1}$ かつ $t_h = 0\text{s}$ の条件で圧縮した試験片に形成した組織の、半径方向の連続写真。5% ナイタルエッチングした組織の光学顕微鏡像。F, B, M はそれぞれフェライト、ベイナイト、マルテンサイトを意味する。

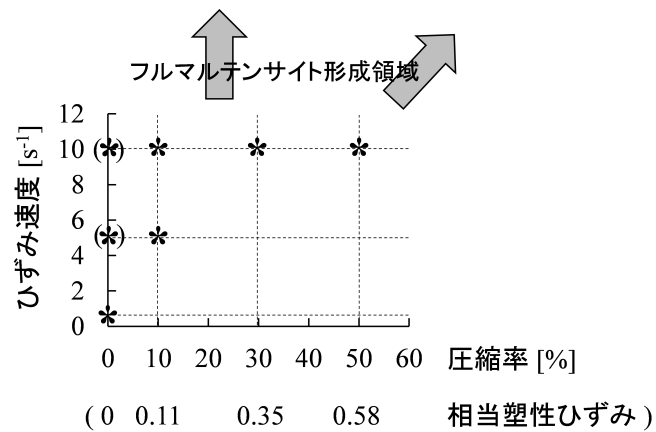


図 4.14 保持時間が 0s の場合の、圧縮率とひずみ速度と組織の関係。フルマルテンサイトが形成する場合に “*” を付けた。横軸は、試験片の圧縮率と、組織観察を行った地点の塑性ひずみの両方を記載した。

4.4.2 オーステナイトの結晶粒径や結晶欠陥の密度がプロセス条件に与える影響

4.3.2 節で説明した条件で実験を行い、表面以下 500–1000 μm の領域に形成した組織を確認した。ここでは、オーステナイト粒径を d 、窒素ガスによる冷却速度を r_{co} 、圧縮率を r_c 、ひずみ速度を $\dot{\epsilon}$ 、加工後の保持時間を t_h と略記する。

はじめに、異なるオーステナイト粒径で実験が行えたことを確認した。実際に粒径を確認すると、オーステナイト化温度が 1173, 1273, 1473 K の場合でそれぞれ、25, 42, 136 μm であった。3 種類の条件を作れたものの前者 2 つの差が小さいこと、ここでの目的は傾向の把握であることを考慮して、以降の評価は、30 μm 程度の小粒径と 140 μm 程度の大粒径の、2 ケース問題として行うこととした。

まず、オーステナイトの結晶粒径と、フェライト変態およびベイナイト変態の潜伏時間の関係について説明する。図 4.15 から、温度が単調に減少する場合とそうでない場合とがあることが分かる。図 4.16(a)(c) と (b)(d) の比較から、800 K 付近から温度が低下しなくなるのはフェライト変態の潜熱によるものだと推定される。ここで注目すべきは、オーステナイト粒径が 140 μm 程度の場合は冷却速度が 70 K/s 程度あればフェライトが生成しないのに対し、オーステナイト粒径が 30 μm 程度の場合はフェライトが生成することである。今回の調査では、オーステナイト粒径が大きくなると、フェライト変態の潜伏時間が最大で 2 秒程度伸びることが確認できた。また、ベイナイト変態についても同様の傾向が確認できた。

次に、オーステナイト粒径およびオーステナイトに含まれる結晶欠陥の密度と、フェライト変態の潜伏時間の関係について説明する。図 4.17 は実験において形成した組織である。傾向として、オーステナイト粒径が小さいほどフェライトが多く生成することが分かる。また、図 4.16 と図 4.17 の比較から、圧縮加工された試験片では、無加工の場合ではフェライトが生成しない冷却速度でもフェライトが生成することが分かる。この結果から、オーステナイト粒径が大きくなるほど、またオーステナイト中に存在する結晶欠陥の密度が小さいほど、フェライト変態の潜伏時間が伸びることが確認できた。ただし、傾向は把握できたものの、本研究では実験装置の能力限界のために、フェライトが生成しなくなる冷却速度は特定できなかった。これについては将来的に調査を行うべきと考える。

最後に、オーステナイト粒径および温間加工と、ベイナイト変態の潜伏期間の関係について説明する。ここでは、4.3.2 節で説明した条件で加工熱処理した場合の結果と、4.3.1 節で説明した $r_c = 50\%$ かつ $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ の条件で、温間保持の条件を 4.3.2 節の条件と揃えた場合の結果を比較した。図 4.18(a)(c) および図 4.18(b)(d) から分かる通り、加工後ただちに焼入れを行うとフルマルテンサイト組織、加工後に保持するとマルテンサイトとベイナイトの混合組織が形成するという点は、オーステナイト粒径によらず共通である。また、ベイナイトが生成する場合は、生成場所および形態に顕著な差は見られない。図 4.19 は温間加工時の試験片の温度変化である。加工中に大きな温度変化はなく加工が完了するあたりから温度上昇が始まる点も、オーステナイト粒径によらず共通している。この結果から、温間加工された素材におけるベイナイト変態の機構およ

び潜伏時間は、オーステナイト粒径にそれほど依存しないことが分かった。ただし、軽微ながらオーステナイト粒径が小さい方がベイナイト相率が大きい傾向があるため、将来的に、圧縮率や保持の条件を変えるなどして、より厳密な調査を行うべきと考える。

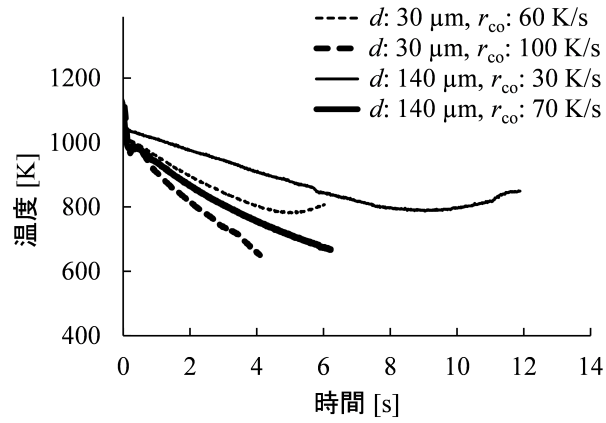


図 4.15 異なるオーステナイト粒径の試験片を窒素ガスで冷却した際の冷却曲線。

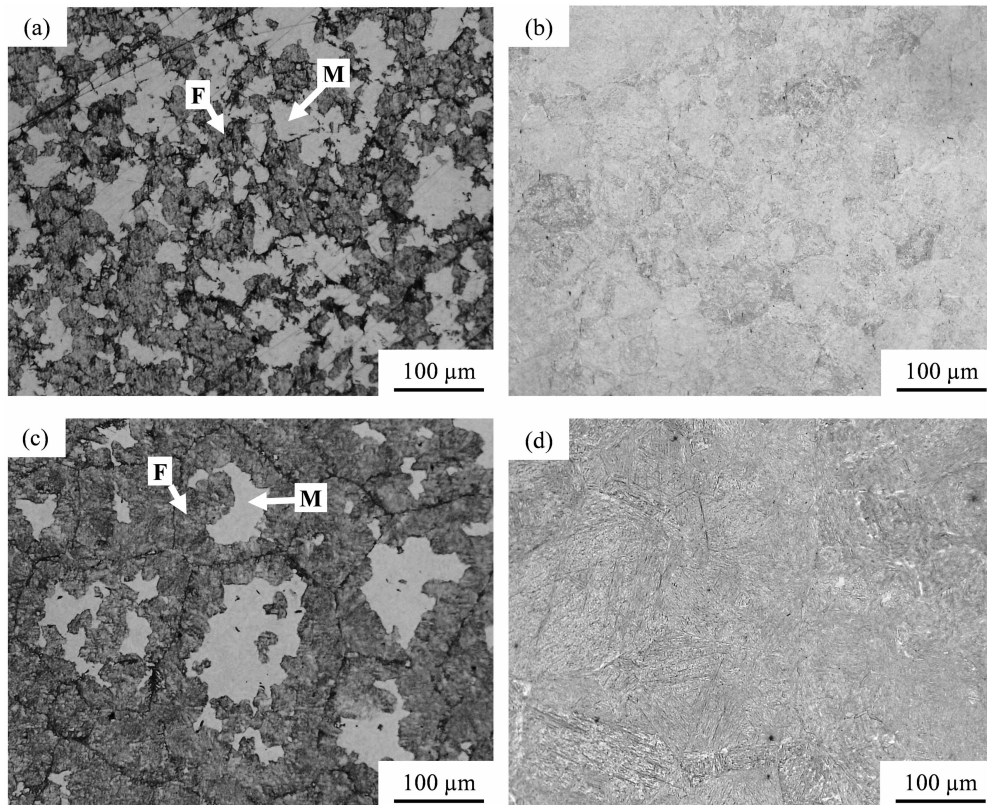


図 4.16 オーステナイト粒径がフェライト変態の潜伏時間に与える影響の調査において形成した組織. 5% ナイタルエッチングした組織の光学顕微鏡像. 図内の F と M はそれぞれ, フェライト (パーライト) とマルテンサイトを意味する. (a) $d = 30 \mu\text{m}$ かつ $r_{\text{co}} = 60 \text{ K/s}$ の場合. (b) $d = 30 \mu\text{m}$ かつ $r_{\text{co}} = 100 \text{ K/s}$ の場合. (c) $d = 140 \mu\text{m}$ かつ $r_{\text{co}} = 30 \text{ K/s}$ の場合. (d) $d = 140 \mu\text{m}$ かつ $r_{\text{co}} = 70 \text{ K/s}$ の場合.

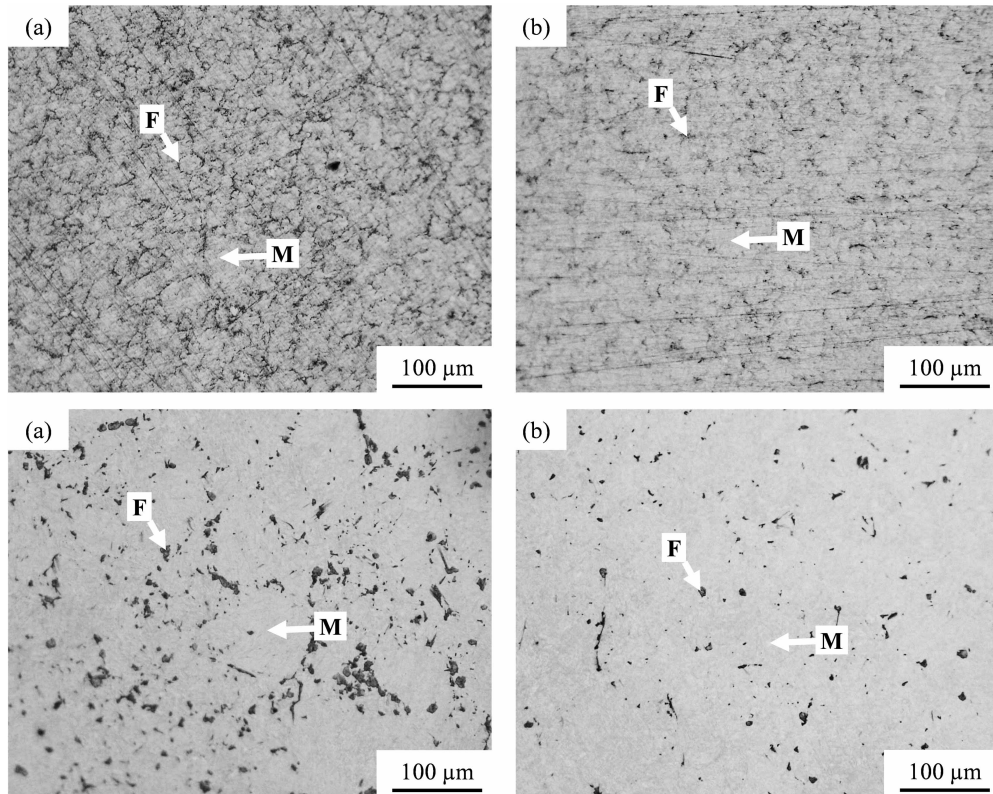


図 4.17 オーステナイト粒径と結晶欠陥の密度がフェライト変態の潜伏時間に与える影響の調査において形成した組織. 5% ナイタルエッチングした組織の光学顕微鏡像. 図内の F と M はそれぞれ, フェライト (パーライト) とマルテンサイトを意味する. (a) $d = 30 \mu\text{m}$ かつ $r_{\text{co}} = 60 \text{ K/s}$ の場合. (b) $d = 30 \mu\text{m}$ かつ $r_{\text{co}} = 80 \text{ K/s}$ の場合. (c) $d = 140 \mu\text{m}$ かつ $r_{\text{co}} = 60 \text{ K/s}$ の場合. (d) $d = 140 \mu\text{m}$ かつ $r_{\text{co}} = 80 \text{ K/s}$ の場合.

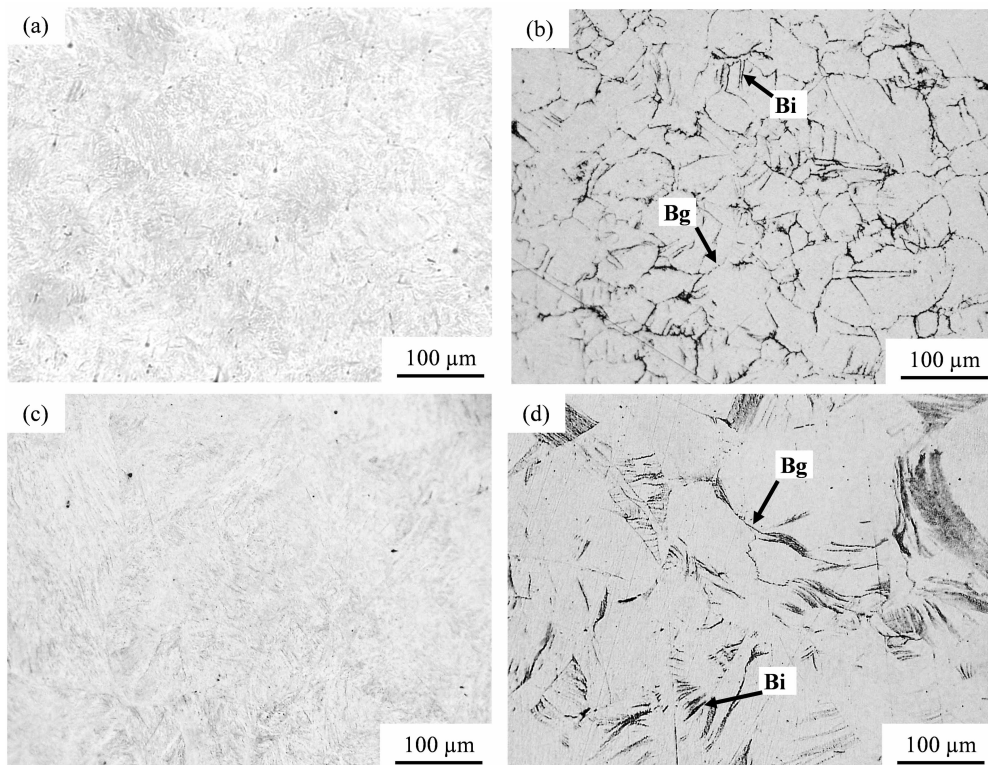


図 4.18 オーステナイト粒径および温間加工と、ベイナイト変態の潜伏期間の関係の調査において形成した組織。5% ナイタルエッチングした組織の光学顕微鏡像。図内の B_g 、 B_i と M はそれぞれ、オーステナイト粒界に形成したベイナイト、粒内に形成したベイナイト、マルテンサイトを意味する。(a) $d = 30 \mu\text{m}$ かつ $t_h = 0 \text{ s}$ の場合。(b) $d = 30 \mu\text{m}$ かつ $t_h = 0.1 \text{ s}$ の場合。(c) $d = 140 \mu\text{m}$ かつ $t_h = 0 \text{ s}$ の場合。(d) $d = 140 \mu\text{m}$ かつ $t_h = 0.1 \text{ s}$ の場合。

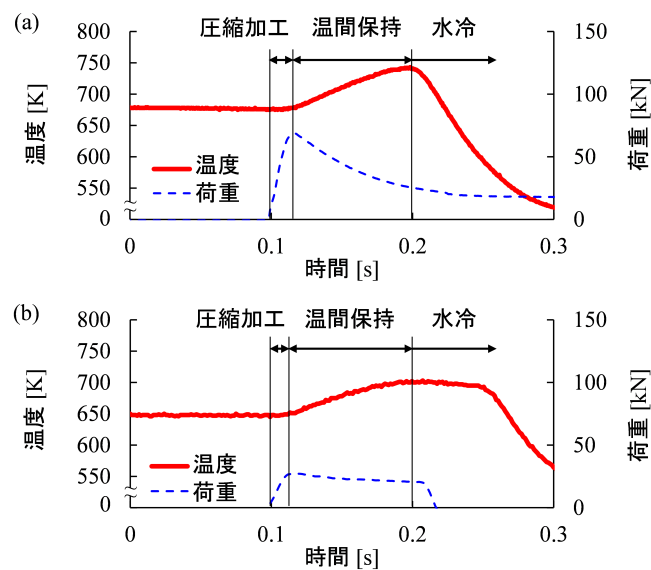


図 4.19 温間加工時の試験片の温度変化。(a) $d = 30 \mu\text{m}$ の場合、(b) $d = 140 \mu\text{m}$ の場合。

4.5 急速温間オースフォームでマルテンサイトの硬度が増加することの確認

図 4.20 に、ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で形成したマルテンサイト組織の、相当塑性ひずみと硬度の関係を示す。図から、相当塑性ひずみの増加に伴って硬度が増加することが分かった。これが急速温間オースフォームの効果であると考え、以降、マルテンサイト組織の変化について調査を行う。

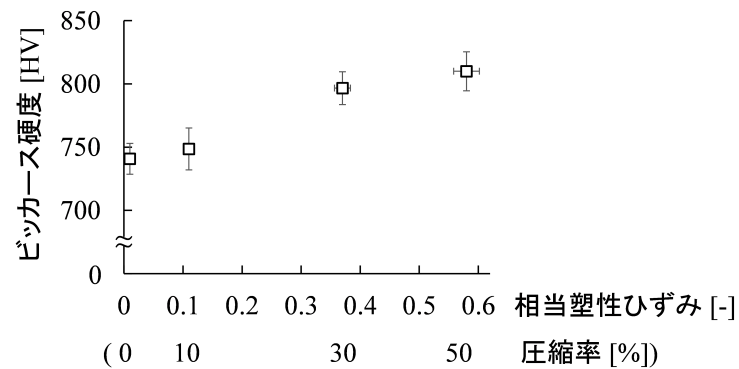


図 4.20 ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で形成したフルマルテンサイト組織の、圧縮率と硬度の関係。横軸は、試験片の圧縮率と、硬度測定を行った領域の塑性ひずみの両方を記載した。

4.6 マルテンサイトが転位強化されることの確認

KAM マップを用いて、マルテンサイトに含まれる転位密度を評価した。

図 4.21(a) に、無圧縮の試験片に形成したマルテンサイト組織の KAM マップを示す。図 4.21(b) には、ひずみ速度 10s^{-1} かつ保持時間 0s の条件で 50% 圧縮された試験片に形成したマルテンサイト組織の KAM マップを示す。図から、マルテンサイト基地以外にも、ブロック境界や旧オーステナイト粒界と思われる場所の輝度も高くなっていることが分かる。KAM 値は局所的な結晶方位の変化から算出されるため、転位以外にも、ブロック境界や粒界でも大きな値を取る傾向がある。しかし、マップの大部分は基地の領域であるため、ブロック境界や粒界の影響は相対的に小さくなり、基地内の転位密度を評価できる。

図 4.22 は、マルテンサイト組織の KAM 値の分布である。図では、最も割合の多い KAM 値の割合が 1 となるように結果をそろえている。また、KAM 値が大きい部分ほど粒界の影響が大きくなるため、ここでは KAM 値が 2° 未満の部分のみを示している。図から、圧縮率が 0–30% の範囲で、圧縮率が増加するほど KAM 値が小さい領域が減少し、KAM 値が大きな領域が増加することが分かる。また、圧縮率が 30% と 50% では KAM 値に大きな差は見られなかった。

影響は小さいとはいえ、視野全体を対象とした調査ではブロック境界と粒界の影響が含まれてしまう。そこで、参考としてブロック内部の KAM 値も調査した。図 4.21 に丸で示したように、ブロック内部と思われる領域を 5–10 箇所指定し、KAM 値の平均を求めた。図 4.23 はその結果であり、ブロック内部のみの調査でも同様の傾向が確認された。オーステナイトからマルテンサイトに引き継がれる転位を増加させるという目的であれば、今回調査した範囲では、圧縮率は 30% 程度が上限であることが分かった。

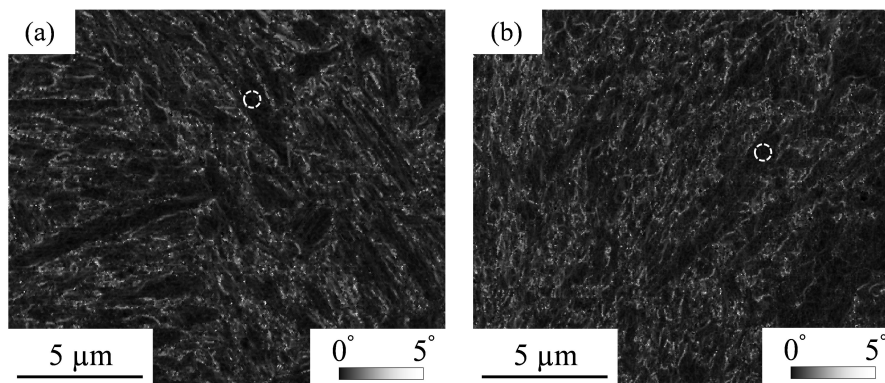


図 4.21 (a) 無圧縮の試験片に形成したマルテンサイトの KAM マップ。(b) ひずみ速度 10s^{-1} かつ保持時間 0s の条件で 50% 圧縮された試験片に形成したマルテンサイト組織の KAM マップ。破線の丸印は、ブロック内部に相当する領域の例を示す。

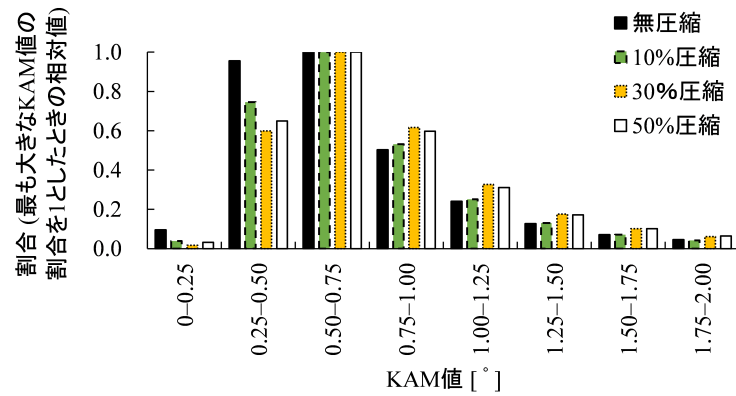


図 4.22 ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で圧縮された試験片に形成したマルテンサイト組織の、圧縮率ごとの KAM 値の分布。

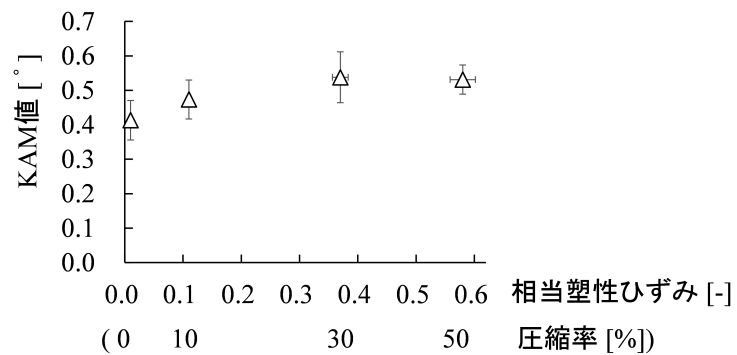


図 4.23 ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で形成したマルテンサイト組織の、圧縮率ごとのブロック内部の KAM 値。横軸は、試験片の圧縮率と、KAM 値測定を行った領域の塑性ひずみの両方を記載した。

4.7 マルテンサイトが形態強化されることの確認

4.7.1 マルテンサイトの組織形態の変化

図 4.24 に、ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で圧縮した試験片に形成したマルテンサイト組織について、圧縮率ごとの代表的な組織を示す。図 4.24(a) と (b) はそれぞれ、無圧縮と 10% 圧縮の条件で形成した組織である。いくつかのバタフライマルテンサイトを矢印で示しているが、緻密なラスマルテンサイトのなかに粗大なバタフライマルテンサイトが散在していることが確認できる。図 4.24(c) は 30% 圧縮の条件で形成した組織である。粗大なバタフライマルテンサイトは依然として存在するものの、その数が減っていることや形状が乱れていることが確認できる。50% 圧縮の条件では、図 4.24(d) に示すように、粗大なバタフライマルテンサイトは全く確認されなかった。なお、バタフライマルテンサイトがそもそも生成しなくなったのか、ラスマルテンサイトと同程度に微細化したのかについては、4.7.2 節で別途確認する。

この結果は、1 章および 2 章で予想した通り、急速温間オースフォームに伴って粗大なバタフライマルテンサイトが微細化するという傾向を示すものである。また、30% 圧縮された試験片に生成したバタフライマルテンサイトは形態にやや乱れが生じ、50% 圧縮された試験片では粗大なバタフライマルテンサイトは確認できなかった。仮説通り、形態強化と呼ぶべき現象が起こることが分かった。

以降、組織の変化と硬度の変化の関係について調査を進める。

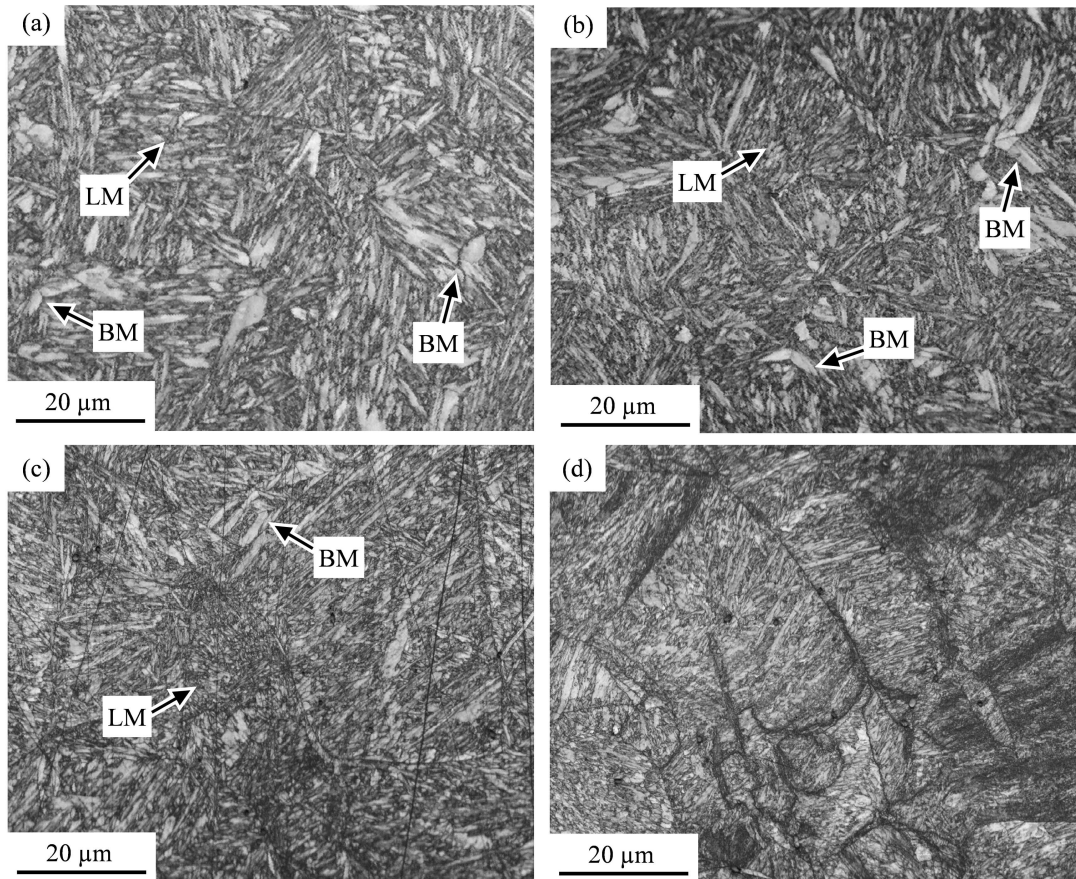


図 4.24 ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で圧縮した試験片に形成したマルテンサイト組織の、各圧縮率での代表的なマルテンサイト組織。図は EBSD 測定時の IQ マップで、LM と BM はそれぞれラスマルテンサイトとバタフライマルテンサイトを意味する。(a) 無圧縮, (b)10% 圧縮, (c)30% 圧縮, (d)50% 圧縮。

4.7.2 マルテンサイト組織の下部構造の観察

塑性加工されて粗大なバタフライマルテンサイトが見られなくなった組織においても、微小なバタフライマルテンサイトが存在していることを確認する。

これまで、ラスマルテンサイトとバタフライマルテンサイトを、形状と大きさに基づいて識別していた。しかしこの方法では、両者の大きさが同程度の場合に、バタフライマルテンサイトなのか、ラスマルテンサイトが偶然2枚羽状に並んでいるのか判断がつかない。1章で説明したように、ラスマルテンサイトとバタフライマルテンサイトの下部構造は異なる。すなわち、形状と大きさではなく、形状と下部構造に基づいても、両マルテンサイトを識別できる。ここでは、形状と下部構造に注目して組織を観察し、50%圧縮された試験片でもバタフライマルテンサイトが生成していることを確認する。

図4.25(a)は、無圧縮の試験片に形成したマルテンサイト組織の明視野像である。画像中央部に粗大なバタフライマルテンサイトが存在している。図に示すように、バタフライマルテンサイトは複数のマルテンサイトがまとまって生成することがある。また、適切な角度から観察すると、明視野の状態でも、少なくとも1方の羽に、双晶に起因する縞状のコントラストを浮かび上がらせることができる。図4.25(b)は、ひずみ速度 10s^{-1} かつ保持時間 0s の条件で、50%圧縮した試験片に形成したマルテンサイト組織の明視野像である。画像上部に2枚羽形状の領域が存在しており、最も大きいBM1では、上側の羽内部に縞状のコントラストを確認できる。また、2枚羽形状の領域の外側には、同様のコントラストが見える領域が存在する(A1)。BM1の上側の羽領域は狭すぎるため、ある程度の面積が確保できるA1にて、電子回折図形の取得および暗視野観察を行った。電子回折図形およびそれを用いた暗視野観察の結果から、縞状のコントラストが、バタフライマルテンサイト内部でよく観察される $\{112\}_M$ 双晶に起因するものであることが分かる。この観察結果から、50%圧縮された試験片でも、バタフライマルテンサイトが生成することが分かる。

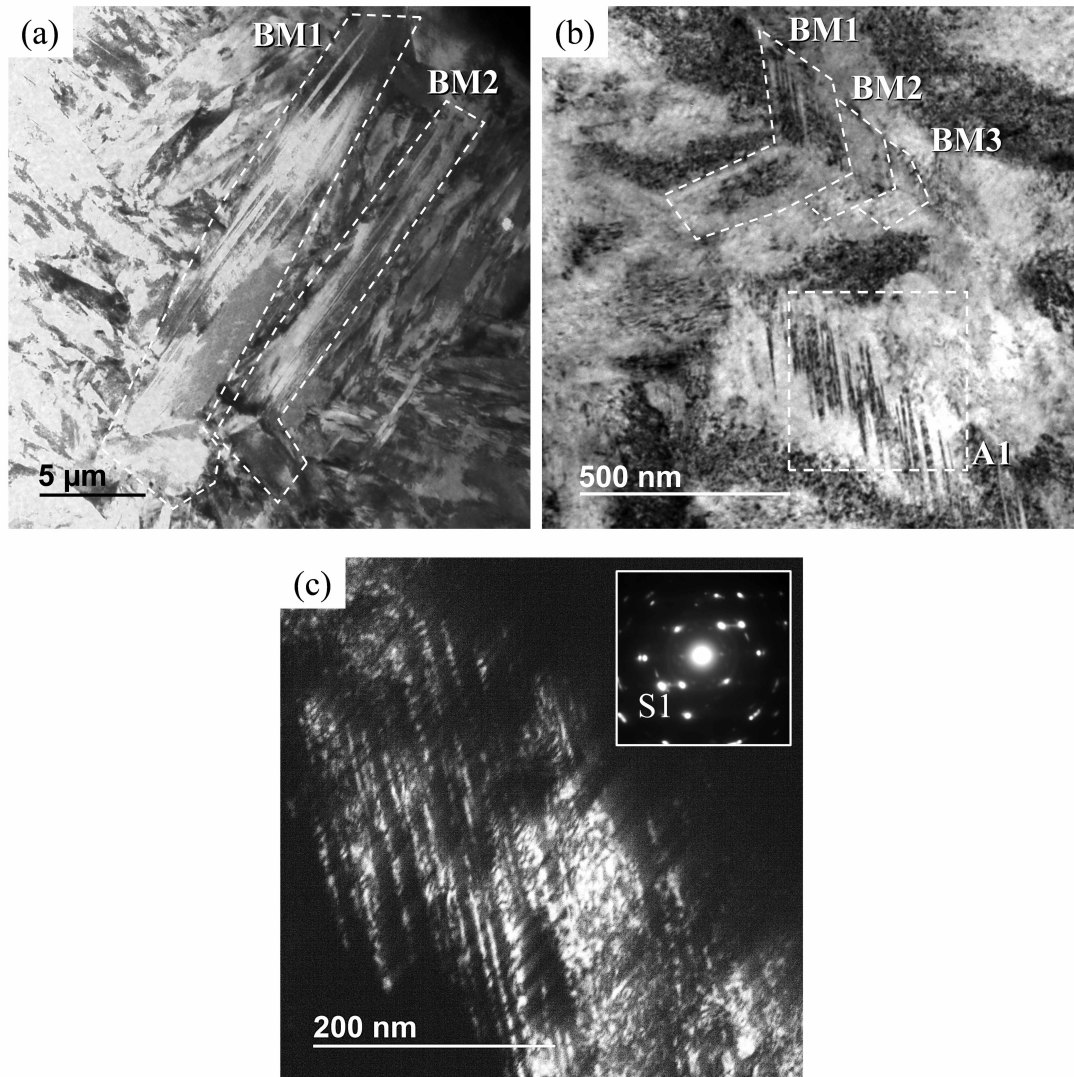


図 4.25 TEM 観察結果. BM はバタフライマルテンサイトを意味する. (a) 無圧縮の試料に生成した粗大なバタフライマルテンサイトを含む明視野像. (b) ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で 50% 圧縮された試料に形成したマルテンサイト組織のなかで、小さな 2 枚羽形状の領域を含む組織の明視野像. (c) 領域 A1 中心部で測定した電子回折図形と、スポット S1 を用いた暗視野像.

4.7.3 マルテンサイトのブロック幅の測定

ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で圧縮された試験片に生成したマルテンサイトのブロック幅を調査した。

まず、マルテンサイトのブロック幅とその測定方法を定義する。炭素量が少ない場合、生成するマルテンサイトはラスマルテンサイトのみであり、そのブロックも比較的綺麗な短冊状となる。しかし、炭素量が増加するにしたがって、ブロックの形状は小さく、いびつな形状となる。炭素量がさらに増加すると、本研究のようにバタフライマルテンサイトが混在するようになる。バタフライマルテンサイトについても、大角粒界で囲まれているという意味でブロックの概念を適用可能であるが、ブロックの形が一層多様なものとなる。一貫した測定をおこなうために、ブロックの幅の定義が必要である。図 4.26 に、特徴的な形状のブロックを含んだ IQ マップおよび粒界マップを示す。図 4.26(a)(b) は無圧縮の場合で、図 4.26(b)(c) は 50% 圧縮した場合である。本研究では個々のブロックを長方形あるいは楕円とみなし、長方形であれば幅、楕円であれば短軸を、ブロックの“幅”として測定することとした。

そして、図 4.24 のようにある程度の面積を持つ大角粒界マップにランダムに線を引き、それと交差した 100 個程度のブロックの幅を調査した。図 4.27 はその結果で、塑性ひずみが増加するに従って、平均ブロック幅とその標準偏差が減少している。平均値と標準偏差がともに減少していく理由は、粗大なバタフライマルテンサイトがなくなり、一様に緻密な組織に変化していくからだと考えられる。

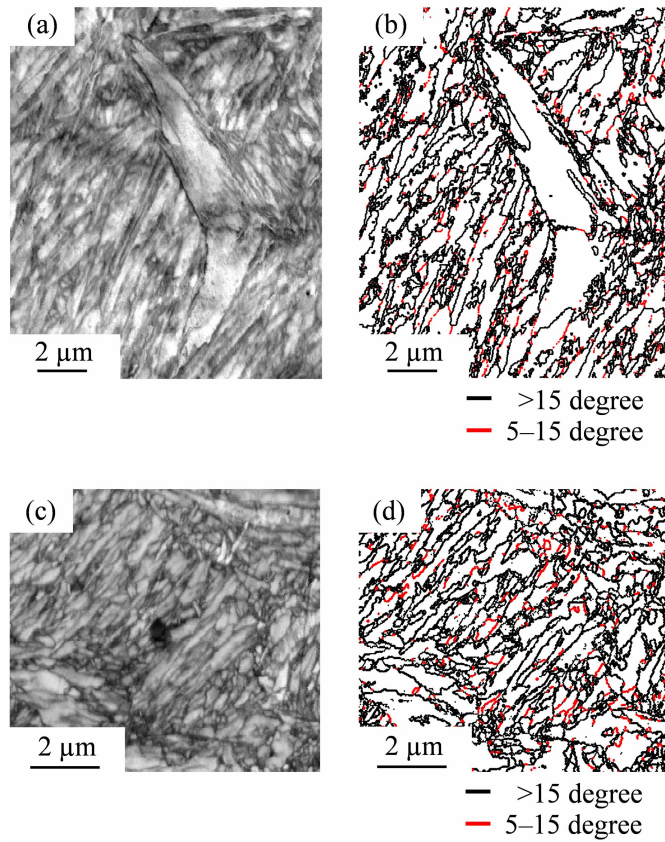


図 4.26 ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で圧縮されたマルテンサイト組織の EBSD 測定結果. 無圧縮の組織の IQ マップ (a) と粒界マップ (b). 50% 圧縮された組織の IQ マップ (c) と粒界マップ (d).

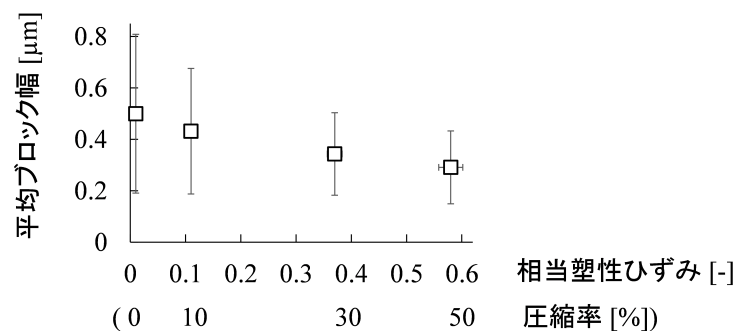


図 4.27 ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s の条件で形成したフルマルテンサイト組織の, 圧縮率とブロック幅の関係. 横軸は, 試験片の圧縮率と, ブロック幅を測定した領域の塑性ひずみの両方を記載した.

4.7.4 形態強化メカニズムの推定

2章で説明した仮説によって、マルテンサイトが微細化していることを確認する。

まず前提として、オーステナイト粒の大きさが、ブロックの形成機構に顕著な影響を与えるよう確認なサブミクロンでない [95] [96] ことを確認する。図 4.28 は、マルテンサイトのバリエーションの分布傾向から旧オーステナイト粒を特定した例であり、(a) が加工なし、(b) が 50% 圧縮加工のものである。同様の調査を他の圧縮率、および圧縮方向に平行な面においても行い、切片法に準じた方法でオーステナイト粒のサイズを調査した。図 4.29 から、圧縮加工によってオーステナイト粒が扁平化するものの、少なくとも $15\ \mu\text{m}$ 程度はあることが分かった。

次に、実験結果をもとに仮説の検証を行う。先行研究を参考にすると、本研究のようにある程度塑性ひずみが大きい場合、オーステナイト基地に格子欠陥が導入されていることは想定してよい。したがって、マルテンサイトが低温で生成していることが確認できればよい。ここでは、50% 圧縮加工して金型を圧下位置に留めたまま焼き入れすることを共通条件として、次の 3 条件の焼入れ中の温度変化を比較した：(1) 粗大なマルテンサイトが生成する条件、(2) 粗大なマルテンサイトが生成しない条件、(3) マルテンサイトの変態潜熱が生じない条件。具体的なプロセスとしては、(1) は 1273 K で圧縮加工し、同温度で 10 s 保持したあと、水焼入れを行う条件である。熱間保持中に結晶欠陥が分解されるため、無加工で焼入れした場合と同様に、粗大なブロックを含んだマルテンサイト組織が得られると期待される。(2) は 4.3.1 節で説明した、ひずみ速度 $10\ \text{s}^{-1}$ かつ保持時間 0 s の条件である。本研究で提案している急速温間オースフォームであり、微細なマルテンサイト組織が得られると期待される。(3) は 4.3.1 節で説明した、ひずみ速度 $10\ \text{s}^{-1}$ かつ保持時間 30 s の条件である。温間保持中にオーステナイトが完全にベイナイトに変態するため、水冷中にマルテンサイトの変態潜熱が発生しないと期待される。なお、圧縮率と金型位置を統一した理由は、図 4.30 に示すように、試験片形状と金型位置が焼入れ時の抜熱速度に大きな影響を与えると考えたためである。

図 4.31 は各条件でそれぞれ形成した組織である。形成した組織から、想定通りの実験が行えたと判断し、焼入れ中の冷却曲線を確認した。図 4.32 に、各条件の焼入れ中の冷却曲線を示す。マルテンサイトが生成する条件では、加工の有無に関係なく、それぞれの場合の M_s 点付近から、潜熱なしの場合と冷却曲線の乖離が起こっている。このことから、冷却曲線を用いてマルテンサイトの生成タイミングを正しく推定できるといえる。同時にこの結果は、塑性加工されたオーステナイトでは、マルテンサイトが低温で生成することを示している。よって、2章で説明したメカニズムによって、マルテンサイトが微細化したといえる。

なお、相変態の進展を測定する方法としては、試験片の体積変化に注目する方法が一般的である。本研究の場合は加工後ただちに水冷を行う都合上、この方法を用いることはできなかったため、上記のような方法を採用した。

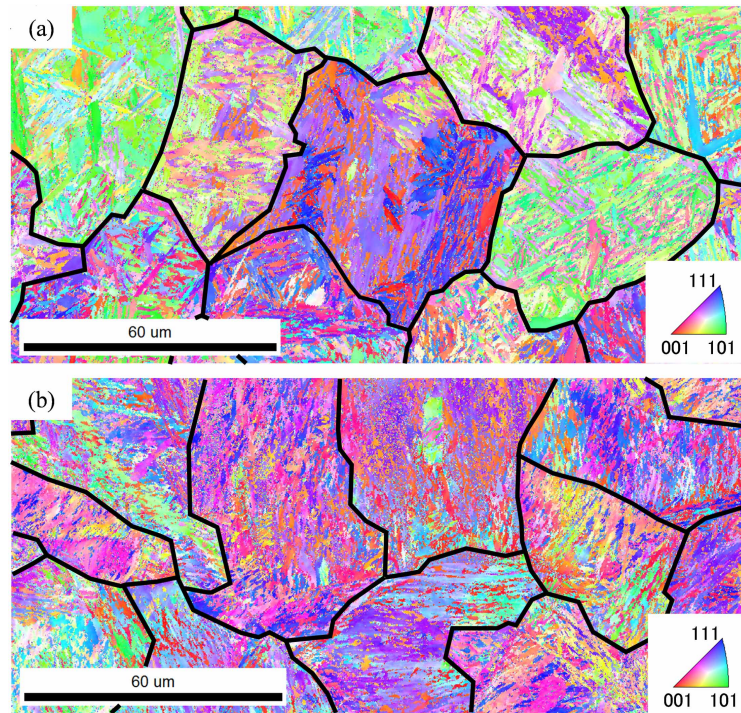


図 4.28 圧縮方向に垂直な面における，旧オーステナイト粒の特定結果の例．(a) 無加工の場合．(b)50% 圧縮加工の場合．

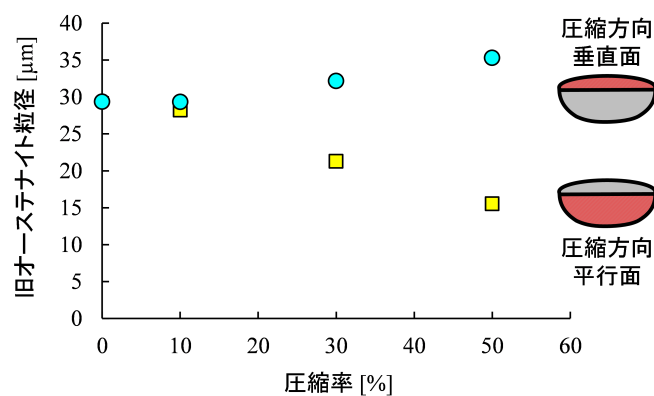


図 4.29 旧オーステナイト粒サイズの変化．

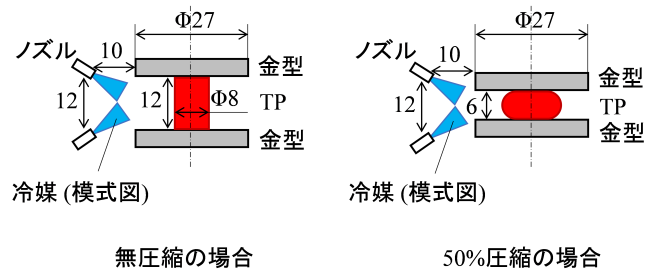


図 4.30 試験片形状と金型位置による，冷媒の当たり方の差。

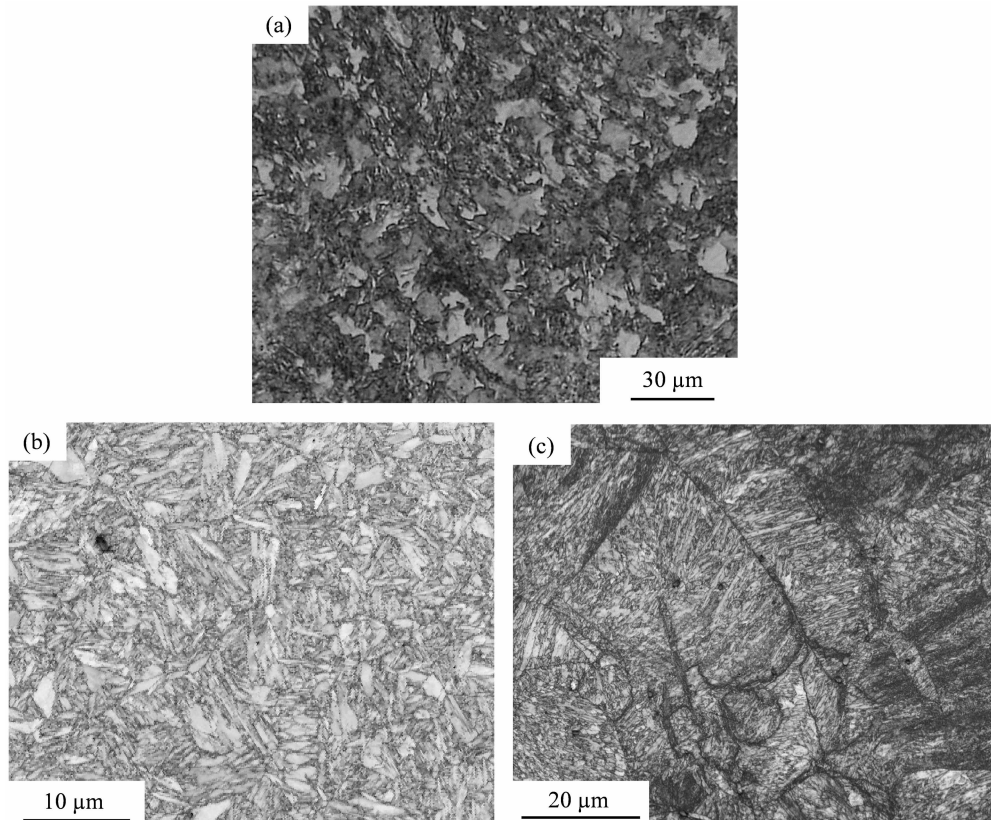


図 4.31 (a) 加工後の温間保持で形成したフルベイナイト組織. 5% ナイタルエッチングした組織の光学顕微鏡像. (b) 熱間加工後の回復によって，粗大なマルテンサイトが形成した組織. EBSD 測定時の IQ マップ. (c) 急速温間オースフォームで微細化したマルテンサイト組織. EBSD 測定時の IQ マップ.

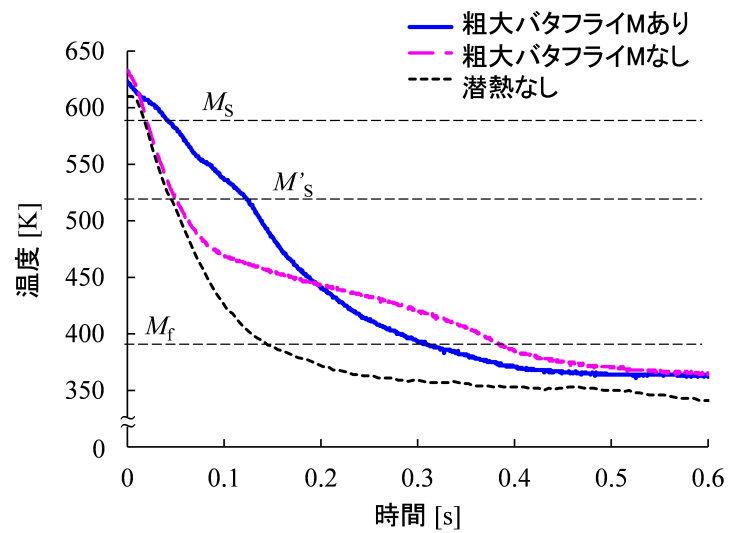


図 4.32 焼入れ時の冷却曲線。 M_S および M_f はそれぞれ無加工の場合のマルテンサイト変態開始および終了温度 [97] [16]。 M'_S は 50% の圧縮加工を受けた場合のマルテンサイト変態開始温度 [92] で、470–520 K の範囲の高温側を示した。

4.8 焼入れ時の圧縮応力はマルテンサイトの硬度に影響を与えないことの確認

焼入れ時に、金型の拘束に伴って被加工物に発生する圧縮応力が、マルテンサイトの硬度に与える影響を調査する。ここでは、金型の拘束に伴って被加工物に発生する圧縮応力を、単に“応力”と略記する。

4.8.1 熱加工履歴および形成した組織の確認

4.3.3 節で説明した条件で実験を行った。図 4.33 に加工開始から焼入れ完了までの、試験片の温度と加工荷重の履歴を示す。まず、目的通りの加工熱処理が行われていることを確認する。図では、応力なしの条件について、各種タイミングが示されている。応力なしの条件では、マルテンサイト変態が開始する前に金型が開放されていることが分かる。また、応力ありの条件となしの条件で、圧縮開始からマルテンサイト変態開始までの時間を揃えられていることが分かる。次に応力ありの条件について、焼入れ時の応力を確認する。50%の圧縮加工を行うと、試験片は樽型に変形する。組織や硬度の評価を行う高さ方向中央部では、試験片の直径は12mm程度となる。焼入れ時の荷重と試験片の断面積をもとに応力を求めると、応力は500MPa程度であり、70MPa以上の応力をかけるという条件を満たしている。最後に組織について確認する。この実験では、加工後にできるだけ速やかに焼入れするよりも、応力の有無を制御することを優先させている。その結果として加工後の温間での滞留時間が長くなり、図 4.34 に示すように、旧オーステナイト粒界を中心にベイナイトが生成している。ほとんどの部分はマルテンサイトとなっているため、マルテンサイトの部分に注目すればマルテンサイトについて調査可能であると判断し、以降の調査を行った。

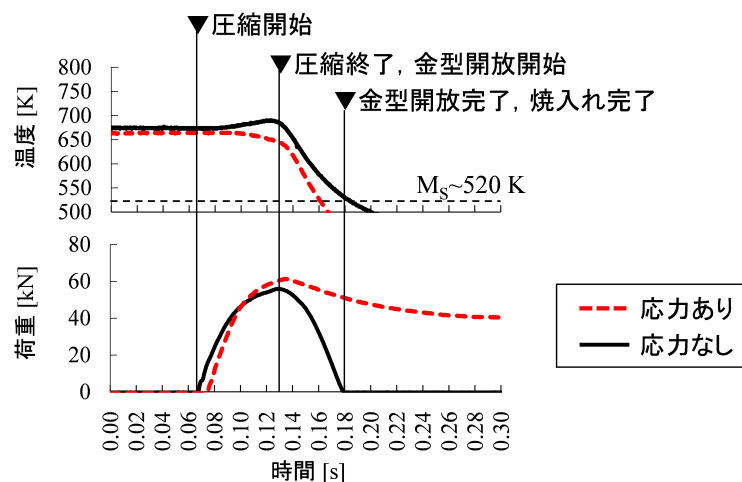


図 4.33 熱加工履歴。応力なしの条件について、圧縮開始などのタイミングを示す。

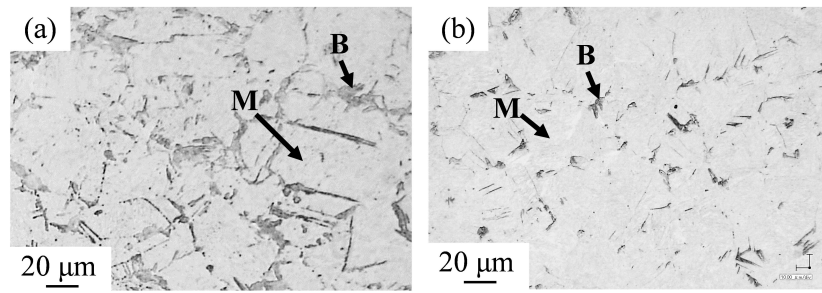


図 4.34 形成した組織を 5% ナイタル液でエッチングした組織の光学顕微鏡像. M と B はそれぞれ, マルテンサイトとベイナイトを示す. (a) 応力なし. (b) 応力あり.

4.8.2 マルテンサイトのバリエーションおよびベイニンググループの特定方法

解析においてオーステナイトの座標系を一貫させる方法と、その座標系においてマルテンサイトバリエーションおよびベイニンググループを特定する方法を説明する。図 4.35(a) はあるひとつの旧オーステナイト粒であり、図 4.35(b) は EBSD 測定したままの極投影図である。この状態では、星印で示した方向が圧縮方向 (Compression Axis; CA) である。本研究では、圧縮方向が $[001]_A - [\bar{1}11]_A - [011]_A$ 内部に収まるように、図 4.35(c) のように極投影図を回転させ、その状態で図 4.35(d)(e) と比較して、バリエーションあるいはベイニンググループを特定する。圧縮方向を基準として用いることで、異なる旧オーステナイト粒内のオーステナイト座標系を揃えることができる。すなわち、複数の旧オーステナイト粒を対象にして、圧縮加工および圧縮応力がバリエーションやベイニンググループの生成傾向に与える影響を一貫して評価できる。

図 4.35(f)(g) はそれぞれ、図 4.35(d)(e) に示した色に従って、図 4.35(c) の極投影図を着色したものである。図 4.35(h)(i) は、それによって旧オーステナイト粒内のバリエーションあるいはベイニンググループの分布を可視化したものである。図 4.35(h)(i) を用いることで、各バリエーションあるいはベイニンググループの面積率や隣接傾向を把握できる。

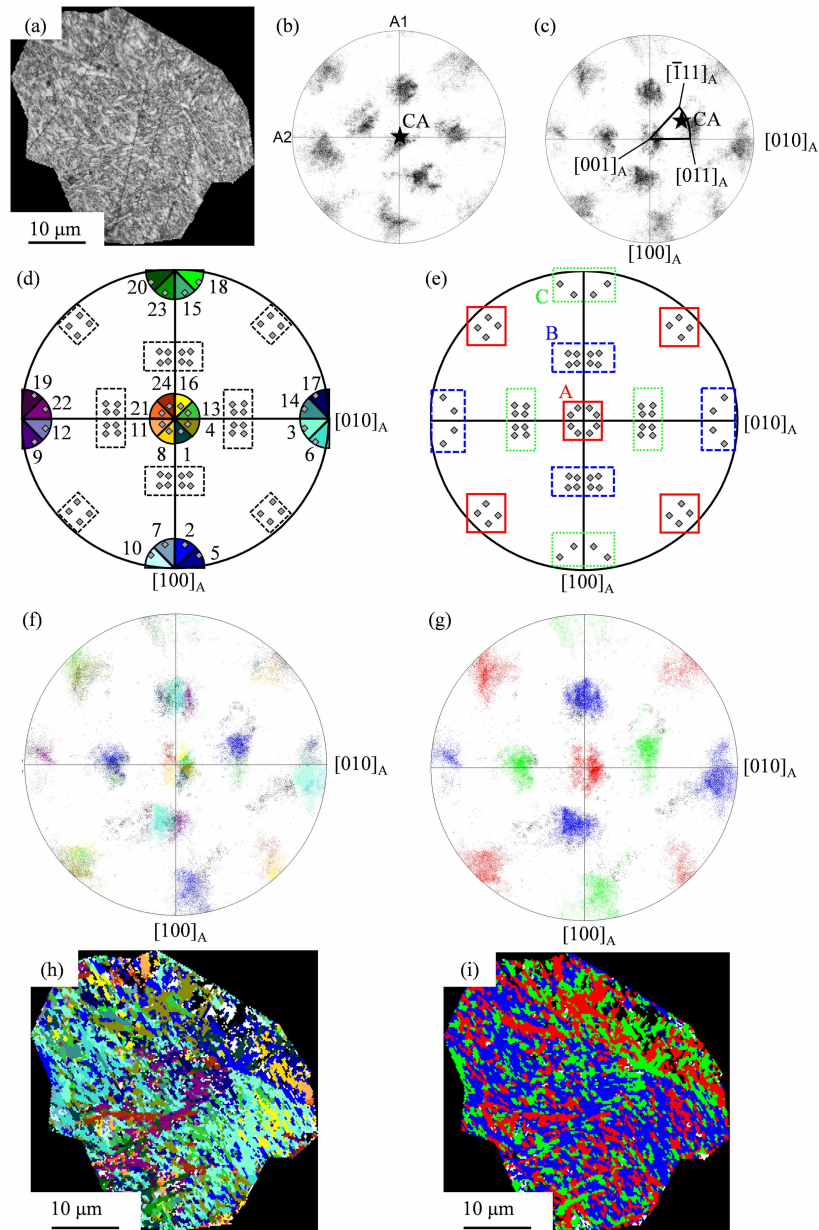


図 4.35 (a) ひとつの旧オーステナイト粒の IQ マップ及び、その極投影図 (b). (c) 圧縮軸 (CA) が $[001]_A - [\bar{1}11]_A - [011]_A$ の三角形に収まるように (b) を回転させた極投影図. (d) K-S バリエントとそれに割り当てた色の対応. (e) ベイングループとそれに割り当てた色の対応. (f) 極投影図 (c) を (d) の定義に従って着色した極投影図. (g) 極投影図 (c) を (e) の定義に従って着色した極投影図. (h) オーステナイトを (f) に従って着色したバリエントマップ. (i) オーステナイトを (g) に従って着色したベイングループマップ.

4.8.3 マルテンサイトの硬度およびブロック幅の測定結果

圧縮方向に垂直な面と並行な面において硬度を調査した (図 4.36, 図 4.37(c)). 図 4.37(c) では比較のために, 加工も応力もなく, 単純に焼入れただけのマルテンサイトの硬度も示している. 図から, 応力によってマルテンサイトの硬度が変化する傾向は見られず, 共に, 無加工の場合よりも硬度が大きくなっていることが分かる. なお, 4.8.1 節にて, 対象の組織では, 旧オーステナイト粒の粒界付近にベイナイトが生成していると説明した. 今回は, 図 4.37(a)(b) に示すように, 硬度測定用の圧痕は十分小さくベイナイトの影響を避けて硬度測定できると考えた. また, 表面直下にベイナイトが隠れていて測定に影響を与えたとしても, マルテンサイトとベイナイトには大きな硬度差があるため, その影響は検知可能だと考えた.

図 4.38 は, 4.7.3 節と同様の方法で, マルテンサイトのブロック幅を測定した結果である. 図から, 応力の有無によるマルテンサイトのブロック幅の差はないことが分かる.

1 章で説明したように, 硬度とブロック幅には関係があることが知られている. 硬度とブロック幅の両方に差がないという結果は先行研究の知見に整合し, 妥当性があると考えられる. 応力の有無によってマルテンサイトの硬度が変化しないという結果は, 硬度を評価指標とする限りは, プロセス条件の検討時に応力は検討対象から外してもよいことを意味する. 実用的にはそれで充分であるが, ここでは, マルテンサイトバリエーションやベイングループの生成傾向を調査し, 焼入れ時に被加工物に発生する圧縮応力の影響を, 結晶学的観点で調査する.

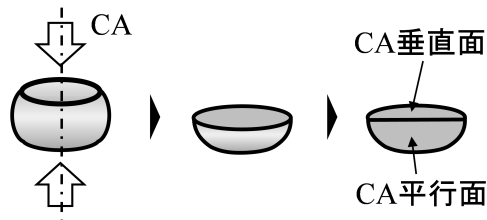


図 4.36 硬度測定面の定義. CA は圧縮方向 (Compression Axis).

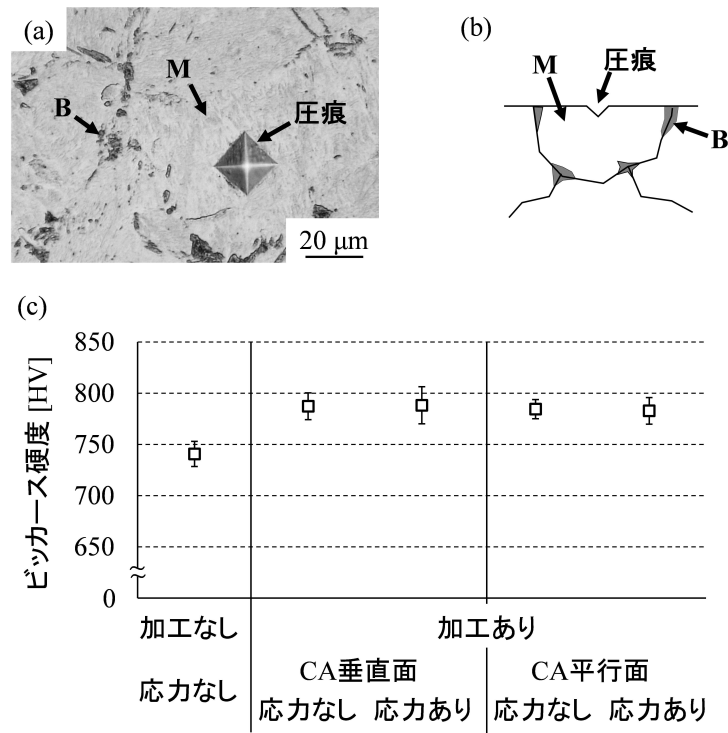


図 4.37 硬度測定の結果. B と M はそれぞれ, バイナイトとマルテンサイトを意味する. (a) 硬度測定痕. 5% ナイタルでエッチングした組織の光学顕微鏡像. (b) 断面奥行方向の模式図. (c) 硬度測定結果.

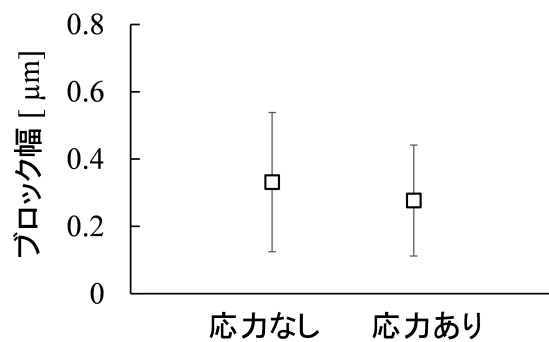


図 4.38 ブロック幅の測定結果.

4.8.4 マルテンサイトのバリエーションの生成傾向の調査結果と考察

図 4.39 に、各条件 10 個以上の旧オーステナイト粒を調査対象とした、バリエーションの生成傾向を示す。まず、応力のない条件で、加工の影響を評価する。図 4.39(a) と (b) を比較すると、50% の圧縮加工を行うと、 $(111)_A \parallel (011)_M$ の CP1 グループと、 $(\bar{1}11)_A \parallel (011)_M$ の CP2 グループに属するバリエーションが顕著に生成するようになる。この傾向は先行研究 [22] [44] [65] でも確認されている。圧縮方向が $[001]_A - [\bar{1}11]_A - [011]_A$ 内部に収まっている場合は、第 1 すべり面が $(111)_A$ 、第 2 すべり面が $(\bar{1}11)_A$ となる。加工を受ける素材をミクロ的にみると、すべり面に沿って転位壁やマイクロバンドが形成し、その領域の自由エネルギーが大きくなる。これらがマルテンサイト-オーステナイト、マルテンサイト-マルテンサイト界面になると自由エネルギーを下げるので、すべり面に沿って成長しやすいマルテンサイトバリエーションが優先的に成長する、というのがこの傾向のメカニズムだと考えられている。

次に、加工ありの条件で応力の影響を評価する。図 4.39(b) と (c) を比較すると、応力ありの条件では V3 バリエーションの割合が増加する傾向が見られた。また、旧オーステナイト粒界から 5 μm 程度の領域を粒界領域、それより内側を粒内領域として、各領域のバリエーションの面積率を調査した結果を、図 4.40 に示す。図から、V3 バリエーションの割合が増加しているのは粒界領域であることが分かった。硬度に実質的な差はないものの、応力によってバリエーションの生成傾向が変化しているように見えたため、以降、この傾向について考察する。

マルテンサイト変態の際にどのバリエーションが優先的に生成するかに関しては、マルテンサイトの生成に伴って発生するひずみが小さいものが優先的に生成するという説 [10] [21] や、圧縮応力下では、応力によるマルテンサイト変態時の結晶変化の補助が最も大きいものが生成するという説 [11] がある。

ここでは、これらの説を組み合わせ、今回の傾向を考察する。まず、PTMC に従って、マルテンサイト変態の行列表現 \mathbf{F} を求めた。表 4.3 に、計算に用いた定数および計算の結果を示す。低合金中炭素鋼のマルテンサイトは一部に双晶を含むバタフライマルテンサイトが存在するものの、全体としてはラスマルテンサイトである。そこで、格子不変変形の様式は、ラスマルテンサイトで一般的な二重格子不変せん断説 [98] [99] を想定した。さらに、この結果を用いて V2-6 バリエーションの行列表現を求め、その結果を表 4.4 に示す。そして、表 4.5 のように、2 つのバリエーションが同時に隣接して生成した場合の全ての組み合わせについて、ひずみを求めた。また、ここでは、4.1 式のように、 \mathbf{F} を用いて変態に伴う変形勾配 ϵ を求め、4.2 式に従って圧縮応力 σ によるマルテンサイト変態の駆動力 ΔG を求めた。図 4.41 に、圧縮応力の方向が $[001]_A - [011]_A$ 上にあるときの駆動力を例として示す。なお、図が煩雑となるため駆動力は上位 5 個を示した。

粒内領域にて、V3 バリエーションと V4 バリエーションが多く生成する理由としては、次の 2 つが考えられる。1 つ目の理由は、第 1 すべり面である $(111)_A$ と第 2 すべり面である $(\bar{1}11)_A$ に沿って転位密度の高い領域が形成しているため、最密方向が $[0\bar{1}1]_A$ で、両方の面に沿って成長が可能な V3 と V4 バリエーションが生成するというものである。2 つ目の理由は、図 4.41(a) から分かる通り、

力学的駆動力が大きいというものである。一方、粒界領域にて、V3 バリエントが顕著に生成する理由は、次が考えられる。粒界付近はマルテンサイトが生成しやすい場所として知られており、ある領域にマルテンサイトが生成しようとする場合、その周囲には、それと同時かすでに硬いマルテンサイトが生成している確率が高い。さらに、粒界付近は粒界強化の効果が大きい。そのため、マルテンサイト変態に伴うひずみが小さくなるように、特定のバリエント同士が隣接して生成したと考えられる。駆動力が正で、ひずみが最も小さくなる組み合わせとしては、図 4.41 および表 4.5 から V1 バリエントと V3 バリエントが隣接して生成する場合であり、これは図 4.40(d) に示す傾向と一致する。

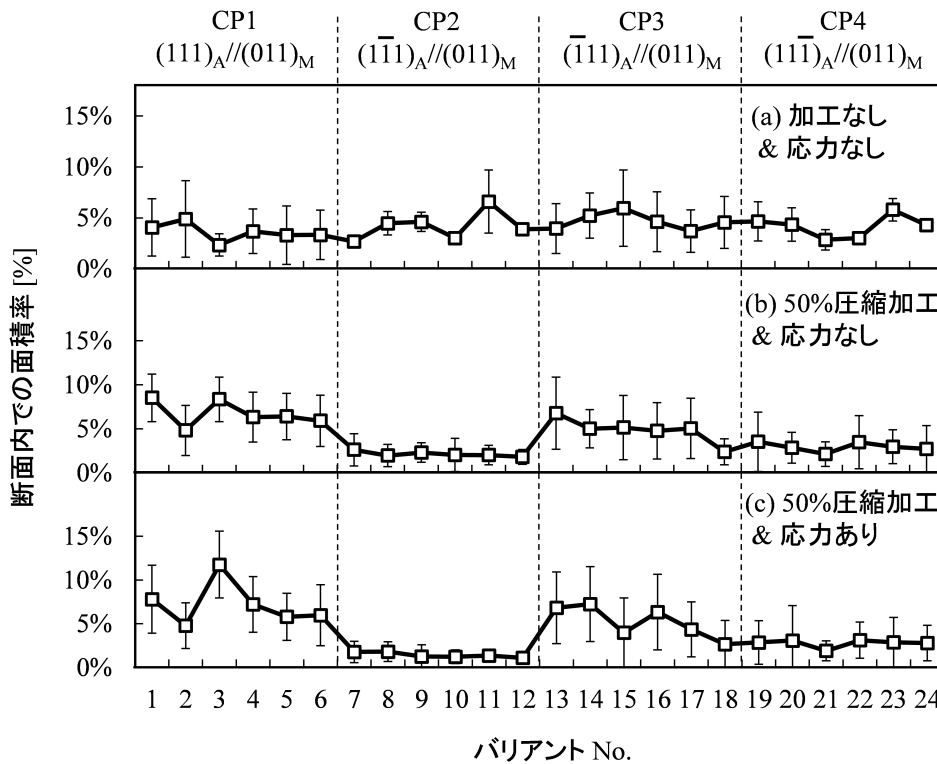


図 4.39 バリエントの生成傾向。(a) 圧縮加工なしかつ応力なし。(b)50% 圧縮加工ありかつ応力なし。(c)50% 圧縮加工ありかつ応力あり。

$$\varepsilon = (\mathbf{F}^T \mathbf{F} - \mathbf{I})/2 \quad (4.1)$$

$$\Delta G = \sigma : \varepsilon \quad (4.2)$$

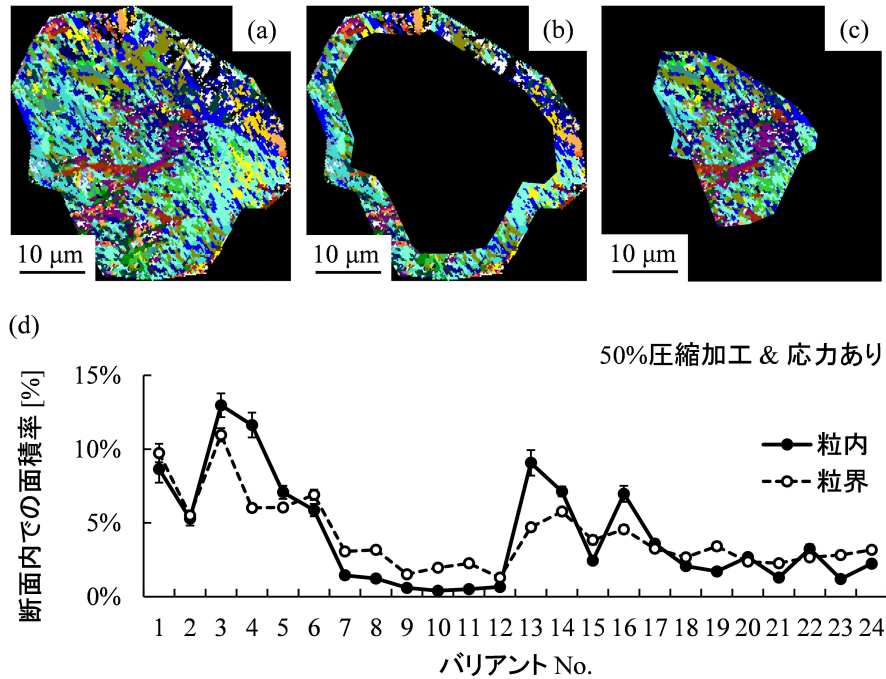


図 4.40 旧オーステナイト粒内での、場所ごとのバリエントの生成傾向の調査結果. (a) ひとつの旧オーステナイト粒の例. (b) 粒界領域の抽出画像. (c) 粒内領域の抽出画像. (d) 粒内領域と粒界領域の、バリエントの面積率.

表 4.3 計算に用いる定数と計算結果.

バリエント	V1
入力	
格子定数	
オーステナイト	0.358 nm
マルテンサイト	0.287 nm
格子不変変形	
格子不変せん断 S_1	$(101)[\bar{1}01]_A (112)[\bar{1}\bar{1}1]_M$
格子不変せん断 S_2	$(100)[01\bar{1}]_A (110)[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
結果	
S_1 のひずみ (shape strain)	0.242
ひずみ方向 (shape strain direction)	$[-0.250 \ 0.732 \ -0.633]_A$
マルテンサイト変態 F	$\begin{bmatrix} 0.967 & -0.043 & -0.027 \\ 0.098 & 1.126 & 0.078 \\ -0.084 & -0.109 & 0.933 \end{bmatrix}$

表 4.4 各バリエントに関する, V1 バリエントとの関係, マルテンサイト変態の行列表現, ひずみの方向 (shape strain direction), ひずみ (shape strain).

バリエント	V1 からの変換	マルテンサイト変態の行列表現	shape strain direction	shape strain
V1	1 0 0	0.9666 -0.0430 -0.0265	[-0.20 0.71 -0.68] _A	0.242
	0 1 0	0.0978 1.1258 0.0776		
	0 0 1	-0.0845 -0.1087 0.9329		
V2	0 0 1	-0.0615 -0.0065 -0.0484	[-0.68 0.71 -0.20] _A	0.242
	0 1 0	-0.0065 0.1405 0.0388		
	1 0 0	-0.0484 0.0388 -0.0245		
V3	0 1 0	1.1258 0.0776 0.0978	[0.71 -0.68 -0.20] _A	0.242
	0 0 1	-0.1087 0.9329 -0.0845		
	1 0 0	-0.0430 -0.0265 0.9666		
V4	0 1 0	1.1258 0.0978 0.0776	[0.71 -0.20 -0.68] _A	0.242
	1 0 0	-0.0430 0.9666 -0.0265		
	0 0 1	-0.1087 -0.0845 0.9329		
V5	0 0 1	0.9329 -0.0845 -0.1087	[-0.68 -0.20 0.71] _A	0.242
	1 0 0	-0.0265 0.9666 -0.0430		
	0 1 0	0.0776 0.0978 1.1258		
V6	1 0 0	0.9666 -0.0265 -0.0430	[-0.20 -0.68 0.71] _A	0.242
	0 0 1	-0.0845 0.9329 -0.1087		
	0 1 0	0.0978 0.0776 1.1258		

表 4.5 複数のバリエントが同体積で隣接して生成する場合のひずみ

バリエントの組み合わせ	ひずみの方向 (shape strain direction)	ひずみ (shape strain)
V1 (参考)	[-0.250 0.732 -0.633] _A	0.242
V1&2	[-0.442 0.732 -0.442] _A	0.233
V1&3	[0.241 0.050 -0.442] _A	0.122
V1&4	[0.241 0.241 -0.633] _A	0.174
V1&5	[-0.442 0.241 0.050] _A	0.122
V1&6	[-0.250 0.050 0.050] _A	0.063
V2&3	[0.050 0.050 -0.250] _A	0.063
V2&4	[0.050 0.241 -0.442] _A	0.122
V2&5	[-0.633 0.241 0.241] _A	0.174
V2&6	[-0.442 0.050 0.241] _A	0.122
V3&4	[0.732 -0.442 -0.442] _A	0.233
V3&5	[0.050 -0.442 0.241] _A	0.122
V3&6	[0.241 -0.633 0.241] _A	0.174
V4&5	[0.050 -0.250 0.050] _A	0.063
V4&6	[0.241 -0.442 0.050] _A	0.122
V5&6	[-0.442 -0.442 0.732] _A	0.233

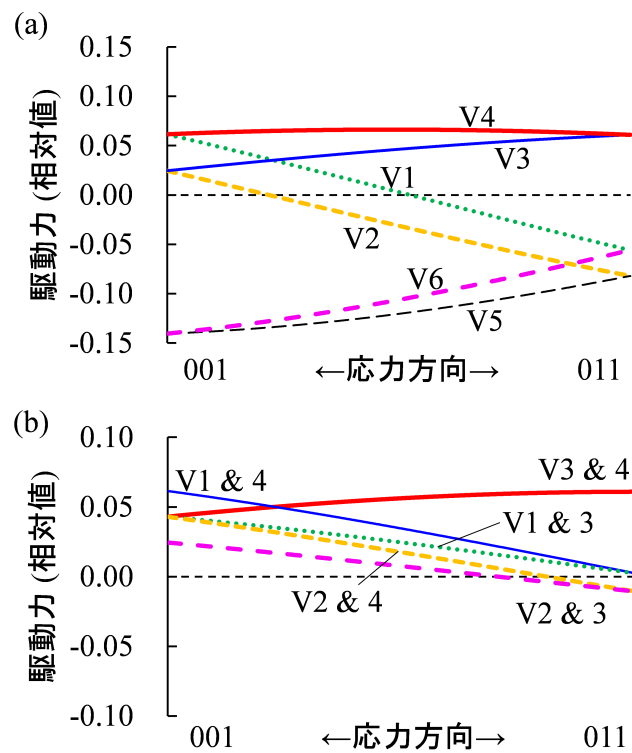


図 4.41 圧縮応力による駆動力の計算結果. (a) バリエントが単独生成する場合. (b) 複数のバリエントが同体積で隣接して生成する場合.

4.8.5 マルテンサイトのベイニンググループの生成傾向の調査結果と考察

各条件 10 個以上の旧オーステナイト粒を調査対象として、ベイニンググループの面積率と、各ベイニンググループの領域の幅を求めた。幅については、切片法に準ずる方法、具体的には図 4.42 に示すように、ひとつの旧オーステナイト粒を含む画像の縦横の中央に線を引き、その線と交差したベイニンググループ領域の幅の平均を求めた。

図 4.43 に、加工熱処理条件ごとの、各ベイニンググループの面積率の調査結果を示す。まず、加工も応力もない条件では、3つのベイニンググループがほぼ均等に生成しているのが分かる。また図から、加工と応力を施すごとに、ベイニンググループの面積率の差が拡大していくことが分かる。今回はグループ B の面積率が減少する傾向が見られたが、これは 4.8.4 節で考察したように、加工と応力によって生成するバリエーションに偏りが生じるからである。次に、図 4.44 にてベイニンググループの領域の幅を確認する。まず、応力なしの条件に関して、加工を施すとベイニンググループの幅が減少する傾向がみられる。これは、急速温間オースフォームによって、マルテンサイトが微細化した影響だと考えられる。一方で、応力ありの条件に関しては、幅の小さいベイニンググループの割合が増加しつつも、同時に幅の大きなグループの割合が増加する傾向がみられる。これは、急速温間オースフォームの効果でマルテンサイトが微細化しつつも、4.8.4 節で考察したように、応力によって特定のバリエーションの割合が増えたことに起因すると考えられる。

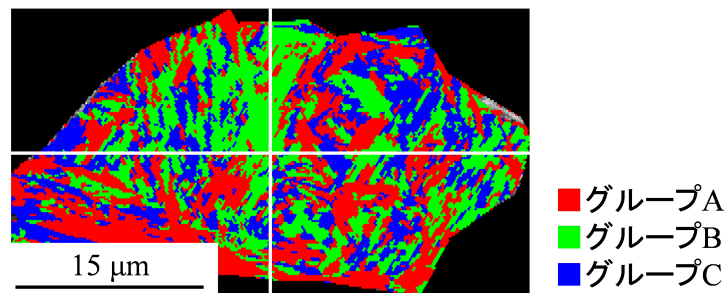


図 4.42 切片法に準ずる方法で、ベイニンググループ幅を測定するための測定線。縦横の測定線はそれぞれ、画像の縦横の中央で引かれている。画像は、無加工および応力なしの条件。

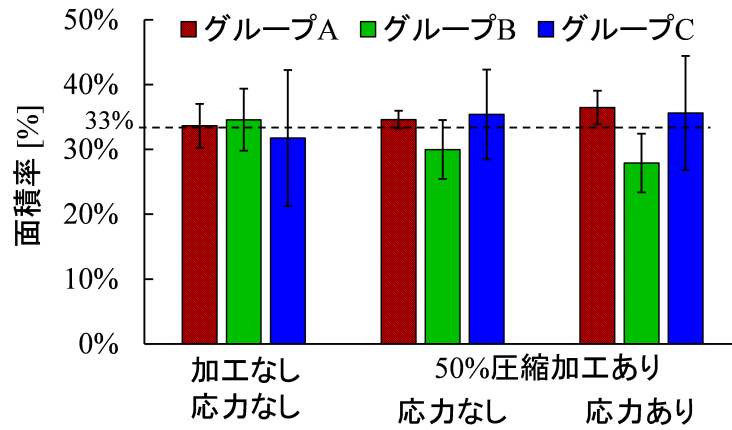


図 4.43 各ベイングループの面積率. 参考用に 33% を点線で示す.

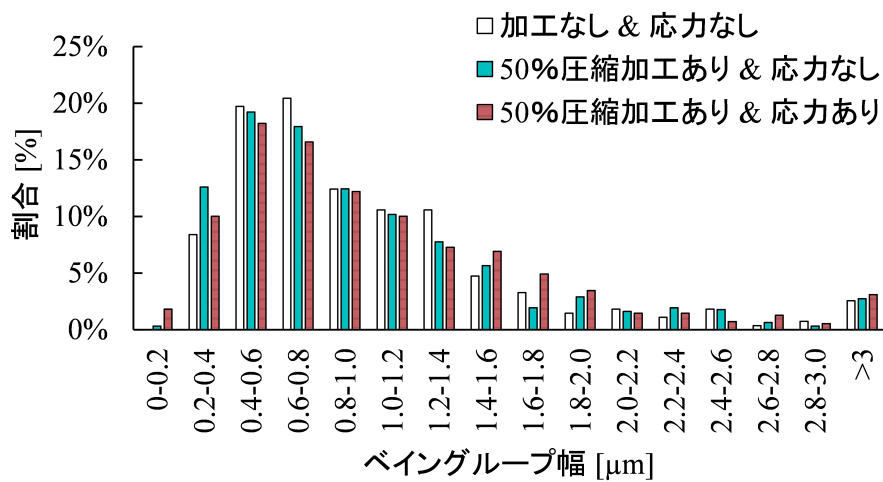


図 4.44 加工熱処理条件ごとのベイングループ幅の分布.

4.9 焼き戻しに伴うマルテンサイトの硬度変化

焼入れされたままのマルテンサイトは非常に硬く脆性が大きい。衝撃などによって容易に割れてしまうため、実際に使用する場合は韌性を出すための焼き戻し処理が必須となる。ここでは、急速温間オースフォームの効果が、焼き戻されても有効であることを簡単に確認する。

焼き戻しはマルテンサイトを高温で一定時間保持する熱処理である。素材内部では原子の拡散とそれに伴う炭化物の析出が起こり、残留応力が緩和される。焼き戻しには、低温焼き戻しと高温焼き戻しがある。低温焼き戻しでは、マルテンサイトは 423–473 K で 3600 s 程度保持したあと空冷される。これによって、マルテンサイトはトルースタイトと呼ばれる、高い硬さと耐摩耗性を有する組織に変化する。高温焼き戻しでは、823–923 K で 3600 s 程度保持したあと空冷される。これによってマルテンサイトはソルバイトと呼ばれる、大きな韌性を有する組織に変化する。ここでは、ひずみ速度 10 s^{-1} かつ保持時間 0 s かつ 0–50% の条件で急速温間オースフォームされた試験片を、473 K および 873 K で 3600 s 保持し (それぞれ、低温焼き戻しと高温焼き戻し)、その後炉外で空冷する焼き戻し処理を行い、硬度の変化を確認した。

図 4.45 に、焼き戻しに伴う硬度の変化を示す。図から、低温焼き戻しの場合は急速温間オースフォームの効果が残留し、高温焼き戻しの場合は残留していないことが分かる。図 4.46 には、焼き戻しに伴う組織形態の変化を示す。図 4.46(a) は加工なしで焼入れしたままのマルテンサイト組織、(b) はそれを 473 K で 3600 s 低温焼き戻しした組織、(c) は 873 K で 3600 s 高温焼き戻しした組織である。また、(d) は 50% オースフォームしたままのマルテンサイト組織、(e) はそれを 473 K で 3600 s 低温焼き戻しした組織、(f) は 873 K で 3600 s 高温焼き戻しした組織である。低温で焼き戻された組織では、微細化したマルテンサイト組織の形態が残っているのに対し、高温で焼き戻された組織では組織の形態が大きく変わっている。この変化は先行研究 [43] と同傾向であった。高温で焼き戻しを行う過程で、原子の移動に伴ってマルテンサイト中の大角粒界が消失したり、結晶欠陥が分解することが指摘されている [100] [101]。マルテンサイトを強化する基盤であるマルテンサイトの形態や結晶欠陥が失われるような条件で、マルテンサイトの強化の効果が失われることは、当然の結果であるといえる。ただし、硬度が必要な部品に対して適用される低温焼き戻しではマルテンサイトの硬度を増加させる効果は残留するため、急速温間オースフォームの実用性はあるといえる。

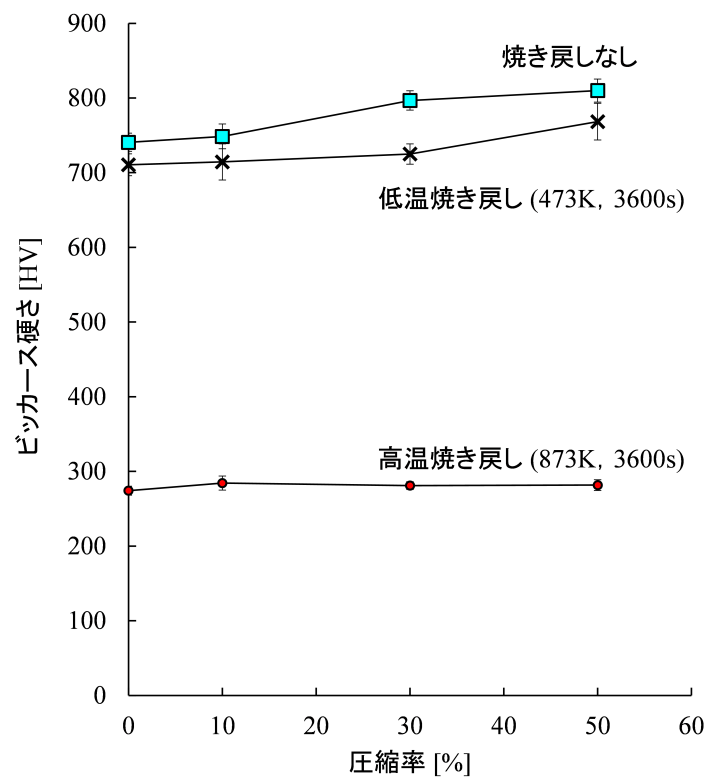


図 4.45 焼き戻しに伴うマルテンサイトの硬度変化.

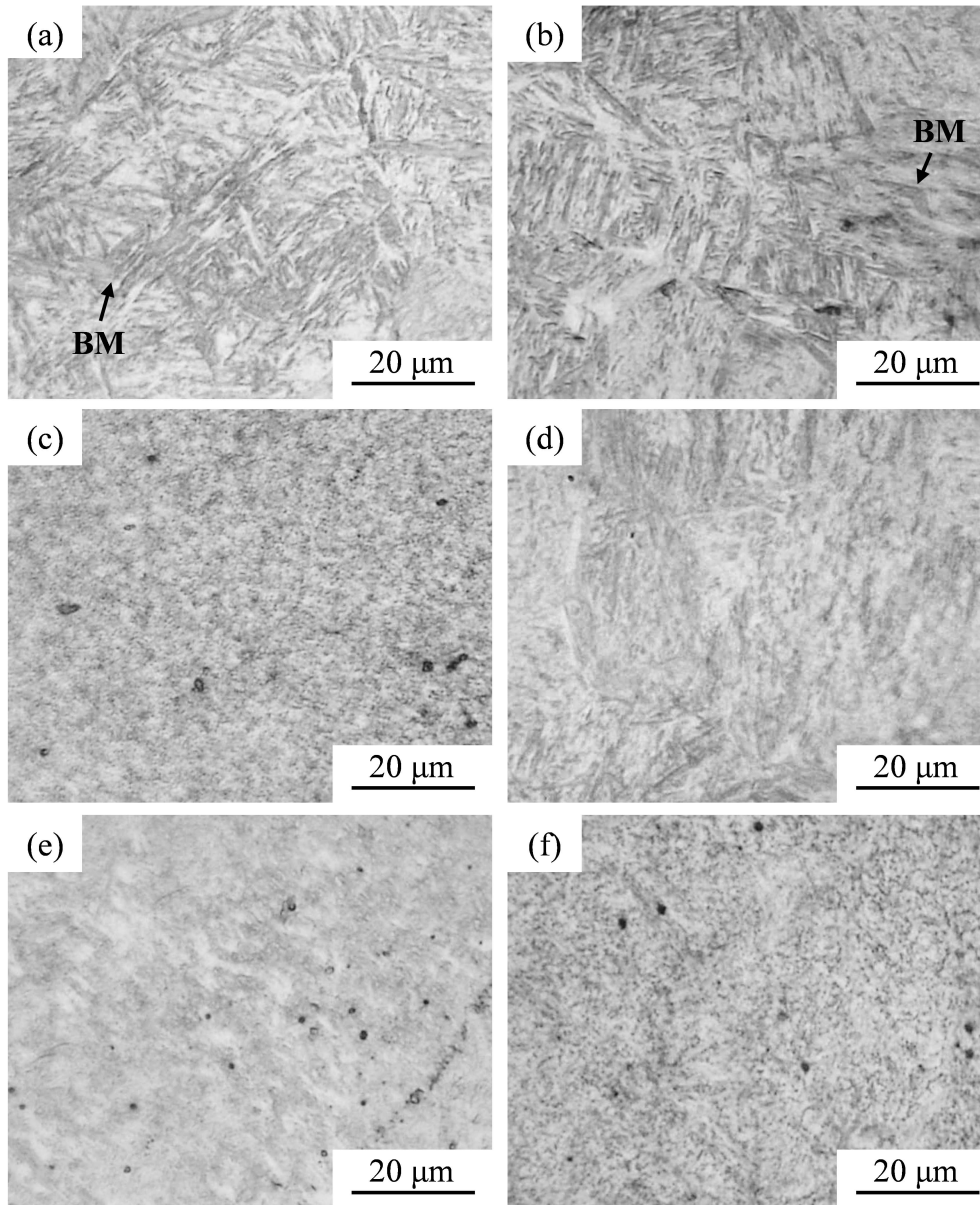


図 4.46 焼き戻しに伴うマルテンサイトの組織形態の変化. バタフライマルテンサイトが確認できた場合は, 代表的なものを BM で示す. (a) 加工なしで焼入れしたままのマルテンサイト組織. それを 473 K で 3600 s 低温焼き戻しした組織 (b), 873 K で 3600 s 高温焼き戻しした組織 (c). (d) 50% オースフォームしたままのマルテンサイト組織. それを 473 K で 3600 s 低温焼き戻しした組織 (e), 873 K で 3600 s 高温焼き戻しした組織 (f).

4.10 4章のまとめ

本章では、平金型を用いた1軸圧縮試験を通して、急速温間オースフォームについて下記を確認した。

プロセス条件に関して、CCT・TTT線図と交差しないようにプロセスを短時間化すれば、フルマルテンサイト組織を作れることを確認した。今回明らかにした基準条件は、オーステナイトの結晶粒径：30 μm 程度，熱間から温間への冷却速度：110 K/s，加工温度：673 K，加工時のひずみ速度：10 s^{-1} ，加工開始から焼入れ完了までの時間：0.1 s 以内，である。また，熱間から温間への冷却については，オーステナイト粒径が大きい場合，あるいはオーステナイト中の結晶欠陥の密度が低い場合はプロセスを長時間側に緩和できること，また逆もあることを確認した。またプロセス条件に関して，焼入れの際に被加工物を金型で拘束して圧縮応力を加えても，マルテンサイトの硬度は変化しないことを確認した。このとき，硬度は変化しないものの，生成時に圧縮応力に補助されたり自己緩和しやすいバリエーションの割合が増加する傾向が見られた。

急速温間オースフォームの効果に関して，低合金中炭素鋼のマルテンサイトが転位強化および形態強化されることを確認した。転位強化に関して，転位密度は塑性ひずみが増加するにしたがって増加したが，相当塑性ひずみが0.35程度を境に飽和した。形態強化に関して，塑性ひずみが増加するにしたがって，粗大なバタフライマルテンサイトの大きさが小さくなっていき，最終的に生成しなくなった。具体的には，相当塑性ひずみが0.58程度の塑性変形を受けると，粗大なバタフライマルテンサイトが生成しなくなることが分かった。焼き戻しについて，473 Kで3600 sの低温焼き戻しでは急速温間オースフォームの効果は残留していたが，873 Kで3600 sの高温焼き戻しでは効果が失われた。

第5章

凸金型を用いた1軸圧縮試験による急速温間オースフォームの有効性の検証
～平金型で確認した有効性を凸金型で確認する

5.1 凸金型を用いた検証の必要性

5.1.1 転位論的観点から考えた凸金型を用いた検証の必要性

4章での調査によって、塑性加工によってオーステナイトに導入された結晶欠陥の作用で、マルテンサイトが転位強化・形態強化されることが分かった。その際、結晶欠陥密度を定量評価することは一般的に難しいことを考慮して、結晶欠陥密度と硬度の関係ではなく、塑性ひずみと硬度の関係として結果をまとめた。

しかし、ひずみには縦ひずみとせん断ひずみの2種類が存在する。これまで評価を行ってきた図5.1(a)の四角内のような領域は、縦ひずみが主体となる領域である。結晶欠陥の形成と本質的に関係があるのは、原子の滑りの程度である [84] [102] [103] [104] [105] [106]。ひずみの種類が異なっても、原子の大きさのスケールで考えれば“原子が滑った”という点に違いはないため、縦ひずみ主体の領域での評価のみで問題ないともいえる。しかし、このことについて確認した先行研究はないため、せん断ひずみ主体の領域での評価も必要であろう。せん断ひずみ主体の領域を作るには、例えば図5.1(b)のように凸型を試験片に押し込めばよい。このとき、四角で示す、凸形状の角部で押し込まれた領域がせん断ひずみ主体の領域となる。

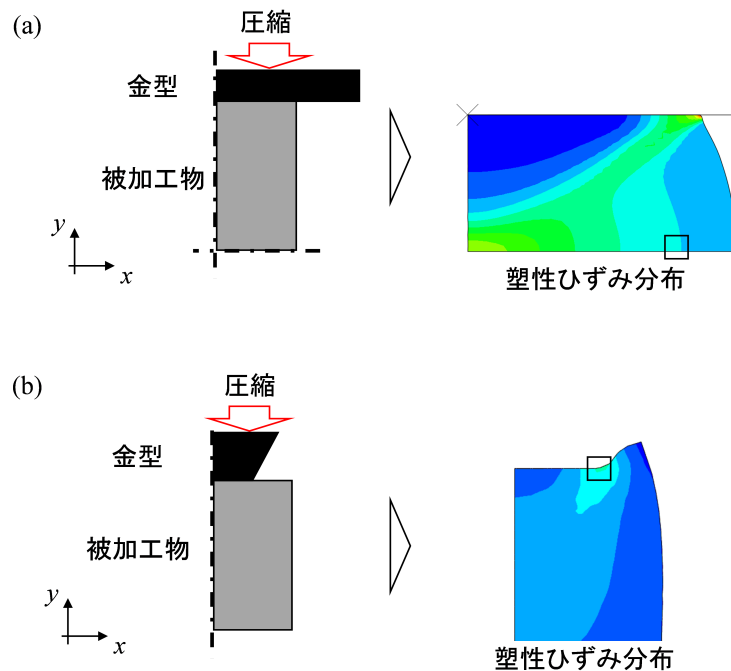


図 5.1 圧縮試験後の試験片形状。(a) 平金型で圧縮する場合。(b) 凸金型で圧縮する場合。

5.1.2 現実の鍛造現象に注目して考えた凸金型を用いた検証の必要性

鍛造は大きく、自由鍛造、回転鍛造、型鍛造に分類される [107]。自由鍛造とは、平面あるいは単純曲面をした金型を用いて、素材を連続的に加圧して変形させる鍛造方式である。回転鍛造とは、回転もしくは揺動する金型を用いて、素材を加圧して変形させる鍛造方式である。型鍛造は、鍛造品の表面形状・寸法に合わせた形を持つ金型によって、素材表面の大部分を加圧して変形させる鍛造方式である。3方式の中で、型鍛造が原理的にもっとも大量生産に向いており、実際、歯車やコンロッドなどの多くの機械部品が型鍛造で製造されている。そこで、型鍛造で共通してみられる塑性流動の様式を見極める。

まず、いくつかの実例を考えてみる。図 5.2(a) にコンロッドの模式図を示す。鍛造で作られた部品には、相対的に周囲よりも飛び出た凸部と、引っ込んだ凹部がある。具体的な金型および素材の変形過程は [108] [109] などに掲載されているが、鍛造の際、金型の凸部で押しのけられた素材が凹部に流れていくことで、単純な棒状だった素材に金型の形状が転写される。図 5.3 は歯車の鍛造方法を模式的に示したものである。図 5.3(a) の方式は例えば [108] に詳しいが、上下から圧縮された被加工物が歯車形状の空間内で扁平に広がる過程で、歯車形状が転写される。図 5.3(b) の方式は例えば [110] に詳しいが、歯車形状の金型を被加工物に転がしながら押付ける過程で、歯車形状が転写される。

上記を参考に型鍛造で共通してみられる塑性流動の様式を見極める。局所的に、素材がどのように流動しているかに注目すると、鍛造中の流動様式は大きく 2 つに分類できる。1 つ目は図 5.4 の①のように、押込方向と垂直に素材が流動するというものである。2 つ目は図 5.4 の②のように、素材が凸形状で押し込まれ、押込方向とは逆方向に素材が流動するというものである。②の流動様式を起こすには凸金型が必要である。

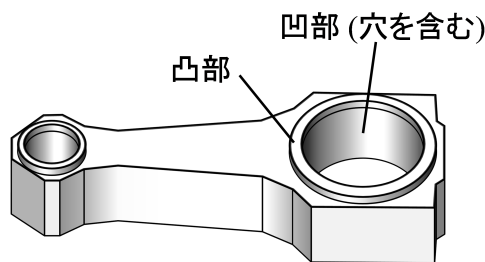


図 5.2 コンロッドの模式図。

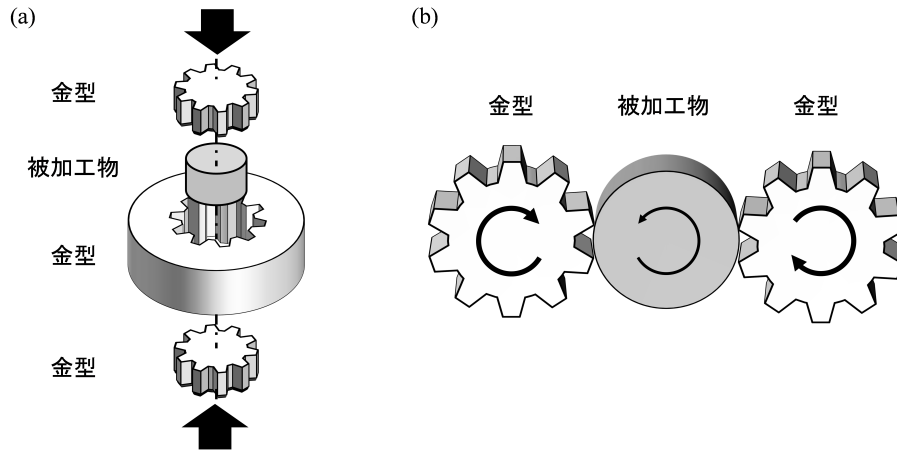


図 5.3 歯車形状の鍛造方法の模式図. (a) 歯車形状の空間に充填させることで歯車形状を転写する方式. (b) 歯車形状を押し当てて形状を転写する方式.

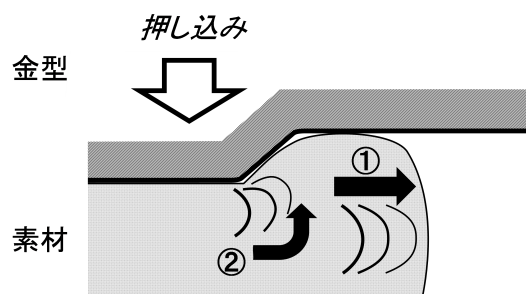


図 5.4 鍛造中に生じる素材の流動様式. ①広がり, ②回り込み.

5.2 凸金型の設計

5.2.1 金型形状の制約条件

金型の寸法が満たすべき制約について説明する。

装置は熱間加工再現試験装置 (富士電波工機製, サーメックマスター Z, 最大荷重 15 t) を用いる。図 5.5 に示すように, 金型と試験片は加熱コイルおよびスプレーユニットに取り囲まれている。そのため, 金型はユニット内部に収まる寸法で設計する必要がある。具体的には, 直径 27 mm の円柱形状の領域に収まるように設計する必要がある。試験片もこれまでと同様に, 高さ 12 mm, 直径 8 mm の円柱形状の試験片を用いる。したがって, 凸部の幅は 8 mm 以下とする必要がある。

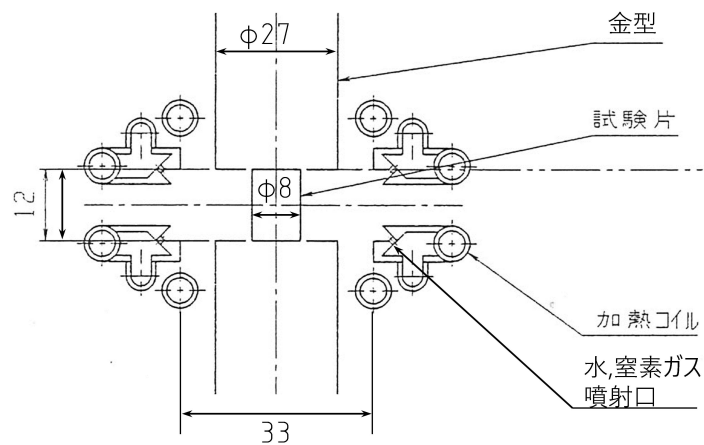


図 5.5 試験装置の試験片加工部における, 加熱コイルおよびスプレーユニットの配置図.

5.2.2 凸部形状の検討

コンロッドや歯車のなかで、硬度が特に求められる部分の寸法を参考にして、金型の凸部の寸法を検討する。寸法の定義は図 5.6 に従うとする。

まず、凸部のアスペクト比 (高さとの比率) を検討する。例えばコンロッドの場合は、図 5.7 に示すように、ベアリングやブッシュが挿入される部分のアスペクト比はおおよそ 1:1 から 1:4 である。一方、歯車の歯のアスペクトの比はおおよそ 2:1 から 1:1 である。そこで、アスペクト比は 2:1 から 1:4 の間の値とすればよいとした。次に、凸部側面の角度を検討する。例えばコンロッドのベアリングやブッシュが挿入される部分の側面は垂直である。歯車については、歯面を平面として考えると、垂直方向に対して 30° から 45° 寝ている。凸部側面の角度は垂直に対して 0° から 45° の間の値とすればよいとした。最後に、これらの検討をもとに凸部の寸法を決定する。試験片の直径が 8 mm であることを考慮し、凸部は先端幅 4 mm、根本幅 8 mm、高さ 4 mm とした。また、奥行については、試験片の直径に対して余裕をもたせて 12 mm とした。

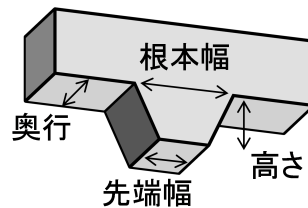


図 5.6 金型の寸法の定義。

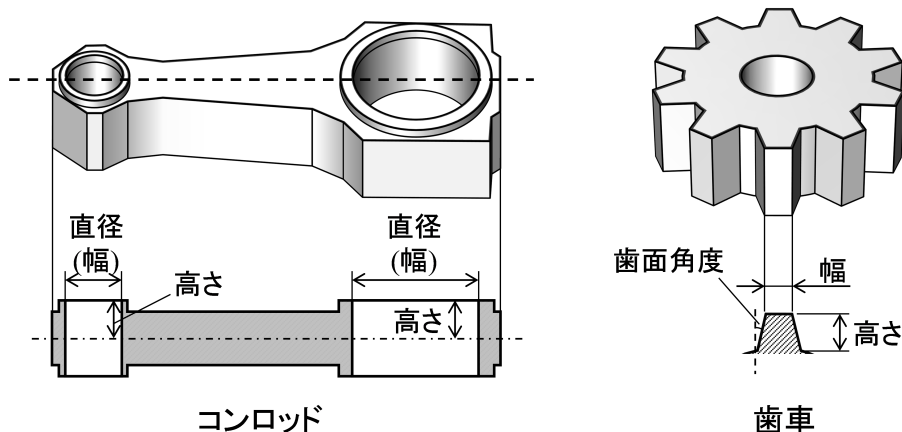


図 5.7 コンロッドと歯車で、高い硬度が求められる部位および寸法の定義。

5.2.3 金型の全体形状の検討

試験装置に金型を取り付けるには、金型の取り付け部が直径 27 mm の円柱形状をしている必要がある。前節で検討した凸部と、円柱形状の取り付け部を有する金型を設計する。

図 5.8 に、設計した金型の図面および外形図を示す。金型の全長は、これまで使用してきた金型と同じ 40 mm とした。円柱部分の直径は、装置取り付け部の寸法にあわせて 27 mm とした。凸部は金型の“下面”に配置し、残りの部分は直径 24 mm (R12) の円柱面状にえぐり込んだ。これは、冷却時に冷媒の流れをできるだけ妨げないようにするためである。

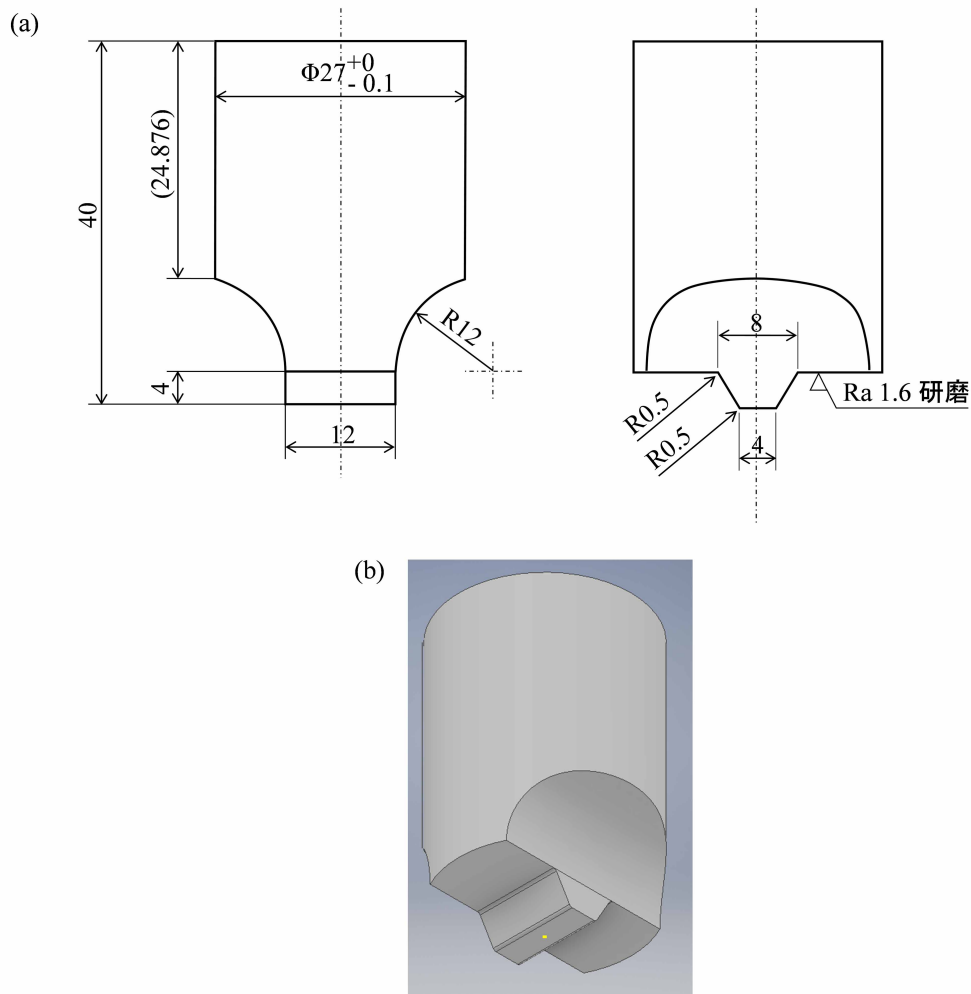


図 5.8 設計した凸金型の図面 (a), および外形図 (b).

5.2.4 凸金型で圧縮加工した場合のひずみ分布の解析

4章と同様に、有限要素法解析ソフトウェアの Abaqus を用いて、円柱状の試験片を凸金型で1軸圧縮した場合の、試験片内部のひずみ分布を解析した。

解析条件について説明する。試験片は高さ 12 mm、直径 8 mm の円柱状とした。金型は、5.2節で設計した形状とした。図 5.9(a) に解析モデルを示す。金型は面对称、試験片は軸対象であるため、破線で切り取られた部分を解析範囲とした。解析メッシュおよび境界条件は図 5.9(b) のようにした。金型の押込量は 3 mm とした。金型の押込速度、試験片の物性値は、4章の解析と同条件とした。金型と試験片の摩擦係数は、凸部底部の試験片に接触する部分をこれまで通り 0.3 とし、凸部側面は鍛造の解析でよく使われる範囲である 0.3–0.7 とした。領域ごとに摩擦係数を変化させた理由は、実験では凸部底部と試験片の間にのみ、潤滑・断熱のための雲母版を挟んでいることを考慮したためである。凸部側面の摩擦係数に範囲を持たせたのは、解析結果にて述べるように、係数の特定ができなかったためである。

図 5.10 に解析の結果を示す。図 5.10(a) は、凸部側面の摩擦係数が 0.3 の場合の全体図である。図 5.10(b) は側面から 3 mm 内側の断面を示し、その断面内での塑性ひずみ分布を図 5.10(c) に示す。図 5.10(c) から、凸部側面の摩擦係数による試験片の形状の差はほとんどないことが分かった。摩擦係数の特定は解析と実験結果で試験片の形状を比較することで行うが、今回の場合は摩擦係数の特定は困難であると判断した。したがって、摩擦係数は 0.3–0.7 と幅を持たせ、ひずみもそれに合わせて幅を持たせることとした。凸部下面の中心部で押し込まれる A 点は、相当塑性ひずみが 0.1 程度。一方凸部の角部で押し込まれる B 点は、相当塑性ひずみが 0.5 程度となることが分かる。相当塑性ひずみが 0.5 程度というのは、平金型で 40–50% 圧縮した場合に相当するひずみである。

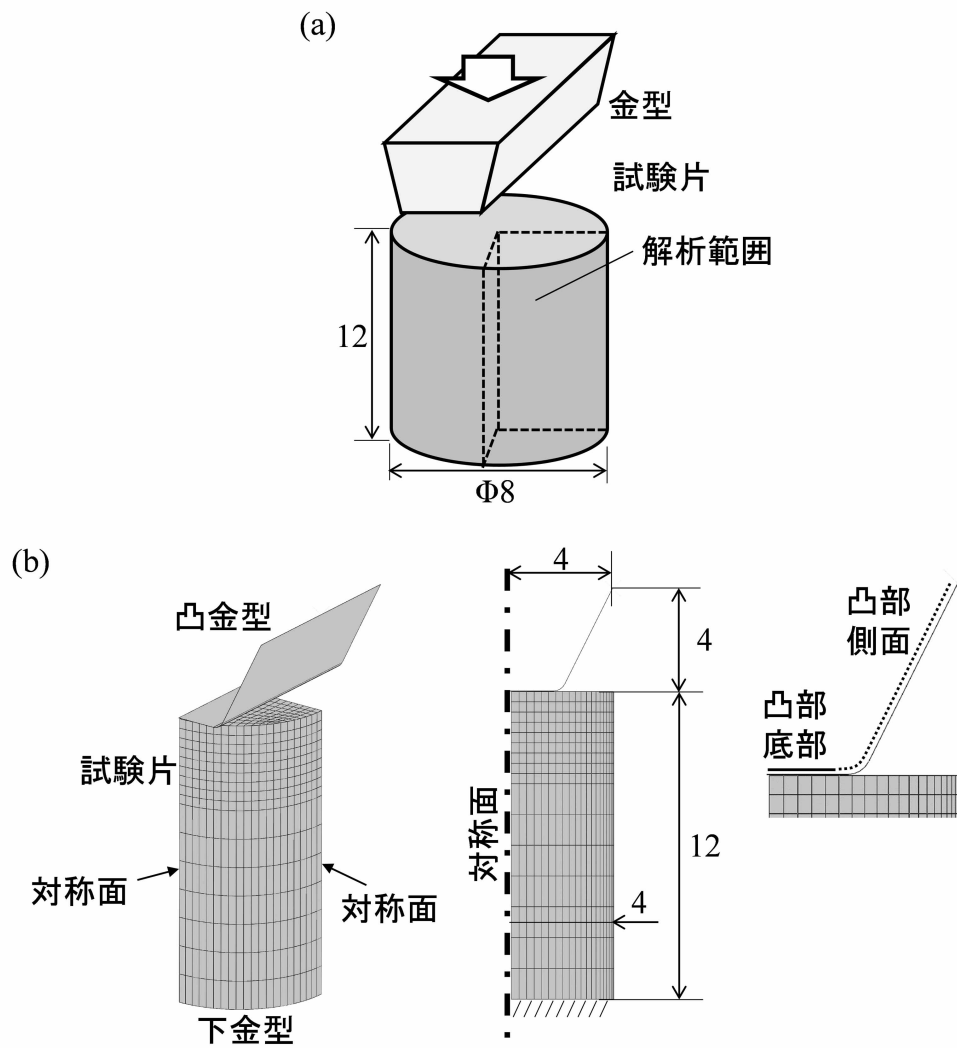


図 5.9 (a) 解析範囲を示す模式図. (b) 解析メッシュおよび境界条件.

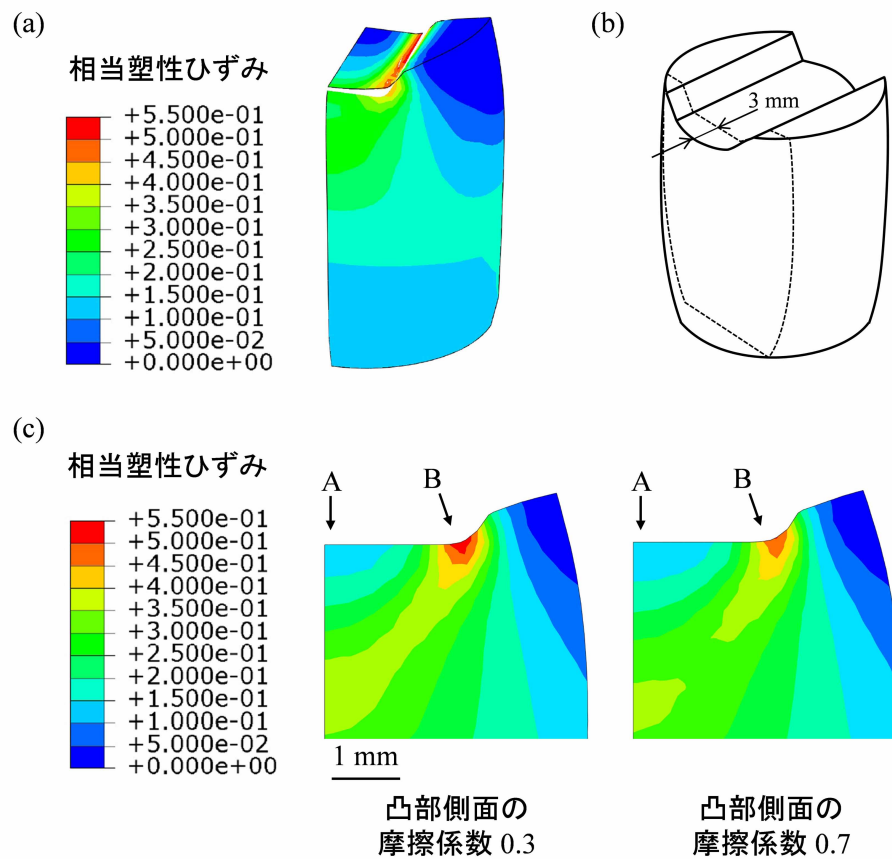


図 5.10 FEM 解析結果. (a) 凸部側面の摩擦係数が 0.3 の場合の, 金型押し込み後の試験片の 3 次元形状. (b) 塑性ひずみを確認する断面. (c) 断面 (b) における相当塑性ひずみ分布.

5.3 凸金型を用いた急速温間オースフォーム実験

5.3.1 実験方法

直径 12 mm の棒材として市販されている均質化済の S55C 低合金中炭素鋼 (Fe-0.56C-0.20Si-0.71Mn-0.017P-0.010S (in wt.%)) を機械加工して、高さ 12 mm、直径 8 mm の円柱形状の小片を作成した。その小片に対して、加工に伴う残留応力を取り除くための、1073 K で 18 ks 保持したあと 1 K/min の速度で徐冷するアニール処理を行い、試験片とした。

そして、装置は熱間加工再現試験装置 (富士電波工機製、サーメックマスター Z、最大荷重 15 t)、金型は凸金型を用いて、図 5.11(a) に示すような熱加工履歴の急速温間オースフォームを行った。冷却の条件について説明する。窒素ガスを吹き付けて、試験片を約 110 K/s の速度で 1273 K から 673 K に冷却した。その温度で 1 軸の圧縮加工を行い、加工後直ちに水焼入れを行った。加工の際、ひずみ速度 50 s^{-1} で金型を 3 mm 押し込み、そのあと直ちに金型を上昇させた。金型を上昇させた理由は、金型を押し込んだ面を直接水冷するためである。

温度制御のために、試験片側面の上端から 1 mm 程度の場所に、熱電対を溶接した。熱電対を溶接した場所は、組織や硬度を評価する場所にできるだけ近くなるように決めた。また、断熱および摩擦低減のために、試験片と金型の間には厚さ 200 μm の雲母板を挟んだ (図 5.11(b))。また、実験中の試験片表面の酸化を防ぐために、実験は窒素雰囲気で行った。

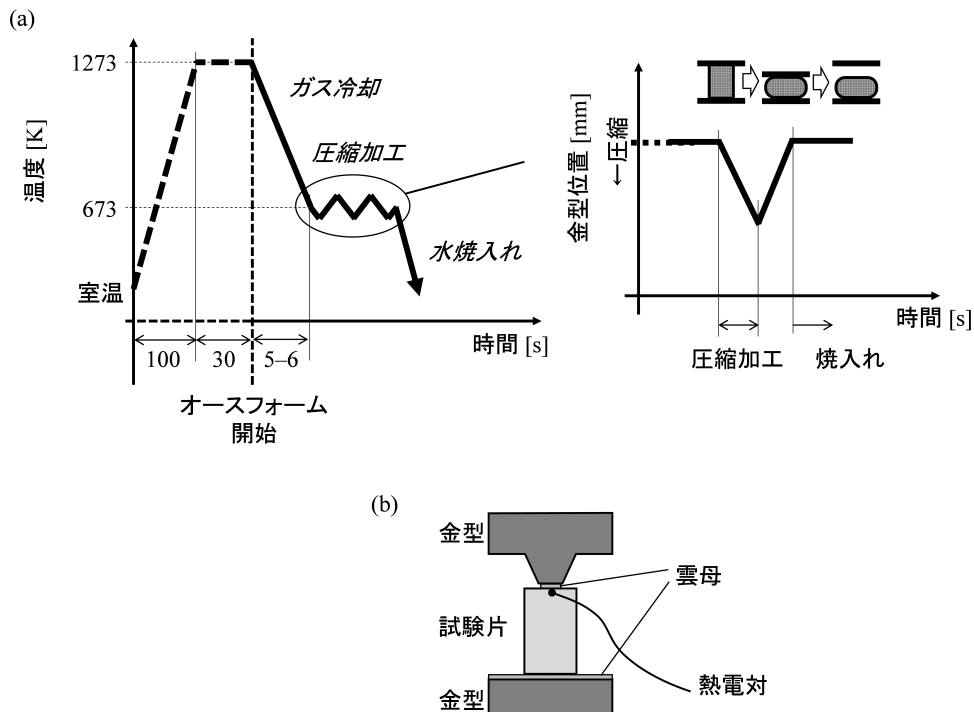


図 5.11 実験設定。(a) 加工熱処理条件。(b) 金型および試験片などの配置。

5.3.2 組織観察および硬度測定方法

形成したマルテンサイト組織は光学顕微鏡を用いて観察した。観察用の断面は、図 5.10(b) の点線で示すように側面から 3 mm のところで試験片を切断し、切断面を機械研磨したあと 5% のナイトル液でエッチングして作成した。マルテンサイトの結晶方位の情報は EBSD 測定で取得した。装置は TSL 社の OIM 結晶方位測定システムを搭載した走査型電子顕微鏡 (JEOL JSM-7100F; SEM) を用いた。顕微鏡の加速電圧は 15 kV で、EBSD 測定のスレップサイズは 0.1–0.3 μm である。測定用の断面は、光学顕微鏡観察の場合と同様の断面を機械研磨したあと、1 μm のダイヤモンド、0.03 μm のコロイダルシリカ懸濁液を用いて研磨して作成した。マルテンサイトの硬度は、マイクロビッカース硬度計 (SHIMADZU HMV-G21ST) を用いて測定した。押込荷重は 2.94 N で、押込荷重での保持時間は 10 s とした。硬度測定用の断面は、光学顕微鏡観察の場合と同様の断面を、機械研磨したあと 5% のナイトル液でエッチングして作成した。

5.3.3 結果と考察

図 5.12 に、熱加工履歴および加工後の試験片を示す。図 5.12(a) から、想定通りに加工熱処理が行われていることが分かる。ごく短時間のうちに金型を圧下・開放しているため、荷重のチャートが針状に見える。また、図 5.12(b) から、試験片が想定通りに変形していることが分かる。図 5.13 は形成した組織をナイトルエッチングした組織の光学顕微鏡像である。凸部で押し込まれた部分に、フルマルテンサイト組織が形成していること、試験片内部の右上の領域にベイナイトが生成していることが確認できる。熱加工履歴が想定通りであること、熱履歴を確認した場所の近傍でフルマルテンサイト組織が形成していることから、問題なく試験片を加工熱処理できていると判断した。ベイナイトが生成したことについては、焼入れ時に、局所的に冷却水の当たりが悪かったためだと考えられる。

続いて、相当塑性ひずみとマルテンサイトの組織形態の関係を調査した。調査にあたって、ひずみが小さい領域の代表として図 5.10 の A 付近、ひずみが大きい領域の代表として図 5.10 の B 付近を選んだ。なお、領域 A のひずみは 0.11–0.12、領域 B のひずみは 0.47–0.52 である。図 5.14 に、2つの領域を EBSD 測定した際に得られた IQ マップを示す。図 5.14 から、ひずみが小さい領域 A では粗大なブロックが存在している一方、ひずみが大きい領域 B では粗大なブロックがほとんど存在しないことが分かる。4 章にて、相当塑性ひずみが 0.58 程度の領域には粗大なブロックが形成しないことを指摘したが、ここで得られた結果はそれに整合する。

最後に、相当塑性ひずみと硬度の関係について調査する。図 5.15 のように、凸の中央で押し込まれる領域と、角部で押し込まれる領域について、表層および内部の硬度を調査した。図 5.15 から、例えば、ひずみが最も大きい領域 d で硬度が最大となり、ひずみが最も小さい領域 a で硬度が最小となっていることが分かる。凸金型と平金型の硬度測定結果を重ねたプロットを図 5.16 に示す。両金型で、相当塑性ひずみと硬度の間に同様の傾向が確認できる。

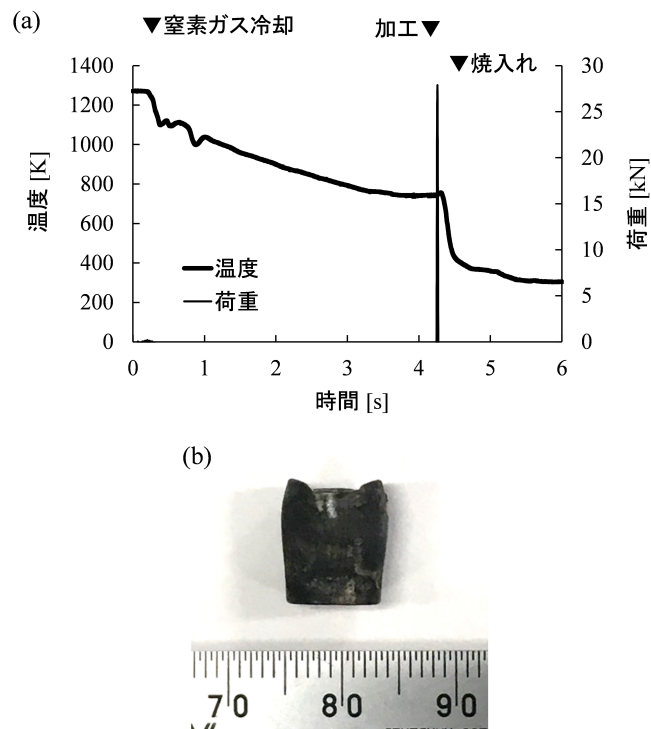


図 5.12 (a) 熱加工履歴の実績の例. (b) 凸金型で加工された試験片.

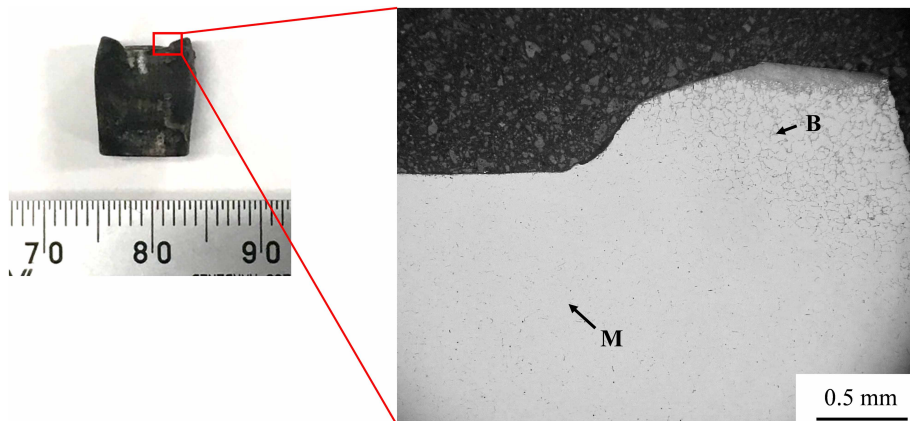


図 5.13 形成した組織を 5% ナイタルエッチングした組織の光学顕微鏡像. M と B はそれぞれマルテンサイトとベイナイトを意味する.

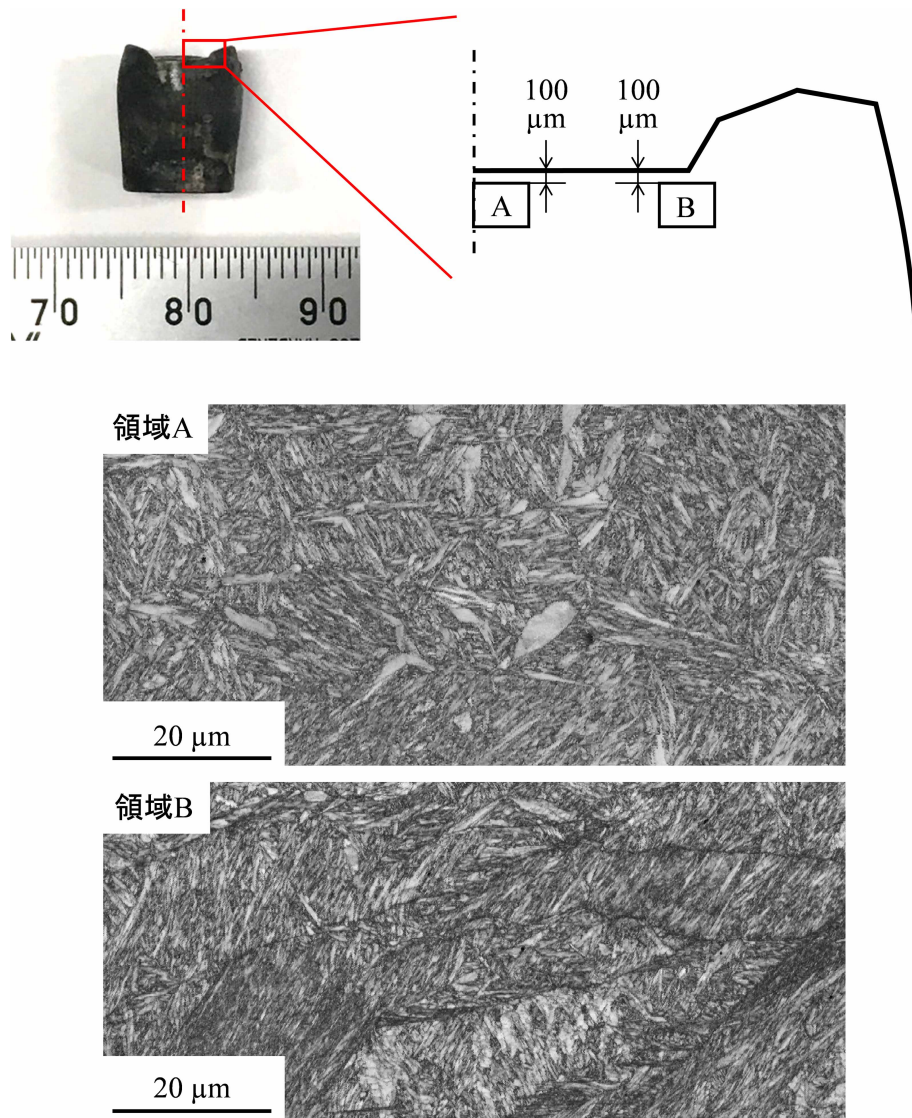
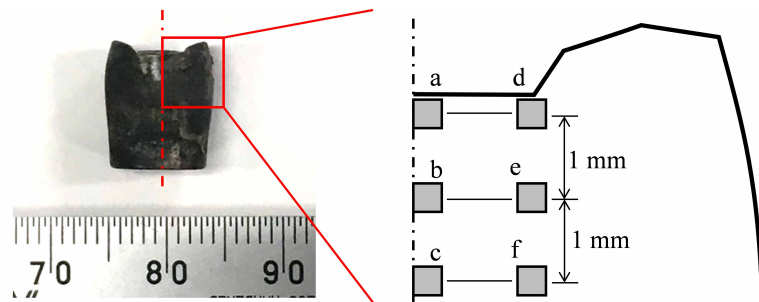


図 5.14 塑性ひずみが 0.11 程度の領域 A と、0.5 程度の領域 B に形成したマルテンサイトの組織形態。組織の画像は、組織を EBSD 測定した場合に得られた IQ マップ。



硬度測定領域	備考	硬度 [HV]	相当塑性ひずみ (FEMより)
a	凸の中央部で押し込まれる領域	$\mu 744$ ($\sigma 9$)	0.11-0.12
b		$\mu 755$ ($\sigma 20$)	0.17-0.18
c		$\mu 769$ ($\sigma 17$)	0.28-0.30
d	凸の角部で押し込まれる領域	$\mu 794$ ($\sigma 9$)	0.47-0.52
e		$\mu 765$ ($\sigma 7$)	0.30-0.32
f		$\mu 748$ ($\sigma 8$)	0.23-0.25

図 5.15 凸金型で加工された試験片内部のマartenサイトの硬度と、対応する場所の相当塑性ひずみ。 μ と σ はそれぞれ平均値と標準偏差を意味する。

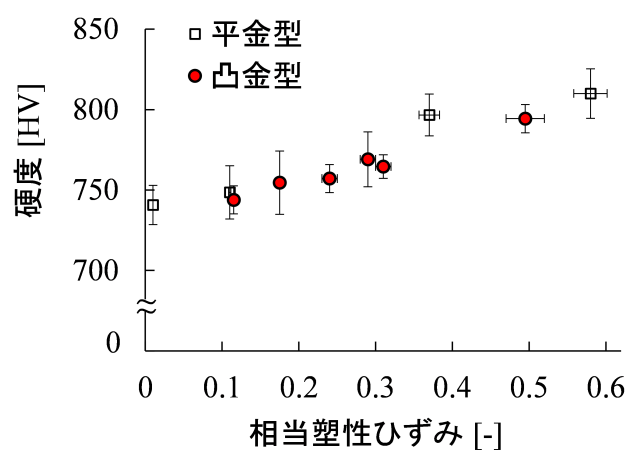


図 5.16 平金型および凸金型を用いた実験で得られた、相当塑性ひずみとマartenサイトの硬度の関係。

5.4 5章のまとめ

本章では、凸金型を試験片に押し込む試験を行い、急速温間オースフォームの効果が金型の形状によらないことを確認した。すなわち、ひずみの種類にも塑性流動の様式にもよらず、塑性加工を受けたオーステナイトから生成するマルテンサイトの硬度が、相当塑性ひずみの大きさに応じて増加することを確認した。また、凸金型では塑性流動が局所的になるため、金型で押し込まれる面内に塑性ひずみの分布ができる。このことを利用して、塑性ひずみの大きさに応じて、ひとつの部品に形成するマルテンサイト組織の硬度を場所ごとに変えられることを確認した。

第6章

まとめと展望

6.1 本研究のまとめ

本研究は、低合金中炭素鋼のマルテンサイトの硬度を増加させる手法として急速温間オースフォームを提案し、プロセス条件の解明、およびマルテンサイトの硬度増加機構について調査を行ったものである。以下に本研究の結論を示す。

低合金中炭素鋼のマルテンサイトそのものに関して

低合金中炭素鋼のマルテンサイトは、ブロックが粗大なバタフライマルテンサイトとブロックが微細なマルテンサイトの混合組織となる。粗大なバタフライマルテンサイトは、粗大であることに起因して、微細なマルテンサイトよりも硬度が小さい。

急速温間オースフォームのプロセス条件に関して

CCT・TTT 線図のノーズやベイ内側の線と交差しないように、熱間から温間まで急速に冷却し、かつ加工と焼入れを短時間のうちに完了させることで、フルマルテンサイト組織を作ることができる。また、焼入れ時に被加工物に生じる圧縮応力の有無によってマルテンサイトの硬度は変化しない。

急速温間オースフォームのマルテンサイトの強化機構に関して

マルテンサイトは、転位密度が増加することで転位強化され、同時にブロックが微細化することで形態強化される。前者のマルテンサイトの転位は、塑性加工で生じたオーステナイトの転位が引き継がれたものである。後者の微細化した組織は、塑性加工で生じた結晶欠陥が誘発したものである。また、焼き戻しに関して、低温焼き戻しであればマルテンサイトを強化する効果は維持される。

以下では、上記の結論を得る過程で明らかとなった知見について述べる。

1. 低合金中炭素鋼のマルテンサイトそのものに関して

- ブロックが粗大なバタフライマルテンサイトの領域と、ブロックが微細なラスマルテンサイトの領域には、ナノ硬度で 1.6 GPa 程度の硬度差が存在した。硬度差の主要因はブロック幅の差に起因するもので、それ以外では転位密度差に起因する硬度差が 0.5 GPa 程度あった。炭素濃度に起因する硬度差は軽微であった。
- バタフライマルテンサイトの羽内部では、双晶は羽の幅方向にも長手方向にも積層することが分かった。ただし傾向には偏りがあり、6 割程度のバタフライマルテンサイトでは、一方の羽では双晶が羽の長手方向、もう一方の羽では幅方向に積層していた。

2. 急速温間オースフォームのプロセス条件に関して

- 本研究では、対象とする素材の CCT・TTT 線図を用いてプロセスの時間的条件に見当を付

け、実験を通して次の基準条件を見出した。オーステナイトの結晶粒径：30 μm 程度，熱間から温間への冷却速度：110 K/s，加工温度：673 K，加工時のひずみ速度：10 s^{-1} ，加工開始から焼入れ完了までの時間：0.1 s 以内。また，熱間から温間への冷却については，オーステナイト粒径が大きい場合，あるいはオーステナイト中の結晶欠陥の密度が低い場合はプロセスを長時間側に緩和できること，また逆もあること確認した。

- 温間での塑性加工によってベイナイト変態が加速する。平金型で1軸圧縮された試験片の中央部など，大きく塑性変形しつつ焼入れ時の冷却速度が小さくなりがちな領域は，マルテンサイトとベイナイトの混合組織となった。
- 塑性加工を受けたオーステナイトから形成するマルテンサイト組織では，オーステナイトのすべり面と最密面が一致したバリエーションの割合が増加することが知られている。さらに圧縮応力をかけると，その中でも，マルテンサイト変態に伴う結晶構造の変化が応力によって駆動されやすく，また自己緩和しやすいバリエーションの比率が高まった。

3. 急速温間オースフォームのマルテンサイト強化機構に関して

- 相当塑性ひずみが0–0.58の範囲で増加するなかで，マルテンサイトの硬度が740 HV程度から800 HV程度に増加した。
- 相当塑性ひずみの増加に伴って，マルテンサイトの転位密度が30%程度増加した。ただし，ひずみ0.35程度を境に転位密度の増加は飽和した。
- 相当塑性ひずみの増加に伴って，マルテンサイトのブロック幅が，無加工の0.5 μm 程度から0.3 μm 程度へと微細化した。バタフライマルテンサイトについては，相当塑性ひずみが0.58程度になると粗大なものが生成しなくなるという顕著な変化が見られた。
- 焼き戻しについて，473 Kで3600 sの低温焼き戻しの場合には急速温間オースフォームの効果は残留していたが，873 Kで3600 sの高温焼き戻しの場合には効果が失われた。

6.2 今後の展望

得られた研究成果をもとに、以下の展望をおこなった。

まず、急速温間オースフォームが一般技術として確立された場合に、既存のどの製造プロセスと相性がよいか説明する。低合金中炭素鋼を素材とする場合は、準安定オーステナイトを得るために、素材を一度熱間に加熱する必要がある。そのため、熱間鍛造や熱間圧延プロセスとは相性がいいといえる。図 6.1(a) は板材や棒材の製造時に急速温間オースフォームを行う例である。図では、マルテンサイトの硬度を増加させるために必要な温間加工は最後の圧延のみとし、それ以外の加工は熱間で行っている。図 6.1(b) は鍛造の場合の例である。基本的には圧延の場合と同様に、熱間で予成形を行い、温間加工は最終の鍛造のみとしている。ここで挙げた例のように、急速温間オースフォームは大量生産に向けた圧延、および少量多品種の生産に向けた鍛造の両方に、従来の枠組みを大きく変更することなく組み入れることができる。実用性の面で大きく期待できるプロセスといえよう。

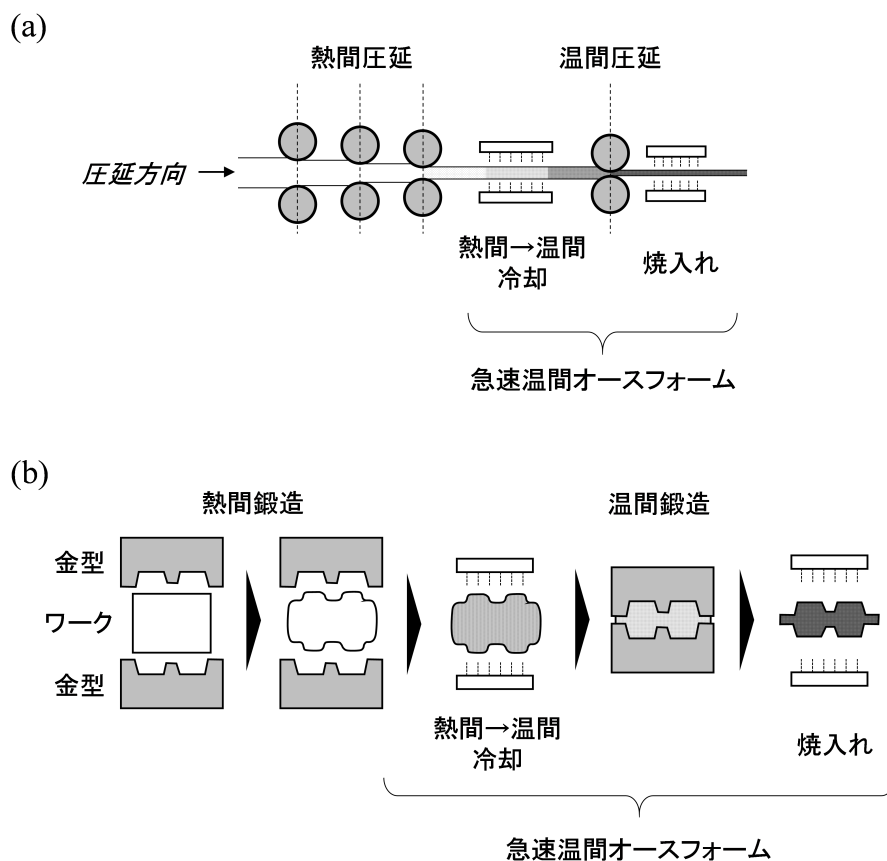


図 6.1 急速温間オースフォームの実施例。(a) 圧延の場合。(b) 鍛造の場合。

次に、急速温間オースフォームが一般技術として確立された場合のインパクトについて説明する。急速温間オースフォームの効果の一つ目は、機械部品で広く使われている低合金中炭素鋼のマルテンサイトの硬度を増加させることができる、というものである。硬度の増加は耐摩耗性の向上につながることから、多くの機械部品で、耐摩耗性を据え置けば軽量化が、形状を据え置けば長寿命化が実現できる。これにより、省資源化や省エネルギー化に貢献できる。

急速温間オースフォームの効果の二つ目は、塑性加工時に与えるひずみや冷却の仕方によって、マルテンサイトの硬度や生成する相を制御できる、というものである。このことを利用すると、例えば、部位ごとに相が異なり、かつ部位ごとにマルテンサイトの硬度が異なる部品を作ることができる(図 6.2(a))。歯車を例に説明する。歯車では、歯面の耐摩耗性と部品自体の靱性を両立させるために、表層の組織はマルテンサイト、内部の組織はフェライトやベイナイトとしている。従来はフェライトやベイナイト素材で歯車形状を作ったあと、浸炭焼入れなどの別工程で表層にマルテンサイトを生成させていた。急速温間オースフォームを適用すれば、このような相の分布を単一工程で製造できる。この場合、マルテンサイトの硬度増加による部品の長寿命化と、工程削減による省エネルギー化が達成できる。さらに、2重歯車(図 6.2(b))のように部位ごとに面負荷が異なる部品では、マルテンサイトの硬度を変化させることができるメリットも活かせる。すなわち、面負荷に応じて2つの歯面に硬度差を付ければ、各歯面の摩耗進展度合いを等しくでき、部品寿命を適正化できる。これにより、省資源化が達成できる。

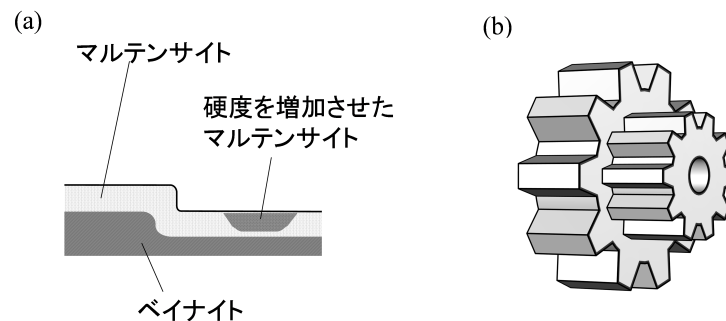


図 6.2 (a) 形成相およびマルテンサイトの硬度に分布を持たせること概念図。(b) 2重歯車の模式図。

最後に、急速温間オースフォームを一般技術とするために必要な、技術的課題について説明する。

まず、急速温間オースフォームそのものに関する課題を説明する。急速温間オースフォームでマルテンサイトの硬度を大きくするには、その場所の塑性ひずみを大きくする必要がある。従来の鍛造では、単純形状の素材を少しずつ目標形状に近づけていけばよかった。いっぽう急速温間オースフォームでは、必要な塑性ひずみを得るために、素材の形状を一度目標から外すこともありうる。すなわち、金型の設計論を新たに構築する必要がある。

生成する相を制御するには、塑性ひずみに加えて、熱履歴を精密に制御する必要がある。冷媒

を噴きつける場合は冷媒の種類と噴射方法の選定を，金型を通した伝熱の場合は金型の設計を，適切に行う必要がある。もちろん，これまでにない冷媒や冷却方法が必要になることもありうる。

上2つの段落で述べた金型やプロセスを実験ベースの試行錯誤で設計するのは困難である。机上検討を行うための，塑性変形-伝熱-相変態-組織形成を連成解析する技術が必要である。特に，相変態と組織形成の現象を表現するモデルの開発は発展途上の分野である。幅広い成分系，幅広い加工条件に対応できるモデルの開発が望まれる。

次に，周辺技術に関する課題として，部品組み立て時の接合方法に関する課題を説明する。急速温間オースフォームは，特別に設計した熱加工履歴でマルテンサイトを強化する技術である。そのため，素材の熱加工履歴を変えてしまう溶接などの接合方法と相性が良くない。したがって，強力な接着および締結技術の開発や，溶接時に硬度の大きなマルテンサイト組織を形成させる技術の開発が必要である。

参考文献

- [1] 牧正志. 鉄鋼の組織制御. 内田老鶴圃, 東京, 2015.
- [2] 大倉一郎. アルミニウム合金材の強度に関する統計調査. Technical report, 2016.
- [3] George Krauss. Martensite in steel: strength and structure. Materials Science and Engineering: A, Vol. 273-275, pp. 40–57, dec 1999.
- [4] 清水謙一. マルテンサイト変態の行列解析法. Bulletin of the Japan Institute of Metals, Vol. 8, No. 6, pp. 391–399, 1969.
- [5] 今井勇之進, 沢田昇龍. 鉄合金マルテンサイトの強度因子. 日本金属学会会報, Vol. 8, No. 12, pp. 820–832, 1969.
- [6] J.M Chilton and P.M Kelly. The strength of ferrous martensite. Acta Metallurgica, Vol. 16, No. 5, pp. 637–656, may 1968.
- [7] 西山善次, 清水謙一. 電子顕微鏡直接観察法によるマルテンサイト変態に関する最近の研究. 日本金属学会会報, Vol. 2, No. 3, pp. 153–167, 1963.
- [8] H. K. D. H. Bhadeshia. Worked examples in the geometry of crystals. 2001.
- [9] Hiromoto Kitahara, Rintaro Ueji, Nobuhiro Tsuji, and Yoritoshi Minamino. Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel. Acta Materialia, Vol. 54, No. 5, pp. 1279–1288, 2006.
- [10] S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi, and T. Maki. The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys. Acta Materialia, Vol. 51, No. 6, pp. 1789–1799, 2003.
- [11] Yamato Mishihiro, Shoichi Nambu, Junya Inoue, and Toshihiko Koseki. Effect of Stress on Variant Selection of Lath Martensite in Low-carbon Steel. Tetsu-to-Hagane, Vol. 98, No. 8, pp. 425–433, 2012.
- [12] A. Stormvinter, G. Miyamoto, T. Furuhashi, P. Hedström, and A. Borgenstam. Effect of carbon content on variant pairing of martensite in Fe-C alloys. Acta Materialia, Vol. 60, No. 20, pp. 7265–7274, 2012.
- [13] Goro Miyamoto, Takeshi Kaneshita, Tadachika Chiba, and Tadashi Furuhashi. Crystallographic restriction in martensite and bainite transformations in steels. Nippon Kinzoku Gakkaishi/Journal of the Japan Institute of Metals, Vol. 79, No. 7, pp. 339–347, 2015.

-
- [14] Z. Shen, R.H. Wagoner, and W.A.T. Clark. Dislocation and grain boundary interactions in metals. Acta Metallurgica, Vol. 36, No. 12, pp. 3231–3242, dec 1988.
- [15] 大村孝仁, 津崎兼彰. 局所力学特性評価によるマルテンサイト鋼の強化機構解析の新展開. 鉄と鋼, Vol. 92, No. 5, pp. 295–310, 2006.
- [16] 牧正志. 鉄鋼の相変態 -マルテンサイト変態編 I - 鉄合金のマルテンサイト変態の特徴-. まてりあ, Vol. 54, No. 11, pp. 557–563, 2015.
- [17] T. Maki. Morphology and substructure of martensite in steels. In Phase Transformations in Steels, Vol. 2, pp. 34–58. Woodhead Publishing, Cambridge, 2012.
- [18] Taisuke Hayashi, Shigekazu Morito, and Takuya Ohba. Lath and Butterfly Composite Martensite Microstructure of a Medium-carbon Steel and its Quantitative Evaluation. ISIJ International, Vol. 58, No. 8, pp. 1524–1531, aug 2018.
- [19] Tadashi Maki, Kaneaki Tsuzaki, and Imao Tamura. The Morphology of Microstructure Composed of Lath Martensites in Steels. Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan, Vol. 20, No. 4, pp. 207–214, apr 1980.
- [20] T. H. Man, T. W. Liu, D. H. Ping, and T. Ohmura. TEM investigations on lath martensite substructure in quenched Fe-0.2C alloys. Materials Characterization, Vol. 135, No. October 2017, pp. 175–182, 2018.
- [21] S. Morito, X. Huang, T. Furuhashi, T. Maki, and N. Hansen. The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels. Acta Materialia, Vol. 54, No. 19, pp. 5323–5331, 2006.
- [22] Shigekazu Morito, Yuma Edamatsu, Kenta Ichinotani, Takuya Ohba, Taisuke Hayashi, Yoshitaka Adachi, Tadashi Furuhashi, Goro Miyamoto, and Naoki Takayama. Quantitative analysis of three-dimensional morphology of martensite packets and blocks in iron-carbon-manganese steels. Journal of Alloys and Compounds, Vol. 577, No. SUPPL. 1, pp. S587–S592, nov 2013.
- [23] Minoru Umemoto, Tomoaki Hyodo, Tatsuo Maeda, and Imao Tamura. Electron microscopy studies of butterfly martensite. Acta Metallurgica, Vol. 32, No. 8, pp. 1191–1203, 1984.
- [24] H. Gong and N. J. Gu. The compound formation mechanism of butterfly martensite. Metallography, Vol. 21, No. 1, pp. 1–10, 1988.
- [25] Hisashi Sato, Stefan Zaefferer, and Yoshimi Watanabe. In-situ observation of butterfly-type martensite in fe-30mass%ni alloy during tensile test using high-resolution EBSD. ISIJ International, Vol. 49, No. 11, pp. 1784–1791, 2009.
- [26] R. G. Davies and C. L. Magee. Microcracking in ferrous martensites. Metallurgical Transactions, Vol. 3, No. 1, pp. 307–313, 1972.
- [27] 大和久重雄. マルエージング鋼. 日本金属学会会報, Vol. 3, No. 12, pp. 719–728, 1964.
- [28] 大森宮次郎, 横川秀穂, 山崎明. 低合金鋼の疲労強度におよぼす改良オースフォームの影響.
-

- 日本機械学会論文集 A 編, Vol. 46, No. 411, pp. 1166–1173, 1980.
- [29] 小松征士. ばね鋼へのモディファイド・オースフォーミング. ばね論文集, Vol. 6, No. 22, pp. 22–28, 1977.
- [30] 杉本淳, 田中達夫, 大木喬夫, 脇門恵洋. ばね鋼の組織におよぼす改良オースフォーミングの影響. ばね論文集, No. 34, pp. 38–43, 1989.
- [31] Nozomi Komatsubara, Seiichi Watanabe, and Hiroo Ohtani. Improvement of the Strength and Toughness of Steel Plates by Direct-quenching and Tempering. Tetsu-to-Hagane, Vol. 69, No. 8, pp. 975–982, 1983.
- [32] D J Schmatz and V F Zackay. Mechanical Properties of Deformed Metastable Austenitic Ultra High Strength Steel. Trans. ASM, Vol. 51, pp. 476–494, 1959.
- [33] 田村今男. 鋼の加工熱処理. 鉄と鋼, Vol. 52, No. 2, pp. 140–162, 1966.
- [34] A J McEvily Jr., R H Bush, F W Schaller, and D J Schmatz. On the formation of alloy carbides during ausforming. Transactions of the ASM, Vol. 56, pp. 753–767, 1963.
- [35] T. Maki and C. M. Wayman. Substructure of ausformed martensite in Fe-Ni and Fe-Ni-C alloys. Metallurgical Transactions A, Vol. 7, No. 10, pp. 1511–1518, oct 1976.
- [36] V.F.Zackay, E.R.Parker, D.Fahr, and R.Bush. The enhancement of ductility in high-strength steels. Trans. ASM, Vol. 60, p. 252, 1967.
- [37] 田村今男. TRIP 鋼について. 鉄と鋼, Vol. 56, No. 3, pp. 429–445, 1970.
- [38] 田村今男, 大山徹. 鉄系マルテンサイトの加工による硬度変化について. Journal of the Japan Institute of Metals, Vol. 30, No. 11, pp. 1081–1085, 1966.
- [39] Chr. Gg. Enke. Atlas zur Wärmebehandlung der Stähle. (Band 4: Zeit-Temperature-Austenitisierungs-Schaubilder) Herausgeb.: Max-Planck-Institut für Eisenforschung in Zusammenarbeit mit der TU Berlin und dem Werkstoffausschuß des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute. 2. Teil. Materials and Corrosion, Vol. 28, No. 9, pp. 666–666, sep 1977.
- [40] S. W. Seo, G. S. Jung, J. S. Lee, C. M. Bae, H. K.D.H. Bhadeshia, and D. W. Suh. Ausforming of medium carbon steel. Materials Science and Technology (United Kingdom), Vol. 31, No. 4, pp. 436–442, 2015.
- [41] 大森宮次郎. Mn-Cr-B ばね鋼の機械的性質および疲労強度に及ぼす連続冷却加工熱処理の影響. 材料, Vol. 20, No. 216, pp. 1024–1030, 1971.
- [42] 田村今男, 吉村博文, 茨木正雄, 多賀谷正義. オースフォームされた Fe-Ni-C マルテンサイトの焼戻し挙動について. 日本金属学会誌, Vol. 28, No. 8, pp. 433–438, 1964.
- [43] T. Ohmura, K. Tsuzaki, and S. Matsuoka. Evaluation of the matrix strength of Fe-0.4 wt% C tempered martensite using nanoindentation techniques. Philosophical Magazine A: Physics of Condensed Matter, Structure, Defects and Mechanical Properties, Vol. 82, No. 10, pp. 1903–1910, 2002.
- [44] G. Miyamoto, N. Iwata, N. Takayama, and T. Furuhashi. Quantitative analysis of

- variant selection in ausformed lath martensite. Acta Materialia, Vol. 60, No. 3, pp. 1139–1148, feb 2012.
- [45] P. Bate and B. Hutchinson. Effect of elastic interactions between displacive transformations on textures in steels. Acta Materialia, Vol. 48, No. 12, pp. 3183–3192, 2000.
- [46] P. Cizek, J. A. Whiteman, W. M. Rainforth, and J. H. Beynon. EBSD and TEM investigation of the hot deformation substructure characteristics of a type 316L austenitic stainless steel. Journal of Microscopy, Vol. 213, No. 3, pp. 285–295, 2004.
- [47] Larry Kaufman and Morris Cohen. Thermodynamics and kinetics of martensitic transformations. Progress in Metal Physics, Vol. 7, No. C, pp. 165–246, jan 1958.
- [48] L. E. Murr, R. J. Horylev, and W. N. Lin. Interfacial energy and structure in F.C.C. metals and alloys. Philosophical Magazine, Vol. 22, No. 177, pp. 515–542, 1970.
- [49] Z. Yang and R. A. Johnson. An EAM simulation of the alpha - gamma iron interface. Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering, Vol. 1, No. 5, pp. 707–716, 1993.
- [50] D. R. Askeland and P. P. Phule. Heat Treatment of Steels and Cast Irons. In The Science and Engineering of Materials, pp. 460–487. Nelson, Toronto, 2006.
- [51] American Society for Metals. Atlas of Isothermal Transformation and Cooling Transformation Diagrams, 1977.
- [52] Edelstahl Witten-Krefeld GmbH. Datasheet Thyrofort - heat-treatable steels, 2014.
- [53] Minoru Umemoto and Imao Tamura. Computer simulation of isothermal transformation diagrams in steels. Bulletin of the Japan Institute of Metals, Vol. 25, No. 6, pp. 497–504, 1986.
- [54] Masato Enomoto. Prediction of TTT-diagram of Proeutectoid Ferrite Reaction in Iron Alloys from Diffusion Growth Theory. ISIJ International, Vol. 32, No. 3, pp. 297–305, 1992.
- [55] R. P. Garrett, S. Xu, J. Lin, and T. A. Dean. A model for predicting austenite to bainite phase transformation in producing dual phase steels. International Journal of Machine Tools and Manufacture, Vol. 44, No. 7-8, pp. 831–837, 2004.
- [56] A. Matsuzaki and H. K.D.H. Bhadeshia. Effect of austenite grain size and bainite morphology on overall kinetics of bainite transformation in steels. Materials Science and Technology, Vol. 15, No. 5, pp. 518–522, 1999.
- [57] Carlos Capdevila, Francisca G. Caballero, and Carlos García De Andrés. Austenite grain size effects on isothermal allotriomorphic ferrite formation in 0.37C-1.45Mn-0.11V microalloyed steel. Materials Transactions, Vol. 44, No. 6, pp. 1087–1095, 2003.
- [58] Takehide Senuma, Hiroshi Yada, Yoshikazu Matsumura, and Tadashi Futamura. Structure of Austenite of Carbon Steels in High Speed Hot Working Processes. Tetsu-to-Hagane, Vol. 70, No. 15, pp. 2112–2119, 1984.

-
- [59] Atsuhiko Yoshie, Takashi Fujita, Masaaki Fuchioka, Kentaro Okamoto, and Morikawa Hirofumi. Formulation of the Decrease in Dislocation Density of Deformed Austenite Due to Static Recovery and Recrystallization. Tetsu-to-Hagane, Vol. 80, No. 12, pp. 914–919, 1994.
- [60] F.S Buffington, K Hirano, and M Cohen. Self diffusion in iron. Acta Metallurgica, Vol. 9, No. 5, pp. 434–439, may 1961.
- [61] Yoshitaka Adachi, Toshiro Tomida, and Shigeharu Hinotani. Dislocation Substructures in Hot-deformed Ni-based Alloys: Simulation for Structure Evolution of Hot-worked Austenite in Low Carbon Steels. ISIJ International, Vol. 40, No. Suppl, pp. S194–S198, 2000.
- [62] Kenji Higashida and Tatsuya Morikawa. 不均質変形組織の特徴と役割. Tetsu To Hagane, Vol. 94, No. 12, pp. 579–581, 2008.
- [63] E. F. Rauch and J. H. Schmitt. Dislocation substructures in mild steel deformed in simple shear. Materials Science and Engineering A, Vol. 113, No. C, pp. 441–448, 1989.
- [64] E. V. Nesterova, B. Bacroix, and C. Teodosiu. Microstructure and texture evolution under strain-path changes in low-carbon interstitial-free steel. Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, Vol. 32, No. 10, pp. 2527–2538, 2001.
- [65] Tadachika Chiba, Goro Miyamoto, and Tadashi Furuhashi. Comparison of Variant Selection between Lenticular and Lath Martensite Transformed from Deformed Austenite. ISIJ International, Vol. 53, No. 5, pp. 915–919, 2013.
- [66] Mehran Maalekian and Ernst Kozeschnik. Modeling mechanical effects on promotion and retardation of martensitic transformation. Materials Science and Engineering A, Vol. 528, No. 3, pp. 1318–1325, 2011.
- [67] G. Ghosh and V. Raghavan. The kinetics of isothermal martensitic transformation in an Fe-23.2wt.%Ni-2.8wt.%Mn alloy. Materials Science and Engineering, Vol. 80, No. 1, pp. 65–74, 1986.
- [68] S. Kajiwara. Roles of dislocations and grain boundaries in martensite nucleation. Metallurgical Transactions A, Vol. 17, No. 10, pp. 1693–1702, oct 1986.
- [69] Hemantha Kumar Yeddu, Annika Borgenstam, and John Ågren. Effect of martensite embryo potency on the martensitic transformations in steels - A 3D phase-field study. Journal of Alloys and Compounds, Vol. 577, No. SUPPL. 1, pp. 141–146, 2013.
- [70] R. Lagneborg. The martensite transformation in 18% Cr-8% Ni steels. Acta Metallurgica, Vol. 12, No. 7, pp. 823–843, 1964.
- [71] J. R. Strife, M. J. Carr, and G. S. Ansell. The effect of austenite prestrain above the M_d temperature on the martensitic transformation in Fe-Ni-Cr-C alloys. Metallurgical Transactions A, Vol. 8, No. 9, pp. 1471–1484, 1977.
-

-
- [72] Y. Estrin and H. Mecking. A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models. Acta Metallurgica, Vol. 32, No. 1, pp. 57–70, 1984.
- [73] A. Borgenstam, M. Hillert, and J. Ågren. Critical temperature for growth of martensite. Acta Metallurgica Et Materialia, Vol. 43, No. 3, pp. 945–954, 1995.
- [74] Valery I Levitas, Alexander V Idesman, Gregory B. Olson, and Erwin Stein. Numerical modelling of martensitic growth in an elastoplastic material. Philosophical Magazine A, Vol. 82, No. 3, pp. 429–462, feb 2002.
- [75] I-Wei Chen, Y-H. Chiao, and K Tsuzaki. Statistics of martensitic nucleation. Acta Metallurgica, Vol. 33, No. 10, pp. 1847–1859, oct 1985.
- [76] S. R. Pati and Morris Cohen. Nucleation of the isothermal martensitic transformation. Acta Metallurgica, Vol. 17, No. 3, pp. 189–199, 1969.
- [77] Ling Zhang, Takahito Ohmura, Akinobu Shibata, and Kaneaki Tsuzaki. Characterization of local deformation behavior of Fe-Ni lenticular martensite by nanoindentation. Materials Science and Engineering A, Vol. 527, No. 7-8, pp. 1869–1874, 2010.
- [78] Akinobu Shibata, Takashi Nagoshi, Masato Sone, Shigekazu Morito, and Yakichi Higo. Evaluation of the block boundary and sub-block boundary strengths of ferrous lath martensite using a micro-bending test. Materials Science and Engineering A, Vol. 527, No. 29-30, pp. 7538–7544, 2010.
- [79] T Ohmura, K Tsuzaki, and S Matsuoka. Nanohardness measurement of high-purity FeC martensite. Scripta Materialia, Vol. 45, No. 8, pp. 889–894, oct 2001.
- [80] T. Furuhashi, S. Morito, and T. Maki. Morphology, substructure and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys. Journal de Physique IV (Proceedings), Vol. 112, pp. 255–258, oct 2003.
- [81] J. E. Bailey and P. B. Hirsch. The dislocation distribution, flow stress, and stored energy in cold-worked polycrystalline silver. Philosophical Magazine, Vol. 5, No. 53, pp. 485–497, 1960.
- [82] Setsuo Takaki, Kinh Luan Ngo-Huynh, Nobuo Nakada, and Toshihiro Tsuchiyama. Strengthening mechanism in ultra low carbon martensitic steel. ISIJ International, Vol. 52, No. 4, pp. 710–716, 2012.
- [83] Guhui Gao, Bo Gao, Xiaolu Gui, Jie Hu, Jianzhong He, Zhunli Tan, and Bingzhe Bai. Correlation between microstructure and yield strength of as-quenched and Q&P steels with different carbon content (0.060.42wt%C). Materials Science and Engineering A, Vol. 753, No. March, pp. 1–10, 2019.
- [84] 加藤雅治. 入門転位論. 裳華房, 東京, 1999.
- [85] Patrick M. Kelly. Crystallography of lath martensite in steels, 1992.
- [86] D. P. Dunne and C. M. Wayman. The crystallography of ferrous martensites.
-

-
- Metallurgical Transactions, Vol. 2, No. 9, pp. 2327–2341, 1971.
- [87] B. P. J. Sandvik and C. M. Wayman. Characteristics of lath martensite: Part I. crystallographic and substructural features. Metallurgical Transactions A, Vol. 14, No. 4, pp. 809–822, apr 1983.
- [88] C. L. Magee and R. G. Davies. The structure, deformation and strength of ferrous martensites. Acta Metallurgica, Vol. 19, No. 4, pp. 345–354, 1971.
- [89] P. M. Kelly and J. Nutting. The martensite transformation in carbon steels. Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences, Vol. 259, No. 1296, pp. 45–58, 1961.
- [90] Oleg D. Sherby, Jeffrey Wadsworth, Donald R. Lesuer, and Chol K. Syn. Revisiting the structure of martensite in iron-carbon steels. Materials Transactions, Vol. 49, No. 9, pp. 2016–2027, 2008.
- [91] M. F. Ashby. The deformation of plastically non-homogeneous materials. The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics, Vol. 21, No. 170, pp. 399–424, feb 1970.
- [92] M. Zhang, Y. H. Wang, C. L. Zheng, F. C. Zhang, and T. S. Wang. Austenite deformation behavior and the effect of ausforming process on martensite starting temperature and ausformed martensite microstructure in medium-carbon Si-Al-rich alloy steel. Materials Science and Engineering A, Vol. 596, pp. 9–14, 2014.
- [93] H. K. D. H. Bhadeshia, S. A. David, J. M. Vitek, and R. W. Reed. Stress induced transformation to bainite in FeCrMoC pressure vessel steel. Materials Science and Technology, Vol. 7, No. 8, pp. 686–698, 2014.
- [94] 林宏太郎, 西畑敏伸. 脱炭により形成されるフェライト層組織の予測. 新日鉄住金技報, No. 410, pp. 24–31, 2018.
- [95] T. Furuhashi, K. Kikumoto, H. Saito, T. Sekine, T. Ogawa, S. Morito, and T. Maki. Phase transformation from fine-grained austenite. ISIJ International, Vol. 48, No. 8, pp. 1038–1045, 2008.
- [96] Setsuo Takaki, Kazuhiro Fukunaga, Junaidi Syarif, and Toshihiro Tsuchiyama. Effect of grain refinement on thermal stability of metastable austenitic steel. Materials Transactions, Vol. 45, No. 7, pp. 2245–2251, 2004.
- [97] 高崎惣一, 内堀勝之, 安部強. ばね鋼のマルテンサイト変態に及ぼす化学成分の影響. ばね論文集, Vol. 36, pp. 5–9, 1991.
- [98] Patrick M. Kelly. Crystallography of lath martensite in steels, 1992.
- [99] N. D.H. Ross and A. G. Crocker. A generalized theory of martensite crystallography and its application to transformations in steels. Acta Metallurgica, Vol. 18, No. 4, pp. 405–418, 1970.
- [100] Thomas Swarr and George Krauss. The effect of structure on the deformation of as-

-
- quenched and tempered martensite in an Fe-0.2 pct C alloy. Metallurgical Transactions A, Vol. 7, No. 1, pp. 41–48, 1976.
- [101] R. N. Caron and G. Krauss. The tempering of Fe-C lath martensite. Metallurgical Transactions, Vol. 3, No. 9, pp. 2381–2389, 1972.
- [102] G I Taylor. The formation of emulsions in definable fields of flow. Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character, Vol. 146, No. 858, pp. 501–523, 1934.
- [103] William Thornton Read. Dislocations in crystals. McGraw-Hill, 1953.
- [104] M Polanyi. Lattice distortion which originates plastic flow. Zeit Phys, Vol. 89, pp. 660–662, 1934.
- [105] E Orowan. The crystal plasticity. III: about the mechanism of the sliding. Z Physik, Vol. 89, pp. 634–659, 1934.
- [106] Kenzaburo Marukawa and Takahito Ohmura. Dislocation theories applied to the elucidation of mechanisms of metal strengthening. Tetsu-To-Hagane/Journal of the Iron and Steel Institute of Japan, Vol. 100, No. 9, pp. 1076–1088, 2014.
- [107] 日本塑性加工学会（編）. 鍛造 -目指すはネットシェイプ-. 東京, コロナ社, 1995.
- [108] E. Doege and R. Bohnsack. Closed die technologies for hot forging. Journal of Materials Processing Technology, Vol. 98, No. 2, pp. 165–170, 2000.
- [109] Yahui Liu, Jun Wang, and Donghong Wang. Numerical optimization on hot forging process of connecting rods based on RSA with experimental verification. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, Vol. 90, No. 9-12, pp. 3129–3135, 2017.
- [110] Jin Li, Guangchun Wang, and Tao Wu. Numerical simulation and experimental study of slippage in gear rolling. Journal of Materials Processing Technology, Vol. 234, pp. 280–289, 2016.

謝辞

本研究をすすめるに当たり、多くの方にご指導とご支援をいただきました。それぞれの方に対して、この場を借りて深く御礼申し上げます。

指導教員である中尾政之教授には、研究活動を始めとして多岐にわたり多くのご指導を頂きました。博士過程において、どのような研究テーマでも自由に研究できる環境を与えていただいたことにも深く感謝いたします。論文作成にあたって多くの貴重なご指導をいただいた、本学の柳本潤教授、井上純哉准教授、南部将一准教授、長藤圭介准教授には、この場を借りて御礼申し上げます。柳本教授には、サーメックマスタおよび電子顕微鏡など、研究を遂行する上で必要不可欠な実験装置を使用させていただきました。定期面談で頂いたご助言は、研究の針路を考えるうえで大変参考になりました。井上准教授には、軟 X 線発光分光法装置を使用させていただきました。また、様々な測定方法をご紹介いただいたことは、多くの種類のデータに基づく多角的な議論につながりました。南部准教授には、実験結果を結晶学的観点で考察する際に、多くのご助言をいただきました。長藤准教授には、定期ミーティングなどを通じて、研究遂行や論文執筆にあたって多くのご指導をいただきました。心より感謝申し上げます。

国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究拠点の大村孝仁副拠点長には、ナノインデントを使用させていただいたこと、心より感謝いたします。

博士課程の3年間では、博士課程学生特別リサーチ・アシスタント (SEUT-RA) 制度の補助を受けました。本制度が博士課程進学の後押しとなりました。

公立小松大学の朴亨原助教には、大学のある石川県から東大に出張でいらした際、時間が限られているにもかかわらず、各種装置および解析ソフトウェアの使用方法について丁寧に指導いただきました。また、先生の博士論文は、対象とする相は違えど小生の研究と共分析方法など共通している点が多く、大変参考になりました。ありがとうございました。

柳本研究室の丁晟博士には、各種装置の使用方法について指導いただいたほか、日常的に多くの議論をさせていただき、大変参考になりました。ありがとうございました。シニア協力員の杉山澄雄博士には、実験環境の構築、各種資材の手配等について、経験をもとにした貴重なご助言を伺うことができ大変お世話になりました。ありがとうございました。

井上研究室の関戸健治博士には、軟 X 線測定の作業を支援いただきました。長い測定時間の途中、小生の研究内容について多くの議論もさせていただき、大変参考になりました。ありがとうございました。

本研究室秘書の中村直子様、遠山歩様、黒川聖子様には、書類の提出や出張申請、物品購入な

どの各種事務手続きに関することで大変お世話になりました。ありがとうございました。方正隆特任助教には、顕微鏡操作や試験片の研磨方法など、本研究に着手する上で必須となる作業を多く指導いただきました。ありがとうございました。

最後に、長期間にわたる本研究の実施を支えてくれた最愛なる妻に心から感謝します。

令和3年2月12日

仁保 隆嘉

研究業績

研究論文

- Takayoshi Niho, Shoichi Nambu, Keisuke Nagato, Masayuki Nakao, “Classification of Twin Arrangements in Butterfly Martensite Grains and Analysis of Relationship between Twin Arrangement and Butterfly Wing Angle in Medium-Carbon Steel”, ISIJ International, 60, 9, 2075-2082, 2020.
- Takayoshi Niho, Shoichi Nambu, Keisuke Nagato, Masayuki Nakao, “Conditions of Warm Ausforming of Low-Alloy Medium-Carbon Steel for Making Fully Martensitic Microstructure and Its Refining Effect of Martensite”, Materials Today Communications, 26, 102080, 2021.

(博士論文以外の業績)

- 仁保隆嘉, 長藤圭介, 中尾政之, 大谷敏郎, 三吉宏治, 近藤修平, “ハンマ鍛造におけるワーク跳躍メカニズムの解明”, 塑性と加工, 62, 721, 7-14, 2021.

国際会議

- Takayoshi Niho, Keisuke Nagato, Masayuki Nakao, “Investigation of Three-Dimensional Geometry of Butterfly Martensite and Analysis of Relationship between Hardness of Lath/Butterfly Two-Phase Martensite and its Grain Thickness in Medium-Carbon Steel”, THERMEC 2020, (2020-5), Vienna, Austria (新型コロナウイルス感染症 COVID-19 の世界的流行により 2021 年 5 月に延期).

国内会議

- 仁保隆嘉, 長藤圭介, 中尾政之, “単純炭素鋼の加工熱処理マルテンサイト変態に関する研究”, 2019 年度塑性加工春季講演会, (2019-6), 81-82, 京都府京田辺市.
- 仁保隆嘉, 長藤圭介, 中尾政之, “単純中炭素鋼で形成されるマルテンサイトの内部構造観察”, 日本鉄鋼協会第 178 回秋季講演大会, (2019-9), 681, 岡山県岡山市.

-
- 仁保隆嘉, 長藤圭介, 中尾政之, “単純炭素鋼の加工熱処理マルテンサイト変態に関する研究”, 日本機械学会 2020 年度年次大会, (2020-9), J03143, 愛知県名古屋市.

(博士論文以外の業績)

- 仁保隆嘉, 長隆之, 森木和也, 鈴木翔大, 杉田直彦, 中尾政之, “オペレータの機械操作を模倣した大径ワイヤの自動整列巻取り”, 第 25 回ロボティクスシンポジウム, (2020-3), 202-207, 北海道札幌市.

以上

博士論文

急速温間オースフォームによる
低合金中炭素鋼マルテンサイトの
転位強化・形態強化手法の構築

仁保隆嘉