

日本鉄鋼協会  
材料の組織と特性部会  
「局所塑性に由来する損傷発達および破壊」  
研究会

(活動期間：2023年3月～2026年2月)

最終成果報告書  
(2026年2月暫定版)

## 研究会メンバー一覧

主査および幹事（氏名五十音順）\*主査

氏名	所属機関	所属グループ
興津貴隆	本田技研工業	複相鋼
伊藤孝矩	神戸製鋼所	き裂発生基礎
川崎由康	JFE スチール	マルテンサイト鋼
小山元道*	東北大学	き裂発生基礎
柴田暁伸	物質・材料研究機構	マルテンサイト鋼
下川智嗣	金沢大学	き裂発生基礎
田中将己	九州大学	き裂進展基礎
早川 守	日本製鉄	マルテンサイト鋼
北條智彦	東北大学院	複相鋼
諸岡 聡	日本原子力研究開発機構	き裂発生基礎

委員（氏名五十音順）

氏名	所属機関	所属グループ
植木翔平	九州大学	マルテンサイト鋼
小川祐平	物質・材料研究機構	マルテンサイト鋼
奥山彫夢	北見工業大学	き裂進展基礎
小貫祐介	東京電機大学	複相鋼
熊谷正芳	東京都市大学	き裂発生基礎
古賀紀光	金沢大学	マルテンサイト鋼
佐々木大輔	久留米工業高等専門学校	き裂進展基礎
定松 直	鹿児島大学	き裂発生基礎
柴沼一樹	東京大学	き裂進展基礎
柴山由樹	日本原子力研究開発機構	き裂発生基礎
清水一行	鳥取大学	複相鋼
白岩隆行	東京大学	複相鋼
武富紳也	佐賀大学	き裂進展基礎
千葉隆弘	日本製鉄	マルテンサイト鋼
戸畑潤也	JFE スチール	マルテンサイト鋼
南部将一	東京大学	マルテンサイト鋼
西川嗣彬	物質・材料研究機構	マルテンサイト鋼
濱田 繁	九州大学	き裂発生基礎
早川 守	日本製鉄	マルテンサイト鋼
兵藤義浩	JFE スチール	き裂進展基礎
平出隆志	JFE スチール	複相鋼
増村拓朗	九州大学	き裂発生基礎
松原和輝	JFE スチール	マルテンサイト鋼
松野崇	鳥取大学	複相鋼
眞山 剛	熊本大学	マルテンサイト鋼
峯 洋二	熊本大学	き裂進展基礎
森川龍哉	九州大学	複相鋼
山口尚記	JFE スチール	マルテンサイト鋼
山下享介	大阪大学	き裂発生基礎
渡邊育夢	物質・材料研究機構	き裂進展基礎

協力研究員、アドバイザー（氏名五十音順）

氏名	所属機関
東田賢二	九州大学
高井健	上智大学
高木節雄	九州大学
津崎兼彰	物質・材料研究機構
土山聡宏	九州大学
長滝康伸	JFE スチール
難波茂信	神戸製鋼所
樋渡俊二	日本製鉄
山本三幸	大阪大学

# 第一章

## き裂発生 の基礎

# き裂発生基礎

## 1. はじめに

完全に脆性的なき裂発生問題は表面エネルギーの問題に帰結し、粒界や異相境界などが存在する場合は、加えて境界エネルギーを考える必要があることは様々な教科書にも記されている通りである。この問題に“塑性”すなわち“転位運動”が関与すると、問題は劇的に複雑化する。転位運動のき裂発生への影響としては、大きくは3つに大別できると考える。

- ① 転位運動により形成した局所的な内部応力の発達が駆動力となり、き裂発生を促進させる。
- ② 転位同士の反応により、転位組織が形成し、その転位組織が変形前には存在しなかったき裂発生サイトとして働く
- ③ 転位およびその運動に関連する空孔などの格子欠陥が組織境界と反応・合体し、境界を弱化させる。

①については、転位のハイルアップや、転位運動の結晶方位異方性に由来した組織境界における応力集中がよく問題として取り上げられる。②では、古くは A. Cottrell が議論をしているように、転位の分解反応や、セルなどの転位集合体の形成がき裂発生の起点となると議論している。③は最近では特に水素脆化を取り扱うときに議論される。粒界を例にとれば、粒界が転位や空孔の吸収サイトとして働き、その結果粒界構造が変化することで弱化するといった議論がされる。これらき裂発生と塑性の関係は歴史的な課題であるが、中々完結しない。その原因としては、き裂発生挙動の材料依存性の起源が明らかでないこと、破壊が場の問題であること（3次元解析が要求される）、転位運動とき裂発生を連続的に観察することが難しいこと、などがあげられる。最近では、分子動力学計算による破壊研究や電子チャネリングコントラストによるバルク試料における転位運動のその場観察、中性子回折による転位性格の決定、微視的ひ

ずみのマッピングなどが可能になってきているので、先端技術を駆使、協同することでき裂発生問題の研究指針を、今、構築する必要がある。

## 2. き裂発生基礎グループにおける研究展開

本研究会開始にあたって議論をしたところ、上述のようなき裂発生問題を、鉄鋼材料を対象として取り扱う場合において、次の課題は重要であるという結論にいたった。

- A) き裂発生に基づく材料設計を可能とするため、き裂発生の前駆現象を定量評価する必要がある。より具体的には、局所応力集中に直結する転位すべりプラナリティを回折情報などから定量評価する必要がある。
- B) 転位運動とき裂発生を結びつける手法を構築する必要がある。具体的には、鉄鋼材料のき裂発生を対象として、分子動力学計算および先進その場観察の適用、転位組織に基づく応力計算などを試みる。
- C) A)や B)を応用した解析ならびに材料設計を行う。

上記を三本柱として、本グループの研究が進められた。また、破壊問題は実用問題でもある。この点、神戸製鋼所の伊藤様と東京都市大学の熊谷先生、鹿児島大学の定松先生の優れた産学連携があったことも注目されたい。加えて、金属疲労も含めての研究となっていることも特に鉄鋼研究において重要である。このような背景のもと、得られた成果を次ページより示す。

### き裂発生基礎グループメンバー（五十音順）

伊藤孝矩（神戸製鋼所）、熊谷正芳（東京都市大学）、小山元道（東北大学）、定松直（鹿児島大学）、柴山由樹（JAEA）、下川智嗣（金沢大学）、濱田繁（九州大学）、増村拓朗（九州大学）、諸岡聡（JAEA）、山下享介（大阪大学）

# From plasticity to fracture in pearlitic microstructures: Atomistic study of cementite thickness and deformation localization

下川智嗣<sup>a)</sup>

a) 金沢大学 理工研究域 機械工学系

## 1. Introduction

Pearlitic steels consist of a lamellar structure in which ductile ferrite and brittle cementite phases are alternately stacked at the submicron to nanoscale, exhibiting an excellent balance of strength and ductility<sup>1, 2)</sup>. This superior property is attributed to the synergistic effect of the two phases. The cementite lamellae restrict dislocation motion, thereby enhancing the strength and work-hardening capacity of ferrite. Consequently, the improved work-hardening capacity of ferrite suppresses local plastic deformation and plastic instability in cementite, enabling the cementite phase to sustain large plastic strains<sup>3-5)</sup>. In addition, the crystallographic orientation relationship and interfacial dislocation structure at the ferrite/cementite interface have been shown to strongly affect the plastic deformation behavior<sup>6-10)</sup>. Furthermore, cementite decomposition or amorphization induced by severe plastic deformation has been reported to influence dislocation emission and slip transfer across the interface<sup>11)</sup>, and thus the knowledge regarding the synergistic interaction between ferrite and cementite has been considerably expanded in recent years.

On the other hand, cementite can also act as a preferential path for crack initiation and propagation. Therefore, factors such as cementite thickness, the scale of deformation localization caused by dislocation pile-ups in ferrite, and the resulting damage in cementite govern whether plastic deformation or crack formation dominates, that is, the plasticity–fracture transition. However, the underlying mechanism remains insufficiently understood. To address this unresolved issue, it is necessary to quantitatively evaluate the stress concentration imparted by dislocation pile-ups on cementite and the corresponding conditions for crack initiation. Conventionally, this problem has been treated by theoretical models such as the Petch model<sup>12)</sup>, which describes fracture conditions based on the interaction between dislocation pile-ups and carbide phases. The model effectively expresses the critical condition for crack initiation through the dynamic interaction between non-equilibrium carbide cracks and dislocation pile-ups within a continuum mechanics framework. Nevertheless, the framework is inherently based on continuum approximation and does not necessarily capture local atomic-scale processes, such as core relaxation of penetrated dislocations in cementite, which become significant at the nanoscale. Therefore, direct verification

through atomistic simulations is required to clarify the applicability and limitations of this continuum theory.

In this study, molecular dynamics (MD) simulations are performed to systematically investigate the influence of cementite thickness and the number of dislocation pile-ups on the plasticity–fracture transition in pearlitic microstructures. Furthermore, the atomistic results are compared with the Petch continuum model<sup>12)</sup> to elucidate the nanoscale mechanisms governing the competition between plasticity and fracture, with the aim of providing new guidelines for achieving higher strength and ductility in pearlitic steels.

## 2. Theoretical Framework and Its Atomistic Modeling

To investigate the influence of cementite thickness and dislocation pile-ups on the plasticity–fracture transition in pearlitic microstructures, this study compares the conditions for crack initiation predicted by Petch's continuum-based dynamic model<sup>12)</sup>, which accounts for non-equilibrium carbide cracks, with the results of atomistic simulations. In this section, we first briefly describe the theoretical framework of crack initiation proposed by Petch, and then present the atomistic modeling constructed on the basis of this continuum framework.

### 2.1. Non-Equilibrium Crack with Dislocation Pile-up<sup>12)</sup>

As illustrated in Fig. 1, Petch considered the case where  $n$  dislocations are piled up against a carbide of thickness  $t$ . Upon increasing the applied stress to  $\sigma_c$ , the carbide undergoes cleavage, and the dislocations avalanche dynamically into it. The active slip system is assumed to be inclined at  $45^\circ$  to the tensile axis. The total energy  $W$  of this system can be written as:

$$W = \frac{n^2 b^2 \mu}{4\pi(1-\nu)} \ln \frac{4R}{c} + 2\gamma_{es}c - \frac{\pi}{8\mu}(1-\nu)\sigma^2 c^2 - \frac{nb\sigma c}{2\sqrt{2}} \quad (1)$$

Here,  $\mu$  is the shear modulus,  $b$  is the Burgers vector,  $\nu$  is Poisson's ratio,  $R$  is the outer cutoff radius of the stress field,  $c$  is the crack length and  $\gamma_{es}$  is the effective surface energy of the crack in the carbide. The first term represents the elastic strain energy associated with wedge deformation, corresponding to the elastic strain energy stored in the matrix phase due to the  $n$  dislocations that have avalanched into the hard phase; the second term is

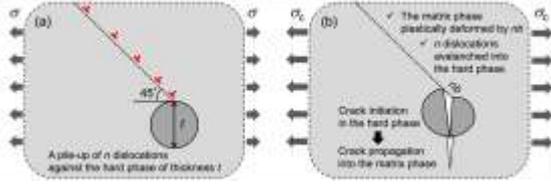


Fig. 1. Schematic illustration of the theoretical model of cleavage fracture in a hard phase induced by dislocation pile-up. (a) A pile-up of  $n$  dislocations against the hard phase of thickness  $t$  under applied stress  $\sigma$ . (b) Crack initiation in the hard phase and subsequent crack propagation into the matrix phase under the critical stress  $\sigma_c$ .

the effective surface energy; the third term is the elastic strain energy released by crack formation; and the fourth term corresponds to the external work associated with the volume increase due to crack opening by shear deformation. If only the second and third terms are considered, the formulation reduces to Griffith's theory<sup>13</sup>. By differentiating  $W$  with respect to crack length  $c$ , and setting  $dW/dc = 0$ , the following equation is obtained:

$$c = \frac{\left(2\gamma_{es} - \frac{nb\sigma}{2\sqrt{2}}\right) \pm \left\{ \left(2\gamma_{es} - \frac{nb\sigma}{2\sqrt{2}}\right)^2 - n^2 b^2 \sigma^2 / 4 \right\}^{1/2}}{\pi(1-\nu)\sigma^2 / 2\mu} \quad \dots (2)$$

This yields two solutions,  $c_1$  and  $c_2$  ( $c_1 < c_2$ ), at which Eq. (1) exhibits a downward-convex curvature with a local minimum at  $c_1$  (stable crack) and an upward-convex curvature with a local maximum at  $c_2$  (unstable crack). With increasing applied stress  $\sigma$ ,  $c_1$  and  $c_2$  approach each other and eventually coincide at  $c_c$ , as expressed by:

$$c_c = \frac{\mu n^2 b^2 (1 + 1/\sqrt{2})}{4\pi(1-\nu)\gamma_{es}} \quad \dots (3)$$

At this critical state, the energy barrier that existed at  $c_2$  disappears, and the crack grows spontaneously. The length  $c_c$  is therefore referred to as the critical crack length. The critical applied stress at  $c_c$  is expressed by:

$$\sigma_c = \frac{4\gamma_{es}}{nb(1+1/\sqrt{2})} \quad \dots (4)$$

By combining Eqs. (3) and (4), the critical crack length  $c_c$  can be reformulated without the parameter  $nb$ , resulting in the following expression.

$$c_c = \frac{8\mu}{\pi(1-\nu)\sigma^2} \left( \frac{\gamma_{es}}{2(1+1/\sqrt{2})} \right) \quad \dots (5)$$

It is noteworthy that, by dividing the effective surface energy  $\gamma_{es}$  by  $2(1 + 1/\sqrt{2})$  and interpreting it as the surface energy  $\gamma_s$ , the expression becomes formally equivalent to that in the Griffith theory.

## 2. 2. Analysis Model and Conditions

The atomistic simulation models were constructed based on the theoretical framework outlined in Section 2.1. Figure 2 shows the analysis model of a pearlitic lamellar structure composed of alternating ferrite and cementite

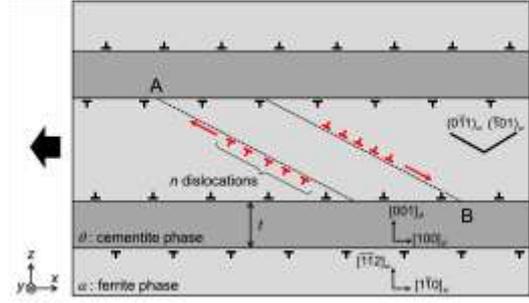


Fig. 2. Analysis model of a pearlitic microstructure used in molecular dynamics simulations to investigate the effect of the plasticity-induced damage from the dislocation pile-up on the crack initiation in the cementite phase. The crystalline orientation follows the Bagaryatsky relationship. The number of pile-up dislocations is  $n$ , and the thickness of the cementite phase is  $t$ .

layers, which was constructed to investigate the effects of cementite thickness and plasticity-induced damage from dislocation pile-ups on crack initiation in the cementite phase by MD simulations. The crystallographic orientation relationship between ferrite and cementite was set to the Bagaryatsky relationship<sup>14</sup>. Two cementite layers with thickness  $t$  were inserted at equal spacing along the  $z$  direction. The simulation cell dimensions were approximately 79.2 nm, 0.99 nm, and 49.4 nm in the  $x$ ,  $y$ , and  $z$  directions, respectively. To reduce misfit strain along the  $x$  direction, the model contained 196 and 177 unit cells of ferrite and cementite (Fig. 4(a)), introducing 19 interfacial dislocations along each interface. In the  $y$  direction, two unit-cells were used for both phases. Periodic boundary conditions are used in all directions. The cementite thickness  $t$  was varied as 3, 5, and 7 nm. Two dislocation pile-ups were introduced at the center of the ferrite layer, and the number of dislocations  $n$  in the pile-up was set to 0, 1, 3, or 5. In total, 12 types of analysis models were prepared. Each model is designated by the parameters  $t$  and  $n$ ; for instance, the case of  $t = 5$  nm and  $n = 3$  is denoted as “model\_t5n3”.

The details of how dislocations are introduced into the model are described as follows. To introduce  $n$  dislocation dipoles, two  $(\bar{2}11)$  atomic planes between the two slip planes of the dislocation pile-ups are removed, and each resulting gap is closed by shifting atomic positions along the  $\langle \bar{1}11 \rangle$  direction, which corresponds to the Burgers vector of the dislocation dipoles. The equilibrium configuration is then obtained through the relaxation procedure described in the next paragraph. In this study, under the periodic boundary conditions, the dislocation pile-ups consist of mixed dislocations with a line direction of  $\langle 111 \rangle$  and a Burgers vector of  $\langle \bar{1}11 \rangle$ , forming an angle of  $70.5^\circ$  between them. The edge component of this mixed dislocation accounts for 94.3% of the total Burgers vector magnitude. Therefore, this atomistic model can be reasonably compared with the theoretical framework constructed for

an ideal edge dislocation.

The simulation cell dimensions are controlled by a Parrinello–Rahman barostat<sup>15</sup>, and the analysis temperature is controlled using a Nosé–Hoover thermostat<sup>16, 17</sup>. After relaxation of the analysis models for 20 ps with a time step 0.1 fs at 1 K, tensile deformation tests were performed in the  $x$  direction at a strain rate of  $10^9 \text{ s}^{-1}$  under 1 K with a time step 1 fs. These analysis conditions are the same as earlier reported<sup>7, 11</sup>. The MD simulations are performed using the LAMMPS program<sup>18</sup>, and visualization of the atomic configurations, analysis of the atomic structure by common neighbor analysis (CNA)<sup>19</sup>, and calculation of the atomic strain<sup>20, 21</sup> are carried out using OVITO<sup>22</sup>. The modified embedded atom method (MEAM) proposed by Liyanage et al.<sup>23</sup> is used for interatomic interaction in the microstructure model because it accurately represents fundamental properties of the cementite phase. The magnitude of Burgers vector in ferrite is 0.248 nm. The shear modulus  $\mu$  and Poisson’s ratio  $\nu$  of the ferrite phase, evaluated using the Voigt approximation<sup>24</sup> with the elastic constants of  $c_{11}=212.9 \text{ GPa}$ ,  $c_{12}=143.3 \text{ GPa}$ , and  $c_{44}=118.5 \text{ GPa}$  of the MEAM potential, are 85 GPa and 0.28, respectively.

### 3. Results and Discussion

#### 3.1. Crack Initiation and Dislocation Emission

Figure 3 shows the stress-strain curves of all models in the strain range 0.08–0.16. For  $t = 3 \text{ nm}$ , the peak stress exhibits a clear dependence on the number of piled-up dislocations  $n$ , increasing with decreasing  $n$ . However, this dependence becomes weaker as the cementite thickness  $t$  increases. Around the peak stress, four types of plastic deformation and fracture modes are activated. The first mode is dislocation emission from the ferrite/cementite interface into the neighboring ferrite phase along the extension of the dislocation pile-up when the applied tensile stress reaches  $\sigma_d'$ , indicated by the

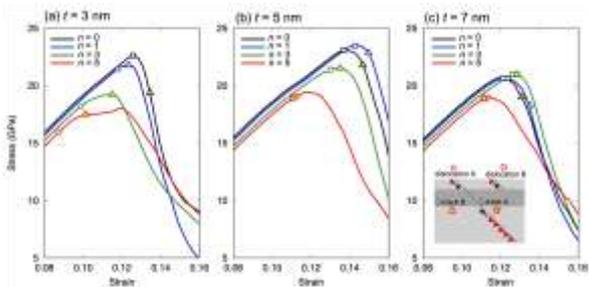


Fig. 3. Stress-strain curves of analysis models with cementite thickness of (a)  $t=3 \text{ nm}$ , (b)  $t=5 \text{ nm}$ , and (c)  $t=7 \text{ nm}$  under tensile loading.  $\circ$  and  $\square$  mark dislocation emissions from the interface (along the pile-up extension (“dislocation A” type) and unrelated region (“dislocation B” type), respectively).  $\star$  and  $\triangle$  mark crack initiations in the cementite (ahead of the pile-up (“crack A” type) and unrelated locations (“crack B” type), respectively).

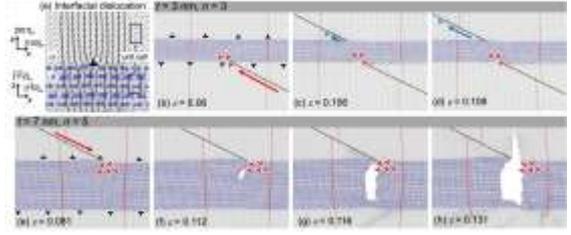


Fig. 4. (a) Atomic structure of an interfacial dislocation at the Bagaryatsky orientation. (b–d) Slip propagation across a 3 nm-thick cementite phase (type of “dislocation A”). (e–h) Crack initiation in a 7 nm-thick cementite phase (type of “crack A”). White and blue spheres represent Fe and C atoms, respectively.

circle symbol (see “dislocation A” in Fig. 3(c)). The second mode is also dislocation emission from the interface, but from a site unrelated to the dislocation pile-up when the applied tensile stress reaches  $\sigma_d$ , indicated by the square symbol (see “dislocation B” in Fig. 3(c)). These two modes of dislocation emission are not included in the theoretical model described in Section 2.1. The third mode is crack initiation in the cementite phase at the dislocation pile-up site when the applied tensile stress reaches  $\sigma_c$ , indicated by the star symbol (see “crack A” in Fig. 3(c)), while the fourth one is crack initiation at a site unrelated to the dislocation pile-up, indicated by the triangle symbol (see “crack B” in Fig. 3(c)).

Figure 4 presents details of the first mode of dislocation emission and the third mode of crack initiation. Figure 4(a) shows the atomic structure of the interfacial dislocation, which in this case is confirmed to possess an extra half-plane on the ferrite side. Under tensile loading along the  $x$  direction, when the slip systems with two  $\{110\}$  planes shown in Fig. 2 are activated from this interfacial dislocation, it should be noted that, according to Frank’s rule<sup>25</sup>, the Burgers vector of this interfacial dislocation does not assist dislocation emission. In contrast, previous studies have demonstrated that under compressive loading this interfacial dislocation can serve as an effective site for dislocation emission<sup>7</sup>.

Figure 4(b–d) illustrates the first mode of dislocation emission observed in model\_t3n3. Red atoms are pre-colored along the  $z$ -axis before deformation, and their displacement indicates the occurrence of slip deformation. As shown in Fig. 4(b), three piled-up dislocations are observed to penetrate into the cementite phase. Subsequently, as shown in Fig. 4(c) and (d), dislocations are emitted from the ferrite/cementite interface along the extension of the dislocation pile-up (Type of “dislocation A”;  $\sigma_d'=17.8 \text{ GPa}$ ), indicating the propagation of plastic deformation across the cementite phase.

In contrast, Figs. 4(e–h) show the third mode of crack initiation observed in model\_t7n5. In Fig. 4(e), five dislocations are seen to penetrate into the cementite phase. Then, as shown in Fig. 4(f), a crack nucleates near the

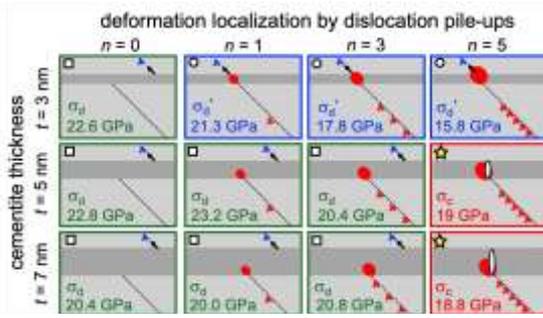


Fig. 5. Initial deformation and fracture modes, together with their corresponding critical stresses, for all models. The symbols  $\circ$ ,  $\square$ , and  $\star$  represent the “dislocation A,” “dislocation B,” and “crack A” types, respectively. The red region indicates the structural relaxation zone associated with the penetrated dislocations (see Fig. 6).

dislocation penetration site, subsequently grows across the cementite phase, and eventually propagates toward the ferrite phase, as observed in Fig. 4(h) (Type of “crack A”;  $\sigma_c=18.8$  GPa). This demonstrates that crack initiation first occurs in the brittle cementite phase due to the dislocation pile-up, and fracture of the pearlitic microstructure proceeds as the crack extends into the ferrite phase. This behavior is consistent with the theoretical description presented earlier. Generally, the ferrite phase, which exhibits ductile fracture behavior, is observed to fracture in a brittle manner with sharp crack surfaces, as shown in Fig. 4(h). It should be noted that this behavior arises from the reduced dimension in the  $y$ -direction in the present model, which limits the number of slip systems that can be activated under periodic boundary conditions to only two.

Figure 5 shows the initial deformation and fracture modes, as well as their corresponding critical stresses, for all models. These results demonstrate that a smaller cementite thickness  $t$  or a lower number of piled-up dislocations  $n$  promotes dislocation emission prior to crack initiation, whereas a larger  $t$  and higher  $n$  favor crack initiation before dislocation emission. For “dislocation A”, the critical stress  $\sigma_d$  ranges from 16 to 21 GPa and decreases with increasing  $n$ . For “dislocation B”,  $\sigma_d$  ranges from 20 to 23 GPa, and for “crack A”, the critical stress  $\sigma_c$  is approximately 19 GPa. Thus, the transition between plasticity and fracture is controlled by the cementite thickness and the dislocation pile-up number.

### 3.2. Atomistic Origins of Plasticity–Fracture Transition

To clarify the reason for the transition between plasticity and fracture, Fig. 6 shows the equivalent strain distribution near the dislocation penetration sites in model\_t3n5 (type of “dislocation A”) and model\_t7n5 (type of “crack A”). At a strain of 0.09, as shown in Figs. 6(a) and (b), the equivalent strain in the thin- $t$  model extends across the cementite phase. This strain arises not from crystal slip but from local structural transformations

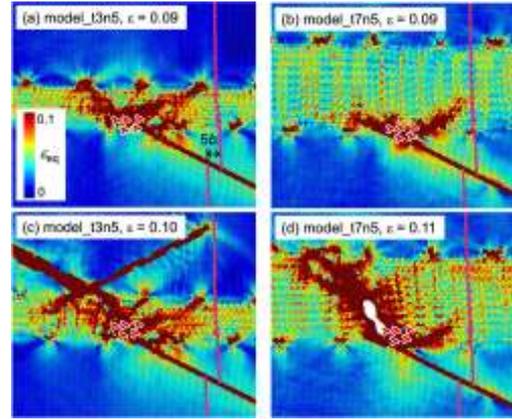


Fig. 6. Structural relaxation of incoming dislocations in the cementite phase. Atomic color represents the equivalent strain. For  $t = 3$  nm, the relaxation zone expands across the cementite, leading to dislocation emission from the interface. For  $t = 7$  nm, the relaxation zone remains confined within the cementite, leading to crack initiation ahead of the dislocation pile-up.

from the crystalline to disordered phase. In contrast, in the thick- $t$  model it is confined to the vicinity of the penetration site and does not extend to the opposite interface. Subsequently, in model\_t3n5, dislocation emission occurs from the interface through the region of high equivalent strain, while in model\_t7n5, crack initiation is observed to originate from the localized structural relaxation region in the cementite phase. These results suggest that the structural relaxation region, caused by the geometric misfit of the penetrated dislocations, expands with increasing dislocation number  $n$ , as indicated by the red regions in the schematic illustrations in Fig 5. When its extent reaches the cementite thickness  $t$ , the elastic strain energy stored in the cementite can be released, allowing plastic deformation to propagate into the neighboring ferrite. In contrast, when the relaxation region cannot span the cementite phase, the elastic strain energy in the cementite cannot be released through plastic relaxation accompanying the local structural transformation. As a result, structural damage accumulates, eventually leading to crack initiation.

In addition to the effect of structural relaxation at the dislocation core, the influence of the stress field of penetrated dislocations on dislocation emission was examined. Figure 7 shows the effect of the number of dislocations in the pile-up  $n$  on the stress required for dislocation emission from the interface. Here, the horizontal axis represents the number of piled-up dislocations  $n$ , and the vertical axis shows the change in dislocation emission stress,  $\Delta\sigma_{dis}$ , relative to that for  $n = 0$ . The solid lines represent the contribution of the shear stress field of a super-dislocation with Burgers vector  $nb$  at the penetration site, estimated by applying the Schmid factor to the stress acting on the opposite interface.

For model\_t3, where dislocation emission of the

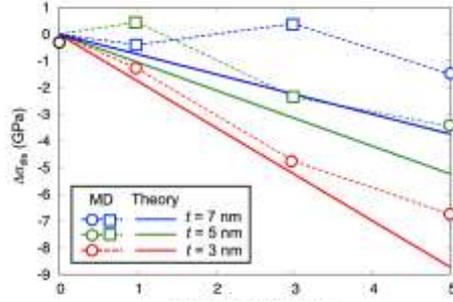


Fig. 7. Influence of cementite thickness ( $t$ ) and dislocation number ( $n$ ) on the stress for dislocation emission from the interface. The vertical axis shows  $\Delta\sigma$ , the difference from the emission stress without a dislocation pile-up.  $\circ$  and  $\square$  indicate dislocation emissions from the interface (along the pile-up extension and from unrelated region, respectively). Solid lines show the effective shear stress for emission induced by a super dislocation with  $n$  Burgers vectors, estimated from dislocation theory.

“dislocation A” type occurs prior to crack initiation, it is confirmed that the stress required for dislocation emission ( $\sigma_d'$ ) decreases with increasing  $n$ , and that the results are in good agreement with the predictions from dislocation theory. In contrast, as the cementite thickness  $t$  increases, the influence of the stress field of the super-dislocation diminishes. Under these conditions, dislocations are observed to be emitted from sites unrelated to the dislocation pile-up (“dislocation B” type;  $\square$  symbols), or, in the case of model\_t7n5, emitted only after crack initiation, indicating that the stress field of the super-dislocation no longer plays a significant role, and consequently  $\sigma_d$  exhibits only a weak dependence on  $n$  and  $t$ .

This finding highlights that the plasticity–fracture transition is governed by whether the structural relaxation region can span the cementite phase. Such atomistic insights reveal nanoscale mechanisms that are not captured by conventional continuum-based theories, providing a fundamental basis for the comparison presented in Section 3.3.

### 3.3. Continuum theory and atomistic modeling

The crack initiation phenomena observed in the atomistic simulations exhibit good qualitative correspondence with those assumed in the theoretical model. Building on this, we now assess the feasibility of quantitatively capturing the atomistic observations within a continuum framework. Such an analysis provides critical insight into the capability and limitations of continuum mechanics in resolving fracture processes at the nanoscale.

Figure 8 shows the evolution of crack length. Results of the “crack A” type are presented for model\_t5n5, where a crack initiated near the dislocation pile-up in region B (lower right of the analysis model), and for model\_t7n5, where cracks initiated in regions A (upper left) and B (lower right). In model\_t7n5, sub-

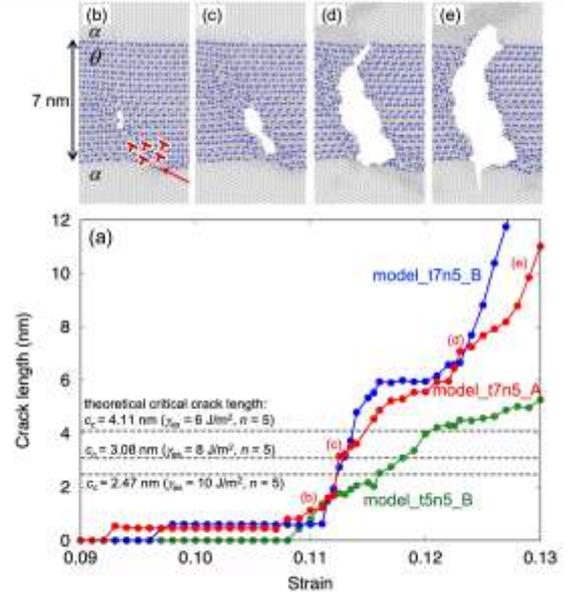


Fig. 8. Evolution of crack length with strain under tensile loading in model\_t5n5 and model\_t7n5. (b–d) Details of crack initiation and propagation in the upper-left region A of model\_t7n5. Dashed lines indicate the theoretical critical crack length estimated from Eq. (3) with different effective surface energies ( $\gamma_{es}$ ).

nanometer cracks appear after a strain of 0.09 but remain stable without growth for some time. Subsequently, at around a strain of 0.11, the three cracks of interest rapidly propagate across the cementite phase. The detailed crack propagation process in region A of model\_t7n5 is shown in Fig. 8(b–e). These results indicate that the crack length at approximately  $\varepsilon = 0.11$  corresponds to the critical crack length.

In the continuum model, the critical crack length can be estimated from Eq. (3) as a function of the number of dislocations in the pile-up  $n$  and the effective surface energy  $\gamma_{es}$ . While the surface energy of the (100) plane of cementite has been reported to be about  $2 \text{ J/m}^2$ <sup>23</sup>, Figs. 6(d) and 8(b–e) reveal that the fracture surface of cementite is not a cleavage plane but a ductile fracture surface accompanied by plastic deformation due to the local structural transformation from the crystalline to disorder phase, as evidenced by the mismatch of the opposing fracture surfaces. This suggests that plastic work  $\gamma_p$  contributes to crack formation in addition to the surface energy  $\gamma_s$ . Therefore, the effective surface energy of cementite was evaluated. Figure 9 shows the potential energy distribution around the crack in region A of model\_t7n5 at  $\varepsilon = 0.113$ , where rapid crack propagation occurs. Atoms along the crack surface exhibit high potential energy, and elevated energies are also observed in the surrounding region. These are attributed to structural changes associated with crack propagation and can be regarded as plastic work. To evaluate the effective surface energy, region S was defined. First, reference crystalline energies without defects were calculated from

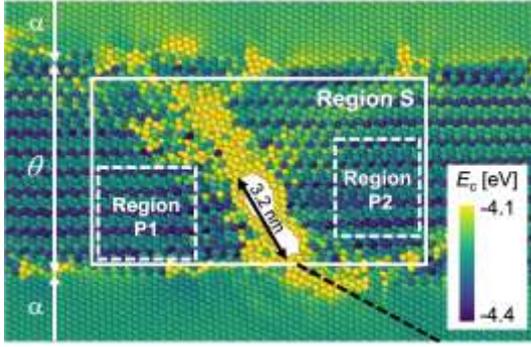


Fig. 9. Evaluation of the effective surface energy in Region A of model\_t7n5, including crack surface energy ( $\gamma_s$ ) and the plastic work from structural relaxation and shear deformation ( $\gamma_p$ ). Atoms are colored by potential energy. Carbon atoms are not displayed in this figure for clarity. The effective surface energy was calculated from the total energy in Region S, using the energies of Regions P1 and P2 as references. The estimated effective surface energy is  $9.65 \text{ J/m}^2$ .

regions P1 and P2, which are far from the crack. Next, the excess energy of region S was obtained by subtracting the reference crystalline energy of  $N$  atoms from the total energy of the  $N$  atoms in region S. Dividing this excess energy by twice the crack length yielded the effective surface energy. The estimated effective surface energy  $\gamma_{es}$  of cementite was  $9.65 \text{ J/m}^2$  for model\_t7n5\_A,  $7.46 \text{ J/m}^2$  for model\_t7n5\_B, and  $9.98 \text{ J/m}^2$  for model\_t5n5\_B, all of which are larger than the surface energy of cementite.

Based on these values, the theoretical critical crack lengths  $c_c$  (Eq. (3)) corresponding to effective surface energies of 6, 8, and  $10 \text{ J/m}^2$  are plotted as dashed lines in Fig. 8. It is confirmed that the critical crack lengths at which cracks suddenly propagate in the atomistic simulations are in good quantitative agreement with those predicted by the theoretical model.

Figure 10 shows the relationship between the theoretical critical crack length ( $c_c$ ) and applied stress ( $\sigma_c$ ), obtained using the parameters of the atomistic simulation models and various effective surface energies ( $\gamma_{es}$ ). As the effective surface energy decreases, the critical crack length increases and the stress required for crack propagation decreases for the same number of piled-up dislocations  $n$ . A similar trend is obtained when increasing the number of piled-up dislocations  $n$ ; the critical crack length becomes longer and the required stress decreases for the same effective surface energy.

Focusing on the case of  $n = 5$  and  $\gamma_{es} = 10 \text{ J/m}^2$  (yellow plot in the online version), where crack propagation was observed in the atomistic simulations, two critical crack lengths,  $c_1$  and  $c_2$ , are defined at a given stress state from Eq. (2). Here,  $c_1$  corresponds to the local energy minimum (stable state), while  $c_2$  corresponds to the local energy maximum (unstable state). With increasing stress,  $c_1$  and  $c_2$  converge, and the crack eventually reaches a state where spontaneous growth

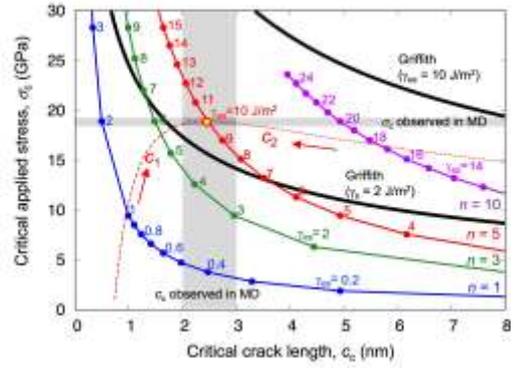


Fig. 10. Theoretical critical crack length ( $c_c$ ) and critical applied stress ( $\sigma_c$ ) evaluated from Eq. (3) using parameters from atomic simulations and various effective surface energies ( $\gamma_{es}$ ), together with the corresponding critical values of  $c_c$  and  $\sigma_c$  observed in the atomic simulations. For comparison, the Griffith predictions using the surface energy of  $2 \text{ J/m}^2$  (cementite surface energy) and the effective surface energy of  $10 \text{ J/m}^2$  (from Fig. 9) are also shown.

occurs—this is the critical crack length  $c_c$ . As shown in Fig. 8, the cracks in model\_t7n5\_A initially appear as sub-nanometer cracks, which can be interpreted as the stable crack state  $c_1$ . In the atomic simulation, the applied stress shown in Fig. 3(c) also increases monotonically up to the initiation of crack propagation in cementite. With further stress increase,  $c_1$  approaches the critical crack length  $c_c$ , and the theoretical prediction of  $c_c = 2.47 \text{ nm}$  agrees well with the crack length at which rapid propagation is observed in the atomistic simulations (Fig. 8). Moreover, the theoretically predicted critical applied stress at  $c_c$  ( $18.9 \text{ GPa}$ ) is in excellent agreement with the value obtained from the atomic simulation ( $18.8 \text{ GPa}$ ; Fig. 3(c)). In contrast, if the stress required for crack propagation at  $c_c$  is estimated using Griffith theory without considering dislocation pile-ups, the predicted critical stress for  $\gamma_{es} = 10 \text{ J/m}^2$  becomes much higher than the values observed in the atomic simulation. As shown in Eq. (5), if the surface energy  $\gamma_s = 2 \text{ J/m}^2$  of a Griffith crack is multiplied by  $2(1 + 1/\sqrt{2})$  to obtain  $\gamma_{es} = 6.8 \text{ J/m}^2$ , it can be confirmed that Petch's theory can be expressed within the same framework as Griffith's theory although the information regarding the number of piled-up dislocations is lost in this transformation.

These results demonstrate that the nanoscale crack initiation phenomena caused by dislocation pile-ups, as observed in the atomistic simulations, can be qualitatively and quantitatively represented by continuum mechanics models. This confirms the wide applicability of continuum mechanics even at the nanoscale. However, it should also be noted that atomistic simulations reveal phenomena not assumed in continuum models—for example, the interplay between the structural relaxation size of penetrated dislocations and the microstructural dimensions. Such effects, which are difficult to capture in continuum models, are responsible for unique nanoscale

mechanical behaviors.

Finally, using the critical stresses of each deformation and fracture mode obtained from the MD simulations and the theoretical analysis (Figs. 5 and 10), the transition from plasticity to fracture in the present model is discussed. First, for  $n = 0$ , no stress concentration associated with deformation localization occurs within the model; therefore, dislocations are emitted from the ferrite/cementite interface at the stress  $\sigma_d$  (20–23 GPa). For  $t = 3$  nm, as  $n$  increases, the stress concentration caused by the piled-up dislocations that have penetrated into the cementite phase becomes stronger. As a result, dislocation emission from the interface becomes possible at a stress  $\sigma_d'$  lower than  $\sigma_d$ , leading to the propagation of plastic deformation. In this case, the crack initiation stress  $\sigma_c$  ( $\gamma_{cs}=10$  J/m<sup>2</sup>) predicted by the theory shown in Fig. 10 is sufficiently higher than  $\sigma_d'$ , indicating that dislocation emission precedes crack formation. As  $t$  increases, the effect of stress concentration caused by the penetrated dislocations diminishes; consequently,  $\sigma_d'$  approaches  $\sigma_d$  (20–23 GPa), and dislocation emission occurs from locations at the interface different from the front of the dislocation pile-up. However, as shown in Fig. 10,  $\sigma_c$  decreases with increasing  $n$ . Therefore, when  $\sigma_d > \sigma_c$ , a crack forms before plasticity propagation occurs, and fracture takes place. These results demonstrate that the plasticity–fracture transition in the pearlitic microstructure is governed by the interplay among the interfacial dislocation emission stress  $\sigma_d$  and the two  $n$ - and  $t$ -dependent stresses, namely the deformation-localization-induced dislocation emission stress  $\sigma_d'$  and the crack initiation stress  $\sigma_c$ .

#### 4. Conclusions

Atomistic simulations were conducted to clarify the plasticity–fracture transition in pearlitic microstructures with varying cementite thicknesses and numbers of piled-up dislocations. The main conclusions are as follows:

1. Dislocation emission or crack initiation occurs depending on cementite thickness  $t$  and pile-up number  $n$ : thin cementite layers or small  $n$  favor dislocation emission, while thick cementite layers and large  $n$  promote crack initiation.
2. The transition mechanism is governed by whether the structural relaxation region of penetrated dislocations can span the cementite phase.
3. The effective surface energy, including plastic work contributions, was estimated to be 7–10 J/m<sup>2</sup>, significantly higher than the surface energy of cementite, and this value allowed quantitative agreement between atomistic simulations and continuum predictions of critical crack length.
4. Continuum mechanics can reproduce the overall behavior of crack initiation driven by dislocation pile-ups, but atomistic simulations reveal nanoscale mechanisms—such as structural relaxation–microstructure interplay—that are

not captured by continuum models.

5. The plasticity–fracture transition in the pearlitic microstructure is controlled by the interfacial dislocation emission stress together with two stresses that depend on the cementite thickness and the deformation localization by dislocation pile-ups: the deformation-localization-induced dislocation emission stress and the crack initiation stress.

These results demonstrate the complementary roles of atomistic simulations and continuum mechanics in understanding nanoscale fracture, providing fundamental insights into the plasticity–fracture transition in pearlitic steels.

#### REFERENCES

- 1) J.D. Embury and R.M. Fisher: *Acta Metall.*, **14** (1966), 147.
- 2) G. Langford: *Metall. Trans. A*, **8** (1977), 861.
- 3) M. Tanaka, Y. Yoshimi, K. Higashida, T. Shimokawa and T. Ohashi: *Mater. Sci. Eng., A*, **590** (2014), 37.
- 4) T. Ohashi, L. Roslan, K. Takahashi, T. Shimokawa, M. Tanaka and K. Higashida: *Mater. Sci. Eng., A*, **588** (2013), 214.
- 5) Y. Yasuda, T. Ohashi, T. Shimokawa and T. Niiyama: *Mater. Sci. Technol.* **34** (2018), 772.
- 6) M. Guziewski, S. P. Coleman and C. R. Weinberger: *Acta Mater.*, **144** (2018), 656.
- 7) T. Shimokawa, T. Niiyama, M. Okabe and J. Sawakoshi: *Acta Mater.*, **164** (2019), 602.
- 8) M. Guziewski, S. P. Coleman and C. R. Weinberger: *Acta Mater.*, **180** (2019), 287.
- 9) L. W. Liang, Y. J. Wang, Y. Chen, H. Y. Wang and L. H. Dai: *Acta Mater.*, **186** (2020), 267.
- 10) Y. Wang, Y. Tomota, T. Ohmura, W. Gong, S. Harjo and M. Tanaka: *Acta Mater.*, **196** (2020), 565.
- 11) T. Shimokawa, T. Oto and T. Niiyama: *ISIJ Inter.*, **62** (2022), 343.
- 12) N. J. Petch: *Acta Metall.*, **34** (1986), 1387. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(86\)90026-X](https://doi.org/10.1016/0001-6160(86)90026-X)
- 13) A. A. Griffith: *Philos. Trans. R. Soc. London A*, **221** (1921), 163. <https://doi.org/10.1098/rsta.1921.0006>
- 14) Y. A. Bagaryatskii, G. Nosova and T. Tagunova: *Dokl. Akad. Nauk SSSR*, **105** (1955), 1225.
- 15) M. Parrinello and A. Rahman: *Phys. Rev. Lett.*, **45** (1980), 1196.
- 16) S. Nosé: *J. Chem. Phys.*, **81** (1984), 511.
- 17) W. G. Hoover: *Phys. Rev. A*, **31** (1985), 1695.
- 18) S. Plimpton: *J. Comput. Phys.*, **117** (1995), 1.
- 19) J. D. Honeycutt and H. C. Andersen: *J. Phys. Chem.*, **91** (1987), 4950.
- 20) M. L. Falk and J. S. Langer: *Phys. Rev. E*, **57** (1998), 7192.
- 21) F. Shimizu, S. Ogata and J. Li: *Mater. Trans.*, **48** (2007), 2923.
- 22) A. Stukowski: *Model. Simulat. Mater. Sci. Eng.*, **18** (2010), 015012.
- 23) L. S. I. Liyanage, S.-G. Kim, J. Houze, S. Kim, M. A. Tschopp, M. I. Baskes and M. F. Horstemeyer: *Phys. Rev. B*, **89** (2014), 094102.
- 24) W. Voigt: *Lehrbuch der Kristallphysik*, Teubner, Leipzig (1928).
- 25) D. Hull and D. J. Bacon: *Introduction to Dislocation*, 5<sup>th</sup> edn., Pergamon Press, Oxford, 2011.

# Surface and internal crack growth during tensile loading in Ni-free high-nitrogen austenitic steel

小山元道<sup>a)</sup>、ワン ヨンシン<sup>a)</sup>、バラナシスリニヴァス ラマ<sup>a)</sup>、増村拓朗<sup>b)</sup>、土山聡宏<sup>b)</sup>

a) 東北大学 金属材料研究所

b) 九州大学大学院 工学研究院材料工学部門

## 1. Introduction

In general, austenitic steels exhibit a high work hardening rate and are associated with superior uniform elongation and tensile strength compared to ferritic and martensitic steels<sup>1, 2)</sup>. Recently, many austenitic steels with elongation of 50% or more and tensile strength of around 1 GPa have been reported by utilizing transformation-induced plasticity<sup>3, 4)</sup>, twinning-induced plasticity<sup>5, 6)</sup>, micro-banding<sup>7)</sup>, and planar dislocation slip<sup>8, 9)</sup>. On the other hand, yield strength is generally low compared to other steel grades and is recognized as one of the most important issues for austenitic steels. In addition to this, Ni allergy is an issue for typical austenitic Fe-Cr-Ni alloys<sup>10)</sup>, and low corrosion resistance is a problem for high Mn steels<sup>11, 12)</sup>. One way to overcome these issues is to utilize nitrogen.

Nitrogen, when present in solid solution in austenitic steels, exhibits significant solid solution strengthening and can provide yield strengths in excess of 600 MPa<sup>13)</sup>. Nitrogen also contributes to improved corrosion resistance<sup>14, 15)</sup> and is a strong austenite stabilizing element that can realize nickel-free austenitic steel<sup>9, 16)</sup>. In other words, the use of nitrogen in austenitic steels can solve the conventional problems of yield strength, corrosion resistance and Ni allergy<sup>17)</sup>.

A further advantage of high nitrogen austenitic steels is that they have excellent work hardening capacity due to enhanced planar dislocation slip<sup>18)</sup> and associated Lomer-Cottrell sessile dislocation formation<sup>19)</sup>. However, when the increased dislocation pile-up stress derived from planar dislocation slip contributes to work hardening, the inextricably linked phenomenon is an evolution of local stress on grain boundaries where planar dislocation arrays impinge<sup>20, 21)</sup>. This results in intergranular fracture in high nitrogen austenitic steels under uniaxial tensile loading at room temperature<sup>20, 22)</sup>, which is unusual for a face-centered cubic alloy. Hence, towards an effective use of nitrogen in alloy design, understanding the factors and behavior of the intergranular fracture is crucial.

To elucidate the intergranular fracture behavior, this study aims to characterize crack growth along grain boundaries in a high-nitrogen austenitic steel. Specifically, after confirming the planar dislocation slip, we performed in situ observations of surface crack growth and

subsequent three-dimensional tomographic characterization of the observed crack. While X-ray computed tomography is a non-destructive three-dimensional imaging technique capable of analyzing large volumes, sub-micron resolution (up to 10 nm) can only be achieved by focused ion beam (FIB) tomography<sup>23, 24)</sup>. Therefore, in the current work, we couple the backscattered electron (BSE) and electron backscatter diffraction (EBSD) observations on the surface with three-dimensional FIB tomographic reconstruction of the crack to elucidate the importance of internal crack growth in the intergranular fracture.

## 2. Experimental procedure

### 2.1 Sample preparation

In this study, we used an Fe-25.02Cr-0.012C-0.16Si-0.15Mn-0.027P-0.0032S-0.0048O alloy (in wt.%) that was produced by vacuum induction melting<sup>20)</sup>. A small amount of phosphorus is included in this sample, which would assist grain boundary decohesion, although such low concentration phosphorus has not been reported to show intergranular fracture in general austenitic stainless steels as long as no second phase forms. A 1.5 mm thick plate was cut by electrical discharge machining (EDM) from a round bar with a diameter of 50 mm and a length of 50 mm, and water quenched after solid solution nitrogen absorption treatment at 1473 K. As shown in Fig. 1, the equilibrium nitrogen content of 1.1 wt.% in this chemical composition<sup>9)</sup> was reached after nitrogen absorption treatment for 16 hours; hence, the treatment time in the present study was 16 hours. The nitrogen content was measured by weight change and nitrogen analyzer. As shown in Fig. 2(a), grains tend to be small near the surface, with an average grain size of approximately 120  $\mu\text{m}$ , while the average grain size is 150  $\mu\text{m}$  when 250  $\mu\text{m}$  is removed from both surfaces. The as-nitrided specimen did not show any significant texture evolution as shown in Fig. 2(b, c). In addition, no signs of pores were observed on the as-nitrided microstructure and grain boundary fracture surfaces shown later. Tensile test specimens were cut from the plate by EDM.

Mechanical properties of the as-EDMed specimen were evaluated by tensile testing at an initial strain rate of  $1.1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . The width, length, and thickness of the

specimen gauge were 3 mm, 6 mm, and 1 mm, respectively. For microscopic characterizations, to ensure uniform grain shape, the specimens were ground equally from both sides to a thickness of 1 mm and then mechanically polished for in situ observation under tensile load. The width, length and final thickness of the gauge sections of the in situ specimens were 2 mm, 10 mm, and 0.7 mm, respectively.

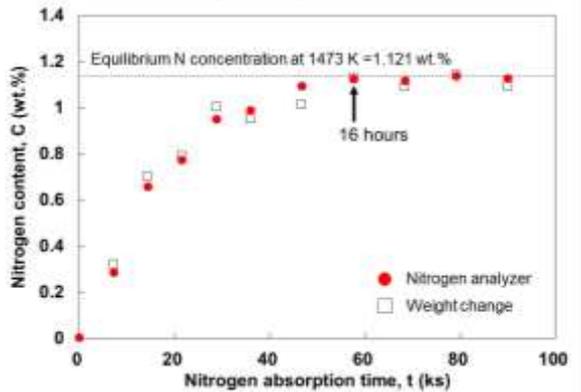


Fig. 1 Introduced nitrogen content plotted against nitrogen absorption time. The equilibrium nitrogen concentration was presented in a previous study.<sup>9)</sup>

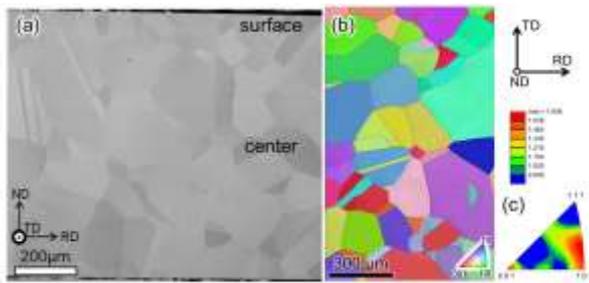


Fig. 2 Microstructure of the as-nitriding-treatment specimen. (a) BSE image seen from the TD direction. (b) RD-IPF map and (c) the corresponding orientation distribution taken by an EBSD measurement with a step size of  $0.8 \mu\text{m}$ . RD, ND, and TD in (a) indicate reference ( $\parallel$  tensile axis), normal, and transverse directions, respectively.

## 2.2 Microstructure characterization

Microstructures, microcracks, and fracture surface were observed by scanning electron microscopy (SEM). In situ SEM observations were performed using a miniature tensile machine with a BSE mode at an acceleration voltage of 30 kV, enabling visualization of dislocation motion under loading<sup>25)</sup>. In this observation, grains appearing as dark contrast, which is close to the channeling condition, were noted to visualize dislocations. Cracks and their surrounding microstructure were characterized by EBSD measurements and three-dimensional observations using a serial sectioning method. The EBSD measurements were conducted on a mechanically polished surface at an acceleration voltage of 20 kV with a beam step size of 35, 50, or 800 nm.

The FIB milling in Figs. 9 and 10 was carried

out in a dual beam FEI Helios NanoLab 600i gallium FIB-SEM. For the three-dimensional visualization of the crack, site-specific serial sectioning was performed in a TESCAN AMBER X xenon plasma-FIB-SEM. The serial sectioning was performed at a working distance of 5.9 mm, a tilt angle of  $60^\circ$  (coincidence angle is  $55^\circ$ ), and at a voltage and current of 15 kV and 4 nA, respectively. The SEM images (step size of 100 nm) were subsequently reconstructed using Avizo software, and the necessary tilt correction was performed.

## 3. Results and discussion

### 3.1 Tensile behavior, microstructure evolution, and fractographic features

Figure 3 shows a nominal stress-strain curve of the nitrided specimen. The specimen showed work hardening but early fracture with an elongation of approximately 10%. In the BSE image of Fig. 4(b) taken under tensile loading, the surface orientation of the lower grain was optimized to electron channeling condition, and therefore, the grain was imaged as dark contrast<sup>26, 27)</sup>. Because an elastic strain field of dislocations distorts the lattice, the region at and around dislocations appeared as bright contrast<sup>28, 29)</sup>. That is, the white lines in the grain indicate dislocations, i.e., electron channeling contrast imaging (ECCI) of dislocations. In this context, we observed distinct planar dislocation arrays. In the in situ ECCI experiment, we observed that increasing applied stress decreased the dislocation spacing without cross slip in the region highlighted by broken green lines (Fig. 4(c-f)), which increases dislocation-pile-up stress. The dislocation pile-up stress acts as a significant source of locally high stress at grain boundaries<sup>20, 21)</sup>, which can result in intergranular fracture even at ambient temperature in air<sup>20)</sup>. Correspondingly, an intergranular fracture was observed as the primary fracture mode in the present high-nitrogen austenitic steel, as shown in Fig. 5.

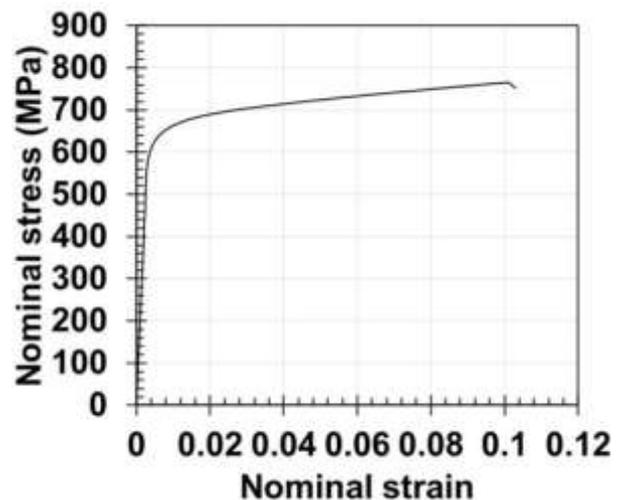


Fig. 3 Nominal stress-strain curve of the high-

nitrogen steel.

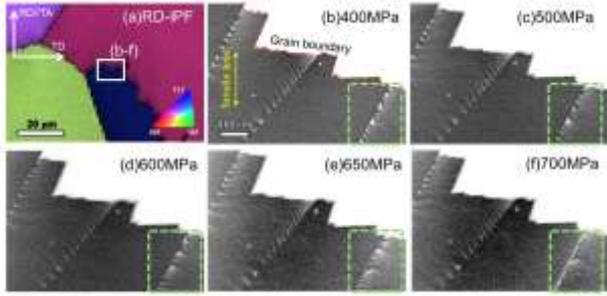


Fig. 4 (a) RD-IPF map of the region where the following in situ BSE imaging was performed. Dislocation microstructure under tensile loading at (b) 400, (c) 500, (d) 600, (e) 650, and (f) 700 MPa. The red broken line in (a) indicates grain boundary with a misorientation angle of 60.0°. These images were taken from a different specimen from that in Fig. 3.

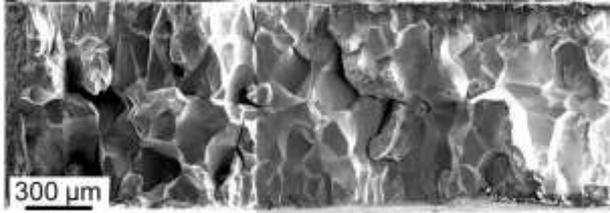


Fig. 5 Fractographic feature of the specimen tested in Fig. 3.

### 3.2 In situ observation of crack growth

To characterize the behavior of the intergranular fracture, the crack growth from a pre-existing edge crack was observed by in situ tensile testing coupled with SEM observations, as shown in Fig. 6. Because the crack was observed at the side surface and before loading (Fig. 6(a<sub>1</sub>)), it was formed during machining process using EDM. In this study, the pre-existing crack was intentionally used to characterize crack growth by in situ observations. The pre-existing crack did not propagate until the tensile stress of 600 MPa (onset of macroscopic yielding), and a slip line appeared on  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  (Fig. 6(a<sub>2</sub>)). Upon increasing the stress to 700 MPa, the crack suddenly propagated along a grain boundary and stopped with an intense slip deformation at the crack tip (Fig. 6(a<sub>3</sub>)). In this loading stage, multiple slip lines on different  $\{111\}$  planes were observed. We here note the upper grain where crystallographic planes of the slip lines were identified in Fig. 6(a<sub>3</sub>). Schmid factors corresponding to the upper grain are listed in Table 1. The slip direction with highest Schmid factor was  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}01]$ . This result matches the result that the most frequently observed slip lines were along the  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  trace. From the perspective of Schmid factor, the observed slip lines along  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  and  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  arose from  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}01]$  and  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}10]$  slips, respectively. Further loading to 710 MPa did not cause crack propagation but resulted in crack opening with the evolution of slip bands (Fig. 6(a<sub>4</sub>)). Because the Schmid factors of slip directions on  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  were

significantly lower than that for the primary slip, the intense evolution of slip bands around the crack tip resulted from the crack tip deformation. It is noteworthy that we can here observe two types of slip lines along  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  in terms of SEM image contrast in Fig. 6(a<sub>3</sub>) and (a<sub>4</sub>): the one with dark contrast and the other with bright contrast. Slip lines with dark contrast were observed anywhere even ahead of the crack tip. This observation indicates that the slip lines with dark contrast correspond to slip with the highest Schmid factor ( $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}10]$ ). In contrast, slip lines with bright contrast were observed only at locations where the crack deflection or crack tip blunting occurred. The preferential slip at a crack tip stress field can be discussed with slip factor<sup>30-32</sup>. Slip factor is calculated with the following equation.

$$\xi = \cos \frac{\theta}{2} \sin \frac{\theta}{2} \left\{ 2 \sin \theta \cos \theta \sin \frac{3\theta}{2} + \cos \frac{3\theta}{2} (\cos^2 \theta - \sin^2 \theta) \right\} \cos \varphi \quad (1)$$

where  $\theta$  is the angle between the crack propagation direction and the slip line on the specimen surface, and  $\varphi$  is the angle between slip line and slip direction on the slip plane. The maximum slip factor was obtained to be 0.37 for  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}10]$ , which indicates that the slip lines with bright contrast correspond to  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}10]$  slip associated with crack tip deformation. After unloading from 710 MPa and mechanical polishing (Fig. 6(b)), the grain boundary that acted as the crack propagation path was confirmed to be a high-angle grain boundary (Fig. 6(c)). Figures 6(d) and (e) show geometrically necessary dislocation (GND) density and grain reference orientation deviation (GROD) maps behind the crack tip. The former was obtained from Kernal average misorientation<sup>33) 34)</sup>, and the latter was calculated as a difference in angle between an average orientation of each grain and an orientation of each data point<sup>34)</sup>. Both the GND density and GROD have been reported to correlate with plastic strain<sup>34-36)</sup>. Interestingly, neither of the parameters showed a significant gradient from the crack surface to the grain interior. These observations indicate three possibilities:

1. Significant plastic strain did not evolve during crack propagation.
2. Dislocations introduced by plastic deformation were emitted to the ND surface.
3. Dislocations were emitted to the crack surface after the intergranular crack propagation.

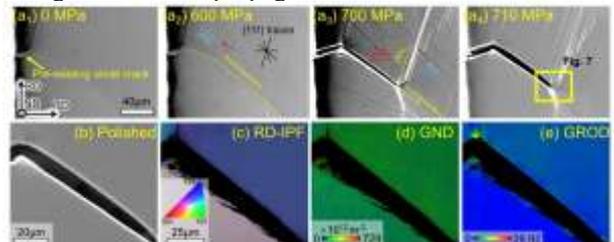


Fig. 6 (a) Secondary electron (SE) images obtained under tensile stresses of (a<sub>1</sub>) 0, (a<sub>2</sub>) 600, (a<sub>3</sub>) 700, (a<sub>4</sub>) 710 MPa. (b) SE image, (c) RD-IPF map, (d) GND map, and (e) GROD map obtained after unloading and mechanical polishing. The dashed yellow lines in (a<sub>2</sub> and a<sub>3</sub>) indicate the grain boundary position with a

misorientation angle of  $37.2^\circ$ . The red arrow in (a2) indicates a slip line on  $(\bar{1} 1 \bar{1})$ . The GND density map was calculated from Kernel average misorientation using software (OIM Analysis). In (c, d, e), only the data with confidence index  $> 0.1$  are displayed. The beam step size was 35 nm.

Table 1. Schmid factors for the possible slip systems of  $\{111\}\langle 110\rangle$  for the upper grain in Fig. 6(c). The ND and RD orientations used for this analysis were  $[16 4 23]$  and  $[7 \bar{5} \bar{4}]$ , respectively.

Slip plane	Slip direction	Schmid factor
$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$	$[011]$	0.24
$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$	$[\bar{1}0\bar{1}]$	0.08
$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$	$[\bar{1}\bar{1}0]$	0.33
$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$	$[011]$	0.33
$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$	$[\bar{1}0\bar{1}]$	0.40
$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$	$[110]$	0.07
$(111)$	$[01\bar{1}]$	0.01
$(111)$	$[\bar{1}0\bar{1}]$	0.10
$(111)$	$[\bar{1}\bar{1}0]$	0.11
$(1\bar{1}\bar{1})$	$[0\bar{1}\bar{1}]$	0.07
$(1\bar{1}\bar{1})$	$[10\bar{1}]$	0.22
$(1\bar{1}\bar{1})$	$[\bar{1}\bar{1}0]$	0.15

To discuss the three possibilities, we note the dislocation pile-up behavior shown in Fig. 4, wherein significant piling-up dislocations were observed even when a crack was not introduced. Because the piling-up dislocations are typical geometrically necessary dislocations, the absence of a gradient of GND density near the crack cannot be interpreted by simple brittle crack growth. Furthermore, we observe a local GROD gradient at the triple junction (Fig. 6(e)), which does not appear in the as-annealed condition, confirming the presence of dislocation-slip-related lattice distortion. The trace of dislocation slip indicates evolution of local plastic strain. Thus, the first case, i.e., no plastic strain evolution, cannot be a sufficient explanation. When the second case is the reason, intense slip bands must be observed on the specimen surface. However, except for the pre-existing crack tip region and the tentatively arrested crack tip region, slip bands near the crack surface were unclear compared to those in the grain interior (Figs. 6(a<sub>3</sub> and a<sub>4</sub>)), which indicates that the second case can be ruled out.

To discuss the third case, we here consider an in-surface plane slip, of which its Burgers vector is on the surface plane, and which therefore does not cause dislocation emission to the ND surface. Assuming the in-surface-plane planar slip and subsequent dislocation pile-up before the crack propagation, a possible explanation for the lack of significant gradients of GND density and GROD can be made by dislocation emission to the crack surface. It has been discussed that dislocation pile-up at grain boundaries causes intergranular cracking and crack growth due to stress concentration. To effectively evolve the dislocation-driven stress at grain boundaries near the

ND surface, in-surface-plane dislocation motion is required. Otherwise, stress is released by dislocation emission to the ND surface. When cracking occurs at a grain boundary where dislocations impinge, the dislocation-driven concentrated stress is released. During the stress release process under loading, dislocations with a planar morphology can be emitted to the crack surface, although some dislocations would remain due to the pinning effect of nitrogen. As a result, the local orientation gradient (elastic distortion) near the crack can be reduced, which results in no significant gradient of GND density and GROD. This discussion implies that in-surface-plane slip near a crack tip is important in surface crack growth of high-nitrogen austenitic steels.

In contrast, when the crack stopped, intense slip bands were observed at the crack tip (Fig. 6(a<sub>3</sub>)), which indicates the occurrence of distinct out-of-ND-plane slip. The site at which the crack stopped was not a grain boundary triple junction, and no second phase exists in this steel. Therefore, the sudden change in the slip behavior on the surface cannot be understood from the results of surface observations. In section 3.4, a three-dimensional shape of the crack is analyzed in detail.

### 3.3 Surface relief: implications on crack propagation

Figure 7(a) shows a magnified SE image of the crack tip region after unloading from 710 MPa. It is clearly seen that only the crack tip region shows intense slip bands. It is noteworthy that the slip bands show a zigzag morphology. Because the intense slip occurred at 700 MPa (Fig. 6(a<sub>3</sub>)), and cross slip did not occur at 700 MPa as seen in Fig. 4(f), the zigzag morphology indicates the occurrence of multiple slips on different  $\{111\}$  slip planes. Based on the higher magnification micrograph (Fig. 7(b)), the terraces of surface relief on slip-plane-2 are smooth (no relief on the terraces). In addition, slip lines on slip-plane-1 are discontinuous when they intersect with slip lines on slip-plane-2. These features indicate that slip on plane-1 first occurred as a predominant crack tip plasticity mechanism, and subsequently, slip on plane-2 occurred. Furthermore, because the slip bands evolved with crack opening, as shown in Fig. 6(a<sub>4</sub>), one of the slip lines on slip-planes-1 and -2 can be attributed to crack tip opening at the surface. As discussed in section 3.2, no cause of crack non-propagation was found on the surface. Thus, the crack non-propagation resulted from a phenomenon associated with the specimen interior. In this context, plane-1 slip which initially occurred as a dominant crack tip plasticity can be understood to stem from deformation in the specimen interior. It subsequently activates slip on plane-2, resulting in surface crack tip blunting. In this consideration, the slip on plane-1 is the precursor phenomenon triggering crack tip opening and blunting at the surface.

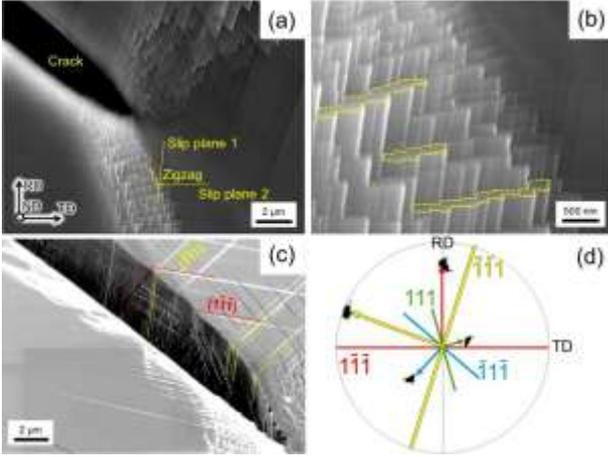


Fig. 7 (a) SE image of the crack tip with intense zigzag slip bands. (b) Magnification of (a). The regions highlighted by dashed yellow lines are examples of terrace of the surface reliefs along the slip plane 2. (c) SE image taken at an acceleration voltage of 5 kV with a tilt angle of 52 degrees. (d)  $\{111\}$  pole figure of the upper grain along the intergranular crack. Because there are orientation gradient and surface distortion near the crack surface particularly before the mechanical polishing, the slip lines in (a) show a deviation of  $2^\circ$  to  $4^\circ$  from the traces shown in the pole figure.

Intense relief was also observed on the crack surface near the crack tip, as shown in Fig. 7(c). The surface reliefs on the fracture surface can result from dislocation motion during crack opening or after the crack propagation. Specifically, plausible phenomena causing reliefs on the fracture surface in the present condition are slip associated with crack tip blunting and dislocation emission to the surface after local stress release in the crack wake. It is noteworthy that some surface reliefs indicated by red and yellow lines continued from the fracture surface to the ND surface. The reliefs on the ND surface already formed at 700 MPa, as shown in Fig. 6(a<sub>3</sub>), indicating that the surface reliefs indicated by red and yellow lines formed during loading. The stress release in the crack wake under loading can cause only a limited amount of reverse dislocation motion and subsequent dislocation emission to the crack surface, which thereby can result in only atomistic scale reliefs, unlike well-known fatigue striation patterns. Therefore, the intense reliefs along the red and yellow lines are considered to stem from the other phenomenon, i.e., crack tip blunting. The spacing of the crack-blunting-induced slip lines is 1-2  $\mu\text{m}$ , indicating that the surface crack propagation progressed through repetition of brittle cracking and crack tip blunting in a micrometer scale. Considering the effect of stress concentration by planar dislocation slip, it is plausible that brittle cracking occurs at a grain boundary where dislocations impinge and crack tip blunting occurs after coalescence, as schematically shown in Fig. 8.  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  plane where the primary slip occurs is nearly parallel to

the crack surface, as seen in a pole figure (Fig. 7(d)). Therefore, dislocations on  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  cannot act as the pile-up dislocation in the schematic illustration of Fig. 8. However, we here note that two types of slip on  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  with different shear direction were observed:  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}0]$  and  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[1\bar{1}0]$  slips. As discussed in section 3.2,  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[1\bar{1}0]$  slip resulted in crack tip blunting. On the other hand,  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}0]$  slip, which is the totally inverse direction to  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[1\bar{1}0]$ , occurred ahead of the crack tip. This result indicates that dislocation motion with the  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}0]$  slip can play a role causing the dislocation pile-up at the grain boundary. Similar micro-crack formation associated with local plastic deformation has been discussed for intergranular cracks interacting with planar slip<sup>37, 38</sup>, deformation twins<sup>39</sup>, and  $\epsilon$ -martensite<sup>40, 41</sup>. More specifically, according to dislocation pile-up theory, tensile circumferential stress at and ahead of the tip of the planar edge dislocation array  $\sigma_{\theta\theta}$  can be described as follows<sup>37, 42, 43</sup>.

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{1}{2}(\sigma_{xx} + \sigma_{yy}) - \frac{1}{2}(\sigma_{xx} - \sigma_{yy})\cos 2\theta_x - \tau_{xy}\sin 2\theta_x \quad (2)$$

where the x and y axes correspond to the dislocation motion direction and the normal direction of the slip plane, respectively.  $\sigma_{xx}$  and  $\sigma_{yy}$  indicate tensile stress along x and y axes,  $\tau_{xy}$  applied shear stress, and  $\theta_x$  is the angle between the x axis and arbitrary direction on the x-y plane. In this equation, the first dislocation at the planar dislocation array is assumed to be immobile, which can be achieved by presence of an obstacle such as grain boundary. In addition, only a single slip is assumed to be activated by the shear stress without slip transfer and cross slip. Eq. (2) for an edge dislocation array can be approximated as follows.

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{3}{2}\sqrt{\frac{L}{r}}\tau_{xy}\sin\theta_x\cos\left(\frac{\theta_x}{2}\right) \quad (3)$$

where  $L$  is dislocation pile-up length, and  $r$  distance from the first dislocation. Based on Eq. (3), the maximum shear stress is obtained when  $\theta_x = 70.5^\circ$ . Figure 9(a) schematically shows the relationship between the model and the present observation results in Figs. 6 and 7. The angle between slip plane  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  and grain boundary on the specimen surface was measured to be  $71^\circ$ , which is nearly the same angle at which the  $\sigma_{\theta\theta}$  becomes the maximum (Here, an interaction between the main crack and newly formed crack is ignored). Therefore, the local stress in the stress field observed in Figs. 6 and 7 can induce crack initiation on the grain boundary. In the present model, as Stroh pointed out<sup>42</sup>, a part of the pile-up dislocations would be emitted onto the crack surface, which causes crack opening and compressive stress. More specifically, assuming that  $n$  dislocations are emitted onto the crack surface, the maximum crack tip opening displacement due to the wedge effect in the geometry of Fig. 9(b) is  $nbs\sin\theta_x$  (b: Burgers vector of the pile-up dislocations) at position O, and compressive stress field forms in between A and O. The compressive stress field and associated crack closure effect evidently reduces the local tensile stress ahead of

the main crack tip, and thus, a further load increment is required for the main crack propagation toward crack coalescence. Therefore, the crack coalescence and subsequent dislocation emission onto the crack surface may be an additional factor enabling stable crack propagation in the present steel. When the stress at the main crack tip overcomes the compressive stress field by increasing remote load (in other words, the crack tip opening displacement at O starts to increase), the crack-crack interaction on the identical plane results in synergistic stress concentration, accelerating the crack coalescence and further propagation. After the crack coalescence, the crack tip B has a higher stress before the crack coalescence, and thus, the crack easily propagates until it meets a next planar dislocation array or other obstacles.

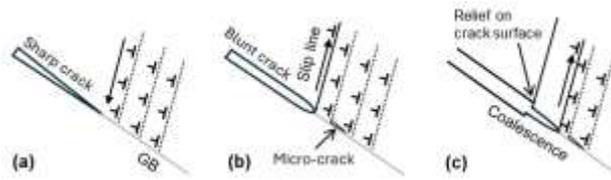


Fig. 8 Schematic illustrations of planar-slip-induced intergranular cracking. (a) Assumed intergranular sharp crack with planar dislocation arrays. GB: Grain boundary. (b) Crack blunting and micro-crack formation at the grain boundary where a planar dislocation array impinges. (c) Crack coalescence results in a relief on the crack surface. For the sake of simplicity, dislocations in the lower grain were not drawn in these schematics. Here, each dislocation symbol indicates giant dislocation, which is a group of numerous dislocations.

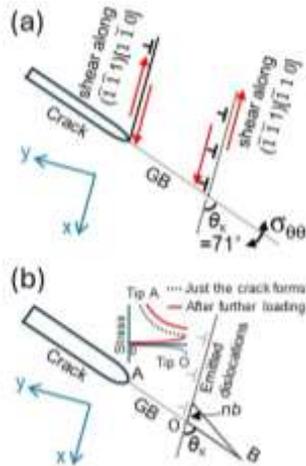


Fig. 9 Schematic illustrations for (a) the relationship between the model and the present observation results in Figs. 6 and 7 and (b) the geometry of the slip-induced crack. The inset in (b) indicates an assumed stress distribution between the two cracks before and after further loading.

Additionally, note the following two characteristics: (1) the reliefs on the crack surface along red and yellow lines disappeared at deeper positions, and (2) fractographic line patterns highly inclined or nearly

perpendicular to the ND also exist, as indicated by white dashed lines in Fig. 7(c). The first observation result indicates that the crack tip blunting involving the slip lines along red and yellow lines occurred only near the ND surface. The second observation result implies that crack tip blunting occurred during crack growth from the specimen interior to the surface, although the root of the surface and internal cracks may have been identical. Based on these considerations, prior to the surface crack propagation, crack growth from the specimen interior to the ND surface occurred, which involved crack tip blunting. When the internal crack tip blunting and subsequent surface crack tip blunting are remarkable, we can observe the crack non-propagation at the surface. To validate this hypothesis, we next characterize the defect structure ahead of the surface crack tip.

### 3.4 Three-dimensional characterization of intergranular cracks

The region surrounding the crack tip was milled by FIB, as shown in Fig. 10. An internal crack, which did not reach the surface, was observed. The position of the internal crack was located ahead of the surface crack tip, as can be seen in Fig. 11. These observations indicate that internal crack growth preferentially occurred prior to the surface crack growth, supporting the hypothesis that internal crack growth and blunting affected the surface crack growth behavior. Moreover, a small crack was present ahead of the internal crack tip. As understood from a sequential movie (former portion of the supporting information), the small crack is not connected to the main internal crack, even on the far side. Assuming a homogeneous elastic body, there is no reason for the initiation of the discontinuous small crack. However, as seen in Fig. 4, the planar dislocation slip results in heterogeneous stress distribution, particularly at the grain boundary where dislocations impinge. Because the crack growing from the specimen interior to its surface showed crack tip blunting significantly, as shown in Fig. 10, the effect of planar slip on stress concentration at grain boundaries would be particularly high at the internal crack tip. The dislocation-driven stress plausibly acts as a driving force causing the discontinuous small crack, which further accelerates the intergranular crack growth until failure.

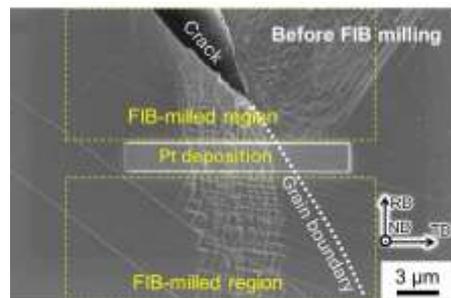


Fig. 10 SE image before FIB milling around the same crack shown in Fig. 7.

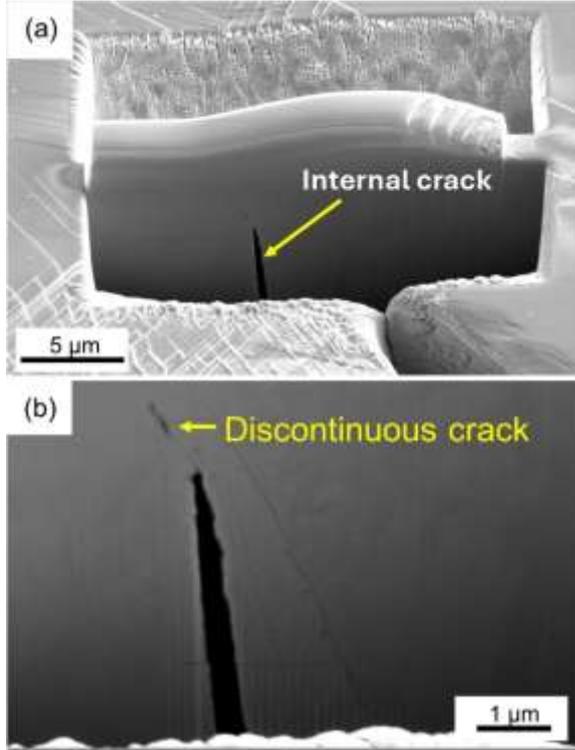


Fig. 11 (a) SE image showing a portion of the observed crack within the specimen, and (b) its magnification that shows a discontinuous crack. The sample is tilted to 52 degrees.

To better understand the three-dimensional shape of an intergranular crack, another crack shown in Fig. 12(a) was analyzed through a serial sectioning method using a plasma FIB, allowing for the sectioning of a larger volume. Similar to the crack shown in Fig. 6, the crack formed at the specimen edge during the EDM process and propagated from left to right during loading to 710 MPa. Significant planar dislocation pile-ups, which impinge the grain boundary acting as a crack growth path, were observed on the upper grain in the BSE image shown in Fig. 12(b). After confirming the positional relationship among the surface crack, grain boundaries, and  $\{111\}$  slip planes using EBSD data shown in Fig. 12(c, d), the region surrounding the crack tip highlighted by red in Fig. 13(a) was removed by rapid FIB milling. Then, the fine FIB milling for serial sectioning was conducted along the direction indicated by the yellow arrow. During the serial sectioning, we could identify two important morphological characteristics of the crack. First, the crack was discontinuous, as shown in Fig. 13(b), although the root of the cracks may have been identical. Second, the upper crack in Fig. 13(b) was deflected in the specimen interior. The deflected part was observed to be branched, and a major portion of the crack branches were parallel with each other (Fig. 13(c)).

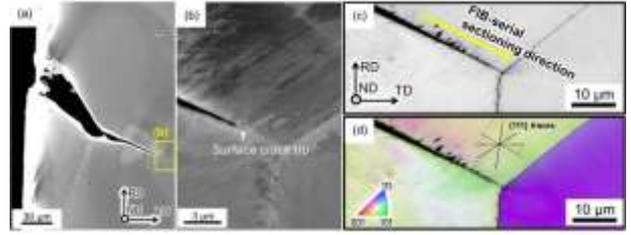


Fig. 12 (a) SE and (b) high-magnification BSE images showing another crack obtained after loading to 710 MPa and subsequent slight mechanical polishing. (c) Image quality and (d) RD-IPF maps around the crack tip. The misorientation angle of the grain boundary where the crack propagated was  $18.5^\circ$ . The beam step size was 50 nm.

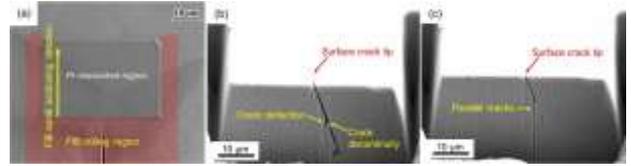


Fig. 13 SE image showing the region where Pt deposition, FIB milling, and serial sectioning direction. The region highlighted in red indicates the region where FIB milling is carried out prior to serial sectioning. SE images taken (b) before serial sectioning and (c) after serial sectioning of  $4.3 \mu\text{m}$  with a tilt angle of 60 degrees.

Figure 14(a) exhibits the three-dimensional shape of the intergranular crack, which was obtained by reconstruction of the serial section images. The discontinuous portion of the crack, which was observed in Fig. 13(b), was clearly indicated. The discontinuous cracks are nearly parallel with each other, which indicates that the cracks are along the same flat grain boundary. This observation supports the argument that the intergranular crack growth was discontinuous even on a single grain boundary. Furthermore, the bottom part of the upper crack front is deflected, resulting in the discontinuity of the crack. The deflected portion of the crack was along  $\{111\}$  plane, as clarified in Fig. 14(b) and (c). Furthermore, multiple branches of the deflected crack were also along  $\{111\}$  plane. Because the crack on a specific  $\{111\}$  plane is known to arise from planar dislocation arrays<sup>44, 45</sup>, both the crack branching and discontinuity are attributed to planar dislocation slip. Specifically, a dislocation-based model of the crack deflection process is proposed as shown in Fig. 15. Assuming primary planar slip on  $(\bar{1}\bar{1}1)$  and crack-tip-stress-induced slip on  $(111)$  (Fig. 15(a)), a dislocation reaction on the different slip planes results in Lomer-Cottrell sessile dislocations, which is expressed as follows. First, because austenitic steels generally show a low stacking fault energy, the mobile dislocations are extended on each slip plane.

$$\frac{a}{2}[0\bar{1}\bar{1}] \rightarrow \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{2}\bar{1}]_L + \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_T \text{ on } (\bar{1}\bar{1}1) \quad (4)$$

$$\frac{a}{2}[\bar{1}01] \rightarrow \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_L + \frac{a}{6}[\bar{2}11]_T \text{ on } (111) \quad (5)$$

where  $a$  is the lattice constant of austenite. L and T indicate leading and trailing partials. When these two sets of extended dislocations interact with each other, the following reaction occurs:

$$\frac{a}{6}[\bar{1}\bar{2}\bar{1}]_L + \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_T + \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_L + \frac{a}{6}[\bar{2}11]_T \rightarrow \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_L + \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}0]_{LC} + \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_T \quad (6).$$

The dislocation of  $a/6[\bar{1}\bar{1}0]_{LC}$  is placed on (001) plane, which is sessile, i.e., Lomer-Cottrell sessile dislocation. The sessile dislocation has been observed in a high-nitrogen austenitic steel<sup>19)</sup>, which acts as a strong barrier to subsequent planar dislocation motion<sup>25)</sup>. Figure 16 supports the extension of dislocations and occurrence of dislocation pile-up at intersections of planar dislocation arrays on different slip planes. When the Lomer-Cottrell sessile dislocations form at A and B in Fig. 15(b), the dislocation pile-up from A on  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  causes tensile stress concentration on (111) where another high density planar dislocation array exists, because the angle between  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  and (111) is  $70.5^\circ$  where the maximum  $\sigma_{\theta\theta}$  acts as discussed with Eq. (3). The concentrated tensile stress can cause cracking at A on the planar dislocation array on (111), and subsequently the crack propagates to O and amalgamates with the main crack (Fig. 15(c)). Because the deformation constraint behind the crack tip is relatively weak after the crack coalescence when the main crack initiated and propagated from the left edge of the specimen, the crack tip would open by shear of the upper crack surface. With a similar process of cracking at A, cracking at B also occurs. When the crack propagates from B to C (Fig. 15(d)), the crack-crack interaction between A and C causes localized shear, resulting in crack tip blunting. Work hardening associated with dislocation accumulation between A and C is difficult to occur, because the crack blunting at C results from nucleation and motion of positive sign dislocations, while at A it relates to negative sign dislocations, which results in continuous dislocation annihilations. Thus, crack coalescence between the cracks easily occurs via intense shear between A and C (Fig. 15(e)). In this situation, plasticity-induced crack-tip opening from A to D and from C to E is suppressed by dislocation pile-up stress and presence of sessile dislocations. Consequently, a deflected crack appears, and the crack surface between B and C is along (111) as observed in Fig. 14(c).

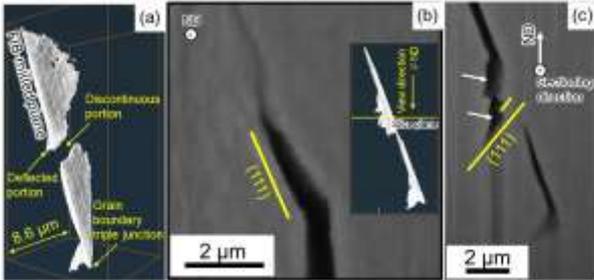


Fig. 14 (a) Three-dimensional shape of the intergranular crack obtained by FIB-serial sectioning. (b) A slice of the three-dimensional image. The inset indicates the view direction and position of the slice. (c) A tilt-corrected SE

image taken after serial sectioning of  $3.3 \mu\text{m}$ . The supporting information (the second half) contains the three-dimensional crack image with rotation.

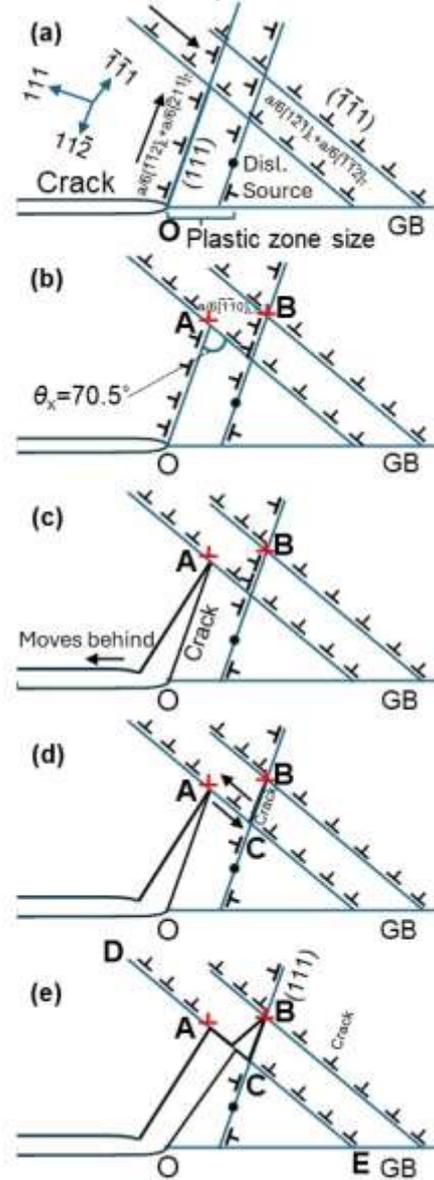


Fig. 15 Schematic illustrations for a possible formation process of the deflected crack. (a) Dislocation pile-up ahead of the main crack tip on  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ , dislocation nucleation and / multiplication at the crack tip and within the plastic zone on (111). (b) Formation of Lomer-Cottrell sessile dislocations at A and B. (c) Dislocation pile-up-induced cracking and subsequent coalescence between the newly-formed crack and the main crack. (d) Initiation and propagation of another dislocation pile-up-induced crack on (111) until the position C. (e) Shear-induced crack coalescence on  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ . The dislocation symbols indicate giant dislocations, and the red dislocations indicate Lomer-Cottrell sessile dislocations. In these schematics, the Burgers vectors of leading partials on (111) and trailing partials on  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  are not on this paper surface.

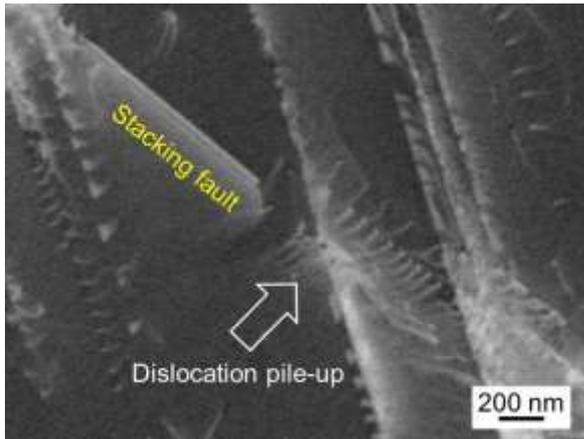


Fig. 16 ECC image showing multiple extended dislocation slip in the specimen after loading to 710 MPa and subsequent slight mechanical polishing. The arrow indicates dislocation pile-up at the intersection of the planar dislocation arrays on the different slip planes.

In summary, intergranular crack growth is a multi-stage phenomenon. In the proposed model, first, planar dislocation slip ahead of the crack tip causes stress concentration at grain boundaries, resulting in brittle cracking. Then, the main crack exhibits tip blunting and subsequently coalesces with the planar-slip-induced brittle crack. When the planar dislocation array significantly evolves at and around a blunt crack tip, crack deflection along  $\{111\}$  planes can also occur, which enhances the discontinuity of the intergranular crack. Because the deformation field is constrained within the specimen interior, the internal stress associated with dislocation motion easily evolves compared to the surface. Therefore, the planar-slip driven crack growth preferentially occurs in the specimen interior when microstructure barriers such as grain boundaries do not constrain crack tip deformation. After the internal crack growth, surface crack propagation finally occurs.

#### 4. Conclusions

To characterize surface and internal crack growth in a plasticity-induced intergranular fracture in a high-nitrogen austenitic steel, in situ SEM observation and three-dimensional characterization of cracking behavior were performed. The following conclusions were obtained.

- 1) Intense planar slip impinging a grain boundary was observed in the in situ ECCI experiment under loading, and cross slip was not observed until 700 MPa which is close to the fracture stress.
- 2) The intergranular crack growth is discontinuous, which can be interpreted as an effect of planar dislocation slip causing stress concentration at grain boundaries. The interpretation of the planar dislocation-slip-induced cracking is supported by a good match between the micromechanical model and observed crystallographic geometry. In the

micromechanical model, no cross slip is assumed, which is realistic according to the observation mentioned in the first conclusion.

- 3) The intergranular crack growth process involves crack tip blunting, which thereby results in gradual crack growth with increasing macroscopic strain.
- 4) The intergranular crack growth occurs preferentially in the specimen interior, and subsequently, surface crack propagation occurs in a ligament portion.
- 5) Planar dislocation slip can result in crack deflection and branching on  $\{111\}$  plane, which may enhance the discontinuity of the intergranular crack growth. A possible dislocation-based model for the  $\{111\}$  cracking is proposed by assuming dislocation pile-up at Lomer-Cottrell sessile dislocations.

Supporting Information: [Sequential images taken during serial sectioning corresponding to Fig. 11(b) and three-dimensional image of the crack exhibited in Fig. 13(a)]. This material is available on the website at <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2025-212>.

#### Acknowledgments

This work was supported financially by the Japan Society for the Promotion of Science (JSPS) KAKENHI (JP24H00385; JP24K01187) and a research project entitled ‘‘Local plasticity-driven damage evolution and fracture’’ funded by the Iron and Steel Institute of Japan (ISIJ). MK acknowledges Mr. Daisuke Suzuki at IMR machine shop for specimen preparation by spark machining. R.S. Varanasi gratefully acknowledges the Japan Society for the Promotion of Science (JSPS) fellowship (JP24KF0007). R. S. Varanasi thanks Dr. Kana Takenaka of Advanced Research Infrastructure for Materials (ARIM), Institute for Materials Research, Tohoku University, for their support with p-FIB. R.S. Varanasi thanks Ms. Kaori Sato at the Material Solutions Center (MaSC), Tohoku University, for their support with the Avizo software.3.

This paper was originally published in the paper with DOI: <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2025-212> © 2022 日本鉄鋼協会

#### References

- 1) M. Koyama, T. Sawaguchi and K. Tsuzaki: *Tetsu-to-Hagane* **98** (2012), 229.
- 2) M. Koyama, T. Sawaguchi and K. Tsuzaki: *ISIJ Int.* **53** (2013), 323.
- 3) I. Tamura: *Metal Science* **16** (1982), 245.

- 4) M. Soleimani, A. Kalhor and H. Mirzadeh: *Mater. Sci. Eng. A* **795** (2020), 140023.
- 5) O. Bouaziz, S. Allain, C.P. Scott, P. Cugy and D. Barbier: *Curr. Opin. Sol. Stat. Mat. Sci.* **15** (2011), 141.
- 6) M. Koyama: *Encyclopedia of Materials: Metals and Alloys* **2** (2022), 95.
- 7) J.D. Yoo and K.-T. Park: *Mater. Sci. Eng. A* **496** (2008), 417. [2](#).
- 8) M. Ojima, Y. Adachi, Y. Tomota, K. Ikeda, T. Kamiyama and Y. Katada: *Mater. Sci. Eng. A* **527** (2009), 16.
- 9) T. Tsuchiyama, S. Takaki, H. Ito and K. Kataoka: *Metall. Mater. Trans. A* **34** (2003), 2591.
- 10) J. Menzel, W. Kirschner and G. Stein: *ISIJ Int.* **36** (1996), 893.
- 11) A. Pardo, M.C. Merino, A.E. Coy, F. Viejo, R. Arrabal and E. Matykina: *Corros. Sci.* **50** (2008), 1796.
- 12) S. Fajardo, I. Llorente, J.A. Jiménez, J.M. Bastidas and D.M. Bastidas: *Corros. Sci.* **154** (2019), 246.
- 13) J.W. Simmons: *Mater. Sci. Eng. A* **207** (1996), 159.
- 14) H. Baba, T. Kodama and Y. Katada: *Corros. Sci.* **44** (2002), 2393.
- 15) F. Gao, Y. Qiao, J. Chen, L. Yang, H. Zhou, Z. Zheng and L. Zhang: *npj Materials Degradation* **7** (2023), 75.
- 16) P.J. Uggowitzer, R. Magdowski and M.O. Speidel: *ISIJ Int.* **36** (1996), 901.
- 17) K. Yang and Y. Ren: *Sci. Technol. Adv. Mater.* **11** (2010), 014105.
- 18) T. Masumura, Y. Seto, T. Tsuchiyama and K. Kimura: *Mater. Trans.* **61** (2020), 678.
- 19) S. Kubota, Y. Xia and Y. Tomota: *ISIJ Int.* **38** (1998), 474.
- 20) T. Tsuchiyama, Y. Fujii, Y. Terazawa, K. Nakashima, T. Ando and S. Takaki: *ISIJ Int.* **48** (2008), 861.
- 21) M. Koyama, K. Habib, T. Masumura, T. Tsuchiyama and H. Noguchi: *Int. J. Hydrog. Energy* **45** (2020), 10209.
- 22) T. Onomoto, Y. Terazawa, T. Tsuchiyama and S. Takaki: *ISIJ Int.* **49** (2009), 1246.
- 23) M. Cantoni and L. Holzer: *MRS Bulletin* **39** (2014), 354.
- 24) T.L. Burnett, R. Kelley, B. Winiarski, L. Contreras, M. Daly, A. Gholinia, M.G. Burke and P.J. Withers: *Ultramicroscopy* **161** (2016), 119.
- 25) K. Habib, M. Koyama, T. Tsuchiyama and H. Noguchi: *Mater. Character.* **158** (2019), 109930.
- 26) I. Gutierrez-Urrutia, S. Zaeferrer and D. Raabe: *Scripta Mater.* **61** (2009), 737.
- 27) S. Zaeferrer and N.-N. Elhami: *Acta Mater.* **75** (2014), 20.
- 28) I. Gutierrez-Urrutia and D. Raabe: *Scripta Mater.* **66** (2012), 343.
- 29) K. Habib, M. Koyama, T. Tsuchiyama and H. Noguchi: *Mater. Res. Lett.* **6** (2018), 61.
- 30) H. Kimura, Y. Akiniwa, K. Tanaka, Y. Tahara, Y. Hattori and T. Ishikawa: *JSME Proceedings* **2003.1** (2003), 117.
- 31) Y. Aoki, M. Koyama, M. Tanaka and K. Tsuzaki: *J. Japan Inst. Met. Mater.* **87** (2023), 309. (in Japanese).
- 32) Y. Aoki, M. Koyama, M. Tanaka and K. Tsuzaki: *Mater. Trans.* **63** (2022), 1232.
- 33) M. Calcagnotto, D. Ponge, E. Demir and D. Raabe: *Mater. Sci. Eng. A* **527** (2010), 2738.
- 34) S.-S. Rui, L.-S. Niu, H.-J. Shi, S. Wei and C.C. Tسان: *J. Mech. Phys. Sol.* **133** (2019), 103709.
- 35) R. Kakimoto, M. Koyama and K. Tsuzaki: *ISIJ Int.* **59** (2019), 2334.
- 36) N. Kobayashi, M. Koyama, M. Yamamura, T. Hojo and E. Akiyama: *Mater. Trans.* **64** (2023), 212.
- 37) Y.T. Chou: *Journal of Applied Physics* **38** (1967), 2080.
- 38) M.H. Yoo and A.H. King: *Metallurgical Transactions A* **21** (1990), 2431.
- 39) T.R. Bieler, P. Eisenlohr, F. Roters, D. Kumar, D.E. Mason, M.A. Crimp and D. Raabe: *Int. J. Plast.* **25** (2009), 1655.
- 40) H. Nakatsu, T. Miyata and S. Takaki: *J. Japan Inst. Metals* **60** (1996), 928. (in Japanese)
- 41) M. Koyama and T. Sawaguchi: *ISIJ International* **65** (2025), 471.
- 42) A.N. Stroh and N.F. Mott: *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* **223** (1954), 404.
- 43) A.N. Stroh and N.F. Mott: *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* **232** (1955), 548.
- 44) Y. Tomota, Y. Xia and K. Inoue: *Acta Mater.* **46** (1998), 1577.
- 45) S. Liu, D. Liu and S. Liu: *J. Mater. Sci.* **42** (2007), 7514.

# Neutron diffraction analysis of dislocation behaviour and substructures of Si-alloyed and interstitial-free BCC steels

熊谷正芳<sup>a)</sup>、伊藤孝矩<sup>b)</sup>、定松直<sup>c)</sup>、小山元道<sup>d)</sup>

a) 東京都市大学 理工学部

b) 神戸製鋼所 技術開発本部

c) 鹿児島大学 理工学研究科

d) 東北大学 金属材料研究所

## 1. Introduction

Fe–Si alloys are widely used electromagnetic materials in transformer and motor cores due to their excellent balance of magnetic properties and low electrical losses [1–4]. These properties make them indispensable for high-efficiency and low-loss electrical devices. In addition to exhibiting magnetic performance, Fe–Si alloys have unique mechanical behaviour and microstructural characteristics. Specifically, owing to the suppression of cellular structure formation during deformation, Si-alloyed steels exhibit low ductility even at room temperature and have improved fatigue resistance under cyclic loading [5,6]. The dominant mechanism underlying these phenomena can be the inhibition of cross-slip of screw dislocations by the Si solid-solution effect [7,8]. In body-centred cubic (BCC) metals, given the generally high mobility of edge dislocations, the motion of screw dislocations impedes plastic deformation [9,10]. Thus, cross-slip suppression by the presence of Si solid solution is a limiting factor of these phenomena. The fundamental characteristics of the rate-controlling motion of screw dislocations in BCC iron were quantitatively investigated by Itakura et al. [11] through first-principles calculations. They revealed that the mobility of screw dislocations is governed by the thermally activated formation of kink pairs against a strong lattice friction. The results showed that the dislocation core migrates along a nearly straight path confined within a  $\{110\}$  plane and that the associated Peierls barrier exhibits a single-humped profile. This highlights the critical role of screw dislocation dynamics as the primary mechanism governing plastic deformation

in BCC metals.

Although the qualitative influence of cross-slip suppression on the dislocation behaviour of Fe–Si steels has been recognised as mentioned above, quantitative assessments of dislocation density and character and their correlation with flow stress remain challenging. Transmission electron microscopy is used to observe such dislocation behaviour directly, but it provides only localised information and is limited in statistical representativeness. By contrast, diffraction line profile analysis (LPA) enables the quantitative evaluation of bulk-average dislocation parameters, such as density, character and arrangement [12–14]. In particular, neutron diffraction has advantages over laboratory X-rays because its large penetration depth in steels enables measurements with a large gauge volume and high statistical accuracy. [13–17]

In this study, we performed neutron diffraction LPA to quantitatively characterise the dislocation parameters of Fe–4wt.%Si steel (4%Si steel) under plastic strain, with interstitial-free (IF) steel as a representative BCC reference material. Dislocation localisation and structural configuration were assessed by analysing the dislocation density ( $\rho$ ), dislocation character ( $q$ ), arrangement parameter ( $M^*$ ) and crystallite size ( $D$ ) [18,19]. Based on these findings, we discuss how the suppression of cross-slip in 4%Si steel leads to a distinctive planar dislocation substructure, which differs from the three-dimensional cell substructures typically formed in conventional BCC steels.

## 2. Experimental

The specimen was the 4%Si steel. In addition, the IF steel without Si was used as a reference BCC steel to isolate the effect of Si solid solution on dislocation behaviour. The specimens were produced by melting steel in a 50 kg vacuum induction furnace, followed by hot rolling. For the 4%Si steel, the ingots were heated to 1,473 K for 2 h and then hot rolled to a final thickness of 30 mm. For the IF steel, the ingots were heated to 1,213 K for 1 h before being hot rolled to 20 mm. Subsequent ageing treatments were conducted. The 4%Si steel was aged at 973 K for 1 h, followed by air cooling, whereas the IF steel was aged at 973 K for 6 h, followed by furnace cooling. Their chemical compositions are shown in Table 1. Fig. 1 shows optical micrographs of the specimens after mirror polishing and subsequent nital etching. The average grain sizes of the 4%Si and IF steels were  $526 \pm 345 \mu\text{m}$  and  $123 \pm 85 \mu\text{m}$ , respectively. These values were determined from the mean grain area in the binarized images, based on grain counts of 54 and 285, respectively. Stress–strain curves were obtained by performing tensile tests on specimens with a gauge diameter of 8 mm and length of 20 mm. The specimens were prepared at 0% (undeformed) and 11.7% nominal strain and were then cut to a 10 mm length along the loading direction. Neutron diffraction measurements were conducted at BL20

(iMATERIA) in the MLF/J-PARC [20,21], and diffraction profiles were measured in the transverse direction (perpendicular to the loading direction) using the backscattering detector bank. The incident beam size was  $22 \text{ mm} \times 22 \text{ mm}$ , which was larger than the specimen. The accumulation time was 60 min, and the proton accelerator power was 100 kW. Only back-reflection bank detectors were used for measurement because they obtain high-resolution profile shapes.

The dislocation density and related parameters were quantitatively determined by performing LPA using a convolutional multiple-whole-profile (CMWP) fitting software [18,19] in the  $K$  (inversely proportional to the diffraction plane spacing) range of  $4.74\text{--}14.17 \text{ nm}^{-1}$ . The lattice constant was set to  $0.2866 \text{ nm}$  [22]. The slip system was assumed to be  $\{110\}\langle 111\rangle$ , which is the primary slip mode in ferritic BCC steels at room temperature. The Burgers vector for this slip system had a length of  $0.2482 \text{ nm}$ . The averaged contrast factor for the  $h00$  reflection,  $0.284$ , was computed using ANIZC [23] with the elastic stiffness constants  $c_{11} = 228$ ,  $c_{12} = 132$  and  $c_{44} = 116.5 \text{ GPa}$  [24]. In the CMWP software, the refined physical parameters were the dislocation character ( $q$ ), the median ( $m$ ) and the variance ( $\sigma$ ) of the log-normal size distribution function in the crystallite size, the dislocation density ( $\rho$ ) and the arrangement parameter of dislocations

Table 1 Chemical compositions of specimens (wt.%)

Mat.	Fe	C	Si	Ti	Al	P	S	O	N
IF steel	Bal.	0.001	0.005	0.043	0.04	<0.002	<0.015	0.003	0.0009
4%Si steel	Bal.	0.004	3.9	0.052	0.03	<0.002	<0.015	0.003	0.0012

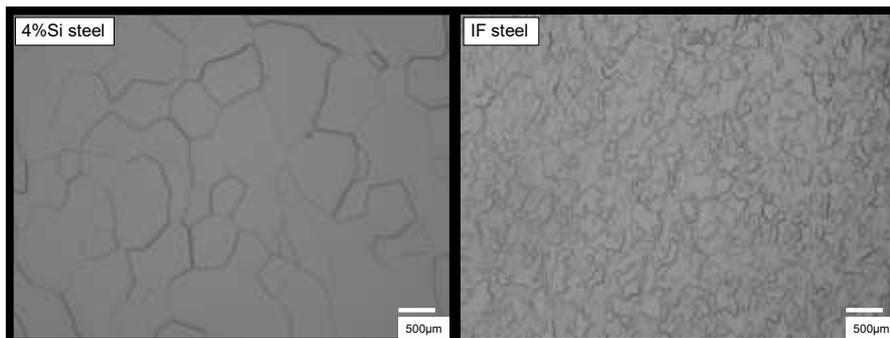


Fig. 1 Optical micrographs of 4%Si and IF steels, captured using  $25\times$  objective lens.

( $M^*$ ). These parameters were refined by convoluting the theoretically computed line profiles with the instrumental line profiles until the former matched the measured profiles. LaB<sub>6</sub> powder was used to obtain the instrumental line profiles.

### 3. Results and discussion

#### 3.1 Stress-strain curve

Fig. 2 shows the stress–strain curves of the 4%Si and IF steels up to 11.7% nominal strain, plotted as nominal and true values. For the neutron diffraction experiments, specimens were prepared at two deformation levels: undeformed (0% strain) and strained to 11.7% nominal strain. Here, the 0.2% proof stresses of the 4%Si and IF steels were 429 and 100 MPa, respectively. At 11.7% nominal strain, the nominal stresses reached 579 MPa for the 4%Si steel and 200 MPa for the IF steel, corresponding to the true stresses of 647 and 224 MPa, respectively. The increases in flow stress from yield to 11.7% strain were 218 MPa for the 4%Si steel and 124 MPa for the IF steel. Notably, despite both steels being subjected to the same level of plastic strain, the flow stress of the 4%Si steel increased by nearly twice as much as that of the IF steel.

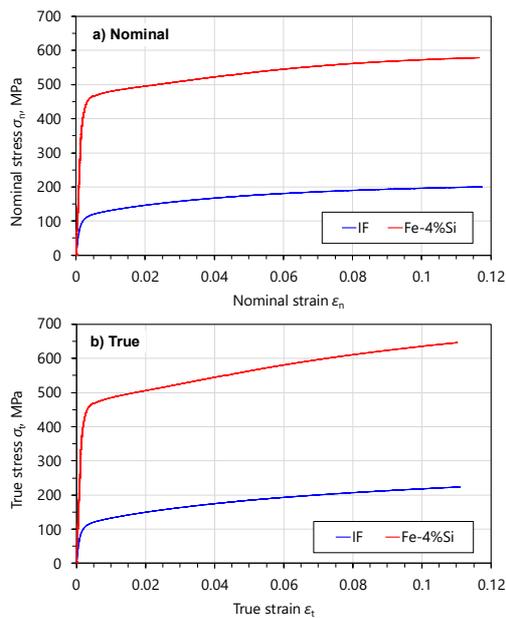


Fig. 2 Stress–strain curves of 4%Si and IF steels up to 11.7% nominal strain. (a) nominal stress–strain

#### 3.2 Dislocation characteristics from line profile analysis

Fig. 3 shows the diffraction profiles obtained for each specimen. Based on these profiles, the CMWP parameters were refined by fitting the calculated line profiles to the measured data. The fitted profiles are also plotted in the figure.

The dislocation features obtained via LPA—dislocation density, crystallite size, character ( $q$ -values) and arrangement parameter ( $M^*$ )—are summarised in Figs. 4–7. The error bars in the figures represent the deviations of the refined parameters, obtained from Monte Carlo simulations within the CMWP fitting procedure, corresponding to approximately  $1 + p\%$  ( $p = 3.5$ ) of the fitted values, where  $p$  is the confidence parameter in the Monte Carlo procedure[25]. Figs. 4 and 5 show the dislocation density and  $q$ -values before and after deformation. Before deformation, the dislocation density of both the 4%Si and IF steels was on the order of  $10^{12} \text{ m}^{-2}$ . After plastic deformation, their densities increased to  $3.2 \times 10^{14}$  and  $1.2 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ , respectively. The increase for the 4%Si steel was more than twice that for the IF steel.

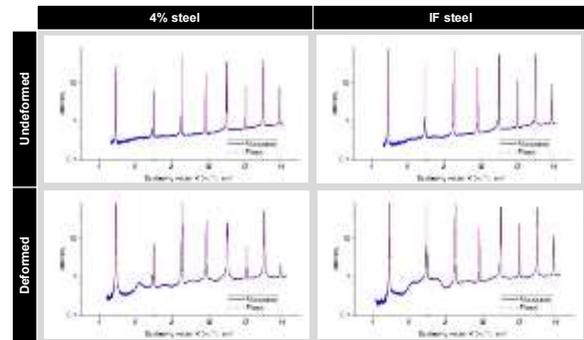


Fig. 3 Diffraction profiles obtained via neutron diffraction for 4%Si and IF steels with/without plastic deformation.

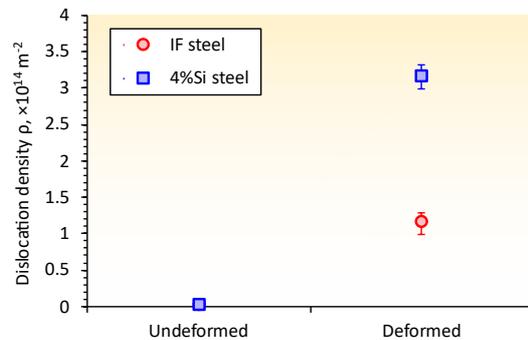


Fig. 4 Dislocation densities of 4%Si and IF steels via LPA before and after plastic deformation.

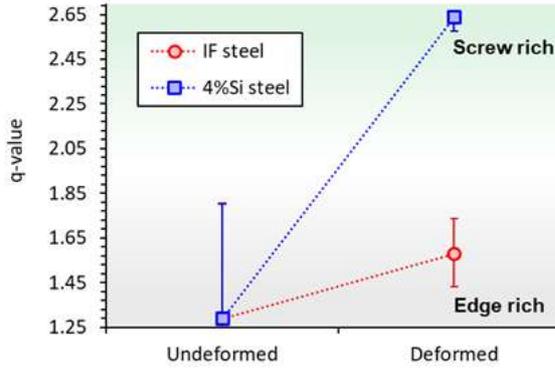


Fig. 5  $q$ -values of 4%Si and IF steels via LPA before and after plastic deformation, indicating changes in relative fractions of screw and edge dislocations.

In Fig. 5, before deformation, the  $q$ -values for both materials were 1.29, which is close to the theoretical value for pure edge dislocation ( $q_e$ ) within the experimental uncertainty, indicating a predominance of edge-type dislocations[26]. After deformation, the  $q$ -values increased to 2.64 for the 4%Si steel and 1.58 for the IF steel. The value of 2.64 is equal to the theoretical value for pure screw dislocation ( $q_s$ ) and suggests a predominance of screw dislocations in the 4%Si steel. The ratio of screw dislocations to total dislocations in the IF steel was approximately 21.5%, based on the  $q$ -value relationship,  $f_s = (q - q_e) / (q_s - q_e)$  [13]. Thus, the application of plastic strain to the 4%Si steel substantially increased the screw dislocation fraction, unlike in the case of the IF steel, which behaved similarly to typical BCC metals [27]. This difference can be attributed to the solid-solution effect of Si, which suppresses cross-slip by hindering the movement of screw dislocations between slip planes [8,28,29]. Consequently, screw dislocations remain confined to their original slip planes. They are less likely to annihilate, unlike edge dislocations, which have higher mobility and more readily annihilate within the same slip plane. This accumulation mechanism explains the higher proportion of screw dislocations in the 4%Si steel after deformation.

Fig. 6 shows the crystallite size,  $D$ , obtained through LPA. This was computed as  $D = m \cdot \exp(2.5\sigma^2)$  [32,33]. Before deformation, both materials exhibited large crystallite sizes, approximately 1,300 nm for the IF steel and 500 nm for the 4%Si steel. However, due to the resolution

limitations of diffraction line profiles, the significance of this initial difference is uncertain. After plastic deformation, the crystallite sizes decreased substantially to 275 nm for the IF steel and 114 nm for the 4%Si steel. Consistent with this tendency, the 4%Si steel, which exhibited a higher dislocation density after deformation, also showed a smaller crystallite size than the IF steel.

Fig. 7 shows the arrangement parameter,  $M^*$ , obtained via LPA. Before deformation, both materials exhibited large  $M^*$  values ( $\sim 10$ ), indicating that their dislocations were initially distributed randomly, without significant interactions. After plastic deformation,  $M^*$  decreased to 3.7 in the 4%Si steel and 0.6 in the IF steel. According to the definition of  $M^* = R_c^* \times \rho^{-1/2}$ , where  $R_c^*$  is the outer cutoff of the strain field, an  $M^*$  value close to 1 indicates that dislocations interact strongly through their strain fields [30,31], forming stable configurations, such as dipoles and causing strain field overlap. The low  $M^*$  of the IF steel (0.6) suggests strong interactions and structural organisation. Conversely, the higher value for the 4%Si steel (3.7), even after deformation, indicated that its

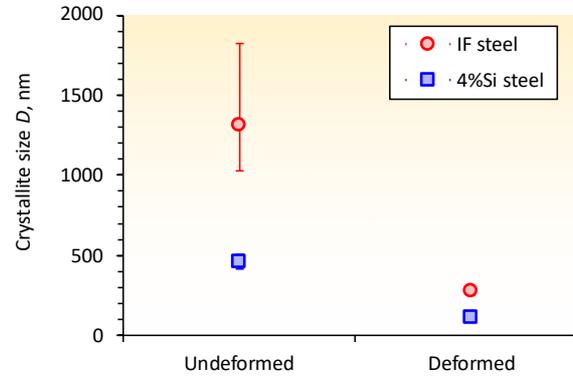


Fig. 6 Crystallite sizes of 4%Si and IF steels via LPA before and after plastic deformation.

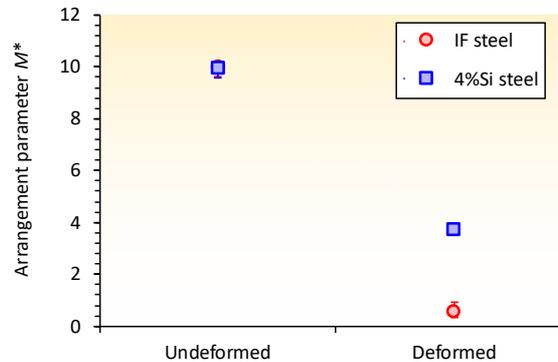


Fig. 7 Arrangement parameter ( $M^*$ ) of 4%Si and IF steels via LPA before and after plastic deformation.

dislocations lacked structural organisation.

The low  $M^*$  in the IF steel reflects strong dislocation interactions and well-developed small cell substructures. In contrast, despite its smaller crystallite size compared with the IF steel, the 4%Si steel retained a relatively large  $M^*$ . The  $M^*$  value generally decreases with increasing dislocation density and decreasing crystallite size, as dislocations subdivide the crystal lattice and form cell structures. Interestingly, although 4%Si steel exhibited both higher dislocation density and smaller crystallite size after deformation, it retained a larger  $M^*$  value. This difference can be explained by the distinct dislocation arrangements in the two materials. In the IF steel, active cross-slip enabled the formation of three-dimensional cell substructures, in which most dislocations were concentrated in the cell walls, leaving large coherent domains inside the cells. By contrast, in the 4%Si steel, cross-slip was suppressed by the Si solid-solution effect, preventing the formation of such cell substructures. Hence, screw dislocations remained confined to their original slip planes and were dispersed throughout the lattice. These dispersed dislocations likely fragmented the crystal into smaller coherent domains, leading to the reduced crystallite size observed in the diffraction measurements even though the  $M^*$  remained relatively large. This arrangement constitutes what we refer to as a planar dislocation substructure, unlike the three-dimensional cell substructures typical of BCC metals with active cross-slip. Overall, LPA revealed distinct differences between the 4%Si and IF steels not only in dislocation density but also in dislocation character, arrangement and crystallite size. In the 4%Si steel, cross-slip suppression led to the accumulation of screw dislocations whose motion was confined to the same slip plane, producing a planar dislocation substructure and maintaining high  $M^*$  values and relatively large coherent domains after deformation. In contrast, the IF steel formed cell substructures through active cross-slip, resulting in stronger dislocation interactions and lower  $M^*$  values. Thus, diffraction-based dislocation characterisation can effectively link distinct substructure types to their mechanical implications in BCC steels.

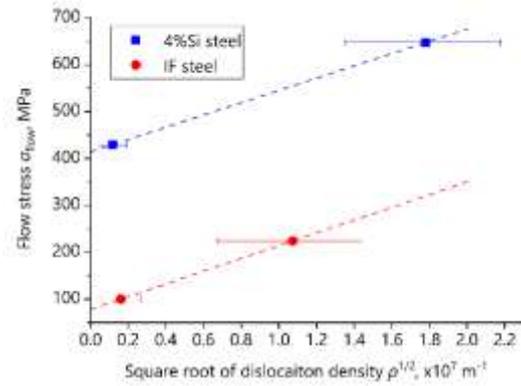


Fig. 8 Flow stress of 4%Si and IF steels as a function of the square root of dislocation density.

### 3.2 Impact of dislocation density on flow stress

In Fig. 8, the relationship between flow stress and dislocation density in the 4%Si and IF steels was examined by plotting flow stress ( $\sigma_{\text{flow}}$ ) as true values against the square root of dislocation density according to the Bailey–Hirsch framework [34]. Because each line in Fig. 8 is defined by only two data points, the absolute values of the fitting coefficients may include some uncertainty arising from the limited data set and the accuracy of dislocation density evaluation. Accordingly, the present discussion emphasises the comparative trend rather than the precise numerical values of the fitting parameters. Nevertheless, the two lines exhibit almost identical slopes, despite their considerably different intercepts. The intercepts are the base flow stress arising from factors independent of the current dislocation density, such as solid solution strengthening and lattice friction stress. Remarkably, both steels show almost the same increase in flow stress with dislocation density despite having substantially different cross-slip frequencies and dislocation substructures depending on the presence or absence of Si. In other words, although the intercept difference reflects the strong influence of Si solid solution, the slopes are essentially unchanged.

## 4. Conclusions

Neutron diffraction LPA was employed to quantitatively characterise the dislocation parameters of 4%Si and IF steels. Upon tensile deformation, dislocation density

increased in both steels, with the increment in the 4%Si steel being more than twice that in the IF steel. The  $q$ -values demonstrated a marked increase in the screw dislocation fraction after deformation in the 4%Si steel. In the IF steel, the screw fraction also increased but remained much lower than in the 4%Si steel. This behaviour can be attributed to cross-slip suppression by Si solid solution in the 4%Si steel, which promotes the accumulation of screw dislocations. By contrast, the active cross-slip in the IF steel can facilitate the partial annihilation of screw dislocations, limiting the screw dislocation fraction. A comparison of dislocation arrangements and crystallite sizes revealed contrasting substructures. The IF steel forms cell substructures with relatively low  $M^*$  values and larger coherent domains. The 4%Si steel develops a planar dislocation substructure composed of dispersed screw dislocations confined to single slip planes, yielding relatively high  $M^*$  values and smaller coherent domains.

Although dislocation cross-slip activity and substructures differed significantly between the two steels, both showed remarkably consistent hardening rates as a function of dislocation density. The higher base flow stress in the 4%Si steel is attributable to the influence of Si solid solution, as reflected in the different intercepts of the Bailey–Hirsch framework for the two steels.

These findings underscore the utility of neutron diffraction LPA as a bulk-sensitive tool for quantifying dislocation density and, when combined with additional parameters, for characterising distinct dislocation substructures. Thus, this approach effectively complements conventional microscopy-based methods.

## Acknowledgement

We thank Prof. T. Ungár and Prof. G. Ribárik for their contributions to the analysis in this work.

This report is reprinted from our paper published in ISIJ International entitled as “Neutron diffraction analysis of dislocation behaviour and substructures of Si-alloyed and interstitial-free BCC steels”.

## References

- [1] K.I. Arai and K. Ishiyama, *J. Magn. Magn. Mater.*, 133 (1994), 233. [https://doi.org/10.1016/0304-8853\(94\)90534-7](https://doi.org/10.1016/0304-8853(94)90534-7)
- [2] H. Shokrollahi, *Mater. Des.*, 30 (2009), 3374. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2009.03.035>
- [3] M. Garibaldi, I. Ashcroft, J.N. Lemke, M. Simonelli, and R. Hague, *Scr. Mater.*, 142 (2018), 121. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.08.042>
- [4] K. Lu, X. Liu, J. Wang, T. Yang, and J. Xu, *J. Alloys Compd.*, 892 (2022), 162100. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.162100>
- [5] K. Ushioda, S. Goto, Y. Komatsu, A. Hoshino, and S. Takebayashi, *ISIJ Inter.*, 49 (2009), 312. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.49.312>
- [6] H. Nakano, T. Miyazawa, H. Shuto, and T. Fujii, *Tetsu-to-Hagane*, 109 (2023), 76. <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2022-078>
- [7] D. Caillard, *Acta Mater.*, 61 (2013), 2793. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.01.048>
- [8] D. Caillard, *Acta Mater.*, 61 (2013), 2808. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.01.049>
- [9] D.H. and D.J. Bacon, *Introduction to Dislocations*, 5th ed., Butterworth-Heinemann, (2011), 118. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-096672-4.00006-2>
- [10] Y. Lu, Y.H. Zhang, E. Ma, and W.Z. Han, *Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A.*, 118 (2021), 1. <https://doi.org/10.1073/pnas.2110596118>
- [11] M. Itakura, H. Kaburaki, M. Yamaguchi, *Acta Mater.*, 60 (2012), 3698. [10.1016/j.actamat.2012.03.033](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.03.033)
- [12] M. Kumagai and R. Yokoyama, *J. Soc. Mat. Sci., Jpn*, 69 (2020), 277. <https://doi.org/10.2472/jsms.69.421>
- [13] M. Kumagai, K. Akita, M. Kuroda, and S. Harjo, *Mat. Sci. Eng. A*, 820 (2021), 141582. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141582>
- [14] H. Uchima, M. Kumagai, J. Shimbe, A. Tanabe, Y. Mizuno, and Y. Onuki, *ISIJ Int.*, 62 (2022), 998. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2021-443>
- [15] S. Harjo, Y. Tomota, P. Lukáš, D. Neov, M. Vrána, P. Mikula, M. Ono, *Acta Mater* 49 (2001) 2471. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00147-1](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00147-1)
- [16] S. Sato, A. Kuroda, K. Satoh, M. Kumagai, S. Harjo,

- Y. Tomota, Y. Saito, H. Todoroki, Y. Onuki, S. Suzuki, *Tetsu-to-Hagane* 104 (2018) 201. <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2017-082>.
- [17] M. Kumagai, M. Kuroda, T. Matsuno, S. Harjo, K. Akita, *Mater Des* 221 (2022) 110965. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2022.110965>.
- [18] G. Ribárik, PhD thesis, Eötvös Loránd University, (2008).
- [19] G. Ribárik, B. Jóni, and T. Ungár, *J. Mat. Sci. Tech.*, 35 (2019), 1508. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2019.01.014>
- [20] Y. Onuki, A. Hoshikawa, S. Sato, P. Xu, T. Ishigaki, Y. Saito, H. Todoroki, and M. Hayashi, *J Appl. Cryst.*, 49 (2016), 1579. <https://doi.org/10.1107/S160057671601164X>
- [21] Y. Onuki, A. Hoshikawa, S. Sato, T. Ishigaki, and T. Tomida, *J Mat. Sci.*, 52 (2017), 11643. <https://doi.org/10.1007/s10853-017-1309-x>
- [22] W.B. Pearson, *A Handbook of Lattice Spacings and Structures of Metals and Alloys Volume 2*, Pergamon Press Ltd., London, (1967).
- [23] A. Borbély, J. Dragomir-Cernatescu, G. Ribárik, and T. Ungár, *J. Appl. Cryst.*, 36 (2003), 160. <https://doi.org/10.1107/S0021889802021581>
- [24] A.E. Lord Jr. and D.N. Beshers, *J. Appl. Phys.*, 36 (1965), 1620. <https://doi.org/10.1063/1.1703098>
- [25] G. Ribárik, B. Jóni, T. Ungár, *J Mater Sci Technol* 35 (2019) 1508–1514. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2019.01.014>.
- [26] T. Ungár, I. Dragomir, Á. Révész, A. Borbély, *J Appl Crystallogr* 32 (1999) 992–1002. <https://doi.org/10.1107/S0021889899009334>.
- [27] M.S. Duesbery, *Acta Metall.*, 31(1983), 1747. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(83\)90173-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(83)90173-6)
- [28] T. Mohri, Y. Chen, M. Kohyama, S. Ogata, A. Saengdeejing, S.K. Bhattacharya, M. Wakeda, S. Shinzato, and H. Kimizuka, *npj Comput. Mater.*, 3 (2017), 1. <https://doi.org/10.1038/s41524-017-0012-4>
- [29] Y. Liu, Z. Ma, X. Liu, Z. Wang, Z. Zhang, and X. Liu, *Mater. Charact.*, 200 (2023), 112861. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2023.112861>
- [30] M. Wilkens, *Phys. Status Solidi A*, 104 (1987), K1. <https://doi.org/10.1002/pssa.2211040137>
- [31] T. Ungar, H. Mughrabi, D. Rönnpagel, and M. Wilkens, *Acta Metall.*, 32 (1984), 333. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(84\)90106-8](https://doi.org/10.1016/0001-6160(84)90106-8)
- [32] J.I. Langford, D. Louër, and P. Scardi, *J. Appl. Cryst.*, 33 (2000), 964. <https://doi.org/10.1107/S002188980000460X>
- [33] G. Ribárik, T. Ungár, and J. Gubicza, *J. Appl. Cryst.*, 34 (2001), 669. <https://doi.org/10.1107/S0021889801011451>
- [34] J.E. Bailey and P.B. Hirsch, *Philos. Mag.*, 5 (1960), 485. <https://doi.org/10.1080/14786436008238300>

# 高窒素オーステナイト鋼の転位プラナリティと加工硬化挙動の関係

増村拓朗<sup>a)</sup>、久保翔太郎<sup>b)</sup>、沖悠成<sup>b)</sup>、土山聡宏<sup>a)</sup>

a) 九州大学大学院工学研究院材料工学部門

b) 九州大学大学院工学府材料工学専攻

## 1. 緒言

$\gamma$ 系ステンレス鋼の高強度化の手法のひとつとして窒素の添加が注目されている。窒素は $\gamma$ 安定化元素であることに加え、 $\gamma$ を固溶強化させ、また加工硬化率を上昇させることが知られている<sup>1-3)</sup>。なかでも高窒素鋼における加工硬化率の上昇について転位組織の観点から議論されてきた。従来、高窒素鋼の高い加工硬化率は高い転位密度に起因すると考えられてきたが、著者ら<sup>4,5)</sup>はX線ラインプロファイル解析により転位の蓄積挙動に窒素濃度依存性は無いことを明らかにした。つまり、窒素添加による転位配列の変化が加工硬化挙動と深くかかわっている。窒素を添加するにつれて交差すべりが抑制され、転位の運動が同一すべり面上に集中し、転位が一直線に並んだプラナー転位が形成される。プラナー転位が粒界や粒内の不動転位にパイルアップすることで後続転位に対するバックストレスが増大し、後続転位の運動が阻害されることで加工硬化率が上昇すると考えられている。一方で、プラナー転位列が発達しているかどうかは組織写真に基づく定性的な議論にとどまっておらず、いずれの先行研究においてもその形成度合いを定量的に評価した例はない。特異な転位組織を有する窒素鋼の転位強化機構、さらにはその後の破壊機構を議論する際には、転位の性質や分布を定量的に評価することが必要不可欠であり、窒素鋼の強化機構の正しい理解につながると考えられる。

そこで、本研究では窒素鋼における転位配列と強度特性の関係を明らかにするため、安定 $\gamma$ 系ステンレス鋼であるSUS310S (Fe-25Cr-20Ni合金)に固相窒素吸収処理を用いて、異なる窒素濃度を有する試料を作製し、室温(298 K)で引張試験を行った。そして形成されるプラナー転位列の形成度合

いを定量的に評価するための独自の指標として「プラナー度」を定義し、プラナー度に及ぼす窒素濃度の影響、ならびにプラナー度と加工硬化挙動の関係を調査した。

## 2. 実験方法

本研究では、市販の $\gamma$ 系ステンレス鋼SUS310S (Fe-25Cr-20Ni合金)をBase鋼として用いた。Base鋼に対し、窒素分圧を種々変化させた窒素+アルゴン混合ガス中で固相窒素吸収処理を1473 Kで行い、0.15、0.3、0.5%の窒素を含む試料を作製した。それら試料に対し、冷間圧延を行った後、1473 Kで粒径制御を目的とした再結晶焼鈍を行った。

平行部長さ6 mm、幅3 mm、厚さ1 mmの板状試験片を用いて、引張試験を初期ひずみ速度： $1.1 \times 10^{-3}$  /sの条件で行った (AG-100kNX、島津製作所)。引張試験を途中止めした試料に対し、電界放出型走査電子顕微鏡 (Sigma 500、Carl Zeiss) に搭載されたAsB検出器による観察を30 kVの加速電圧で行うことで、ECC像を取得した。また、X線回折装置 (Acris、Malvern Panalytical) を用いたラインプロファイル解析により、転位密度の測定を行った。転位密度解析には、CMWP (Convolutional Multiple Whole Profile) 法を用いた。

## 3. 結果および考察

### 3.1 焼鈍材の組織と機械的性質

Fig. 1は各鋼種の再結晶焼鈍材の光学顕微鏡組織を示す。いずれの試料においても、焼鈍双晶を含む等軸組織を呈している。焼鈍時間をBase、0.15N、

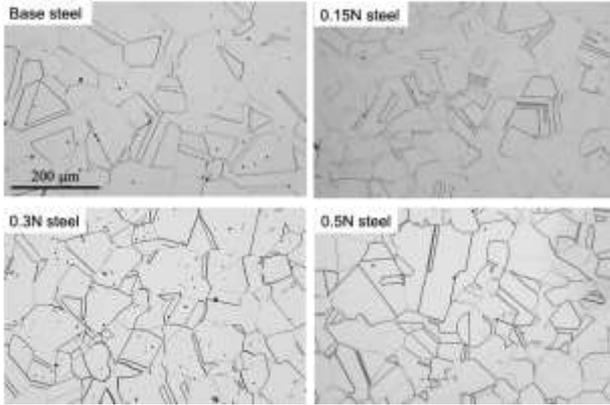


Fig. 1 Optical micrographs of Base, 0.15N, 0.3N and 0.5N steels recrystallized at 1473 K.

0.3N、0.5N 鋼でそれぞれ 180、120、480、600 s とすることで、粒径を 45–50 μm に調整することができた。

Fig. 2(a)は各試料の公称応力–公称ひずみ曲線を示す。窒素濃度の増加に伴い、窒素の固溶強化に起因して降伏強度が上昇する傾向が認められた。また、Fig. 2(b)に示す加工硬化曲線からもわかるように窒素濃度の増加に伴い、全てのひずみ域で加工硬化率が上昇している。

金属の加工硬化機構において流動応力が転位密度の平方根に比例するという Bailey-Hirsch の関係<sup>6)</sup>に基づいて議論がなされることが多い。

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha Gb\sqrt{\rho} \quad (1)$$

ここで $\sigma_0$ は摩擦力、 $\alpha$ は定数、 $G$ は剛性率、 $b$ はバーガースベクトルの大きさ、 $\rho$ は転位密度である。Fig. 3 に、各鋼種に種々の引張ひずみを与えた試料の転位密度を示す。いずれの鋼種においてもひずみ量の増加に伴い転位密度が増加しているが、窒素量が増加しても転位密度の増加傾向に差異はみられなかった。したがって、転位密度からは高窒素鋼の高い加工硬化率を説明することができない。すなわち、窒素添加鋼の加工硬化挙動においては、転位密度だけでなく転位形態が重要であると示唆される。

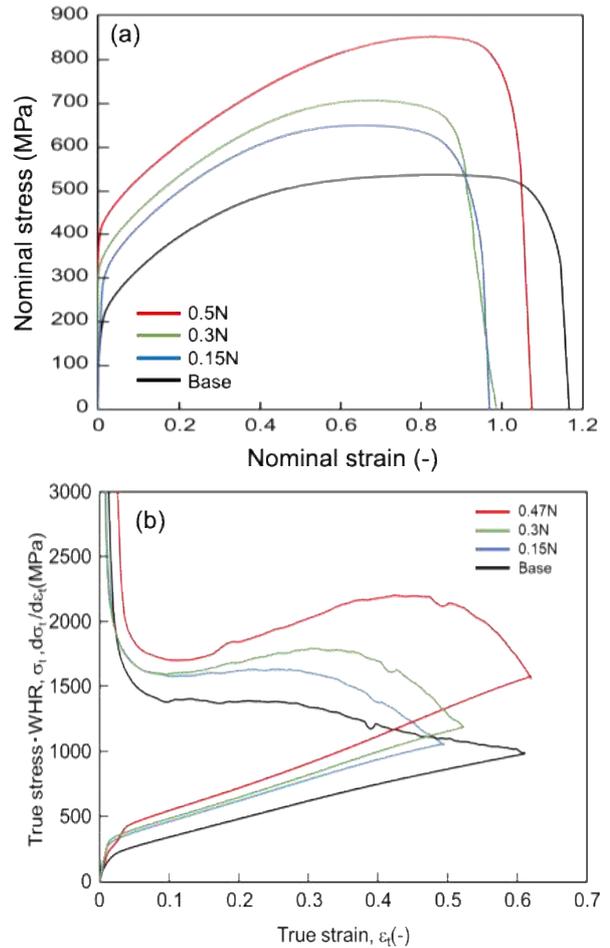


Fig. 2 Nominal stress–nominal strain curves (a) and work-hardening rate curves (b) in Base, 0.15N, 0.3N and 0.5N steels.

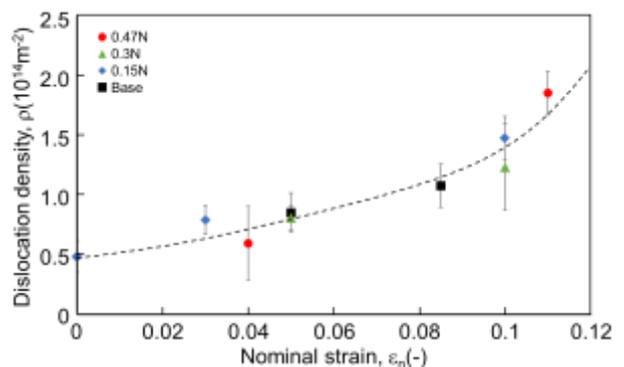


Fig. 3 Changes in dislocation density as a function of nominal strain in tensile-strained Base, 0.15N, 0.3N and 0.5N steels.

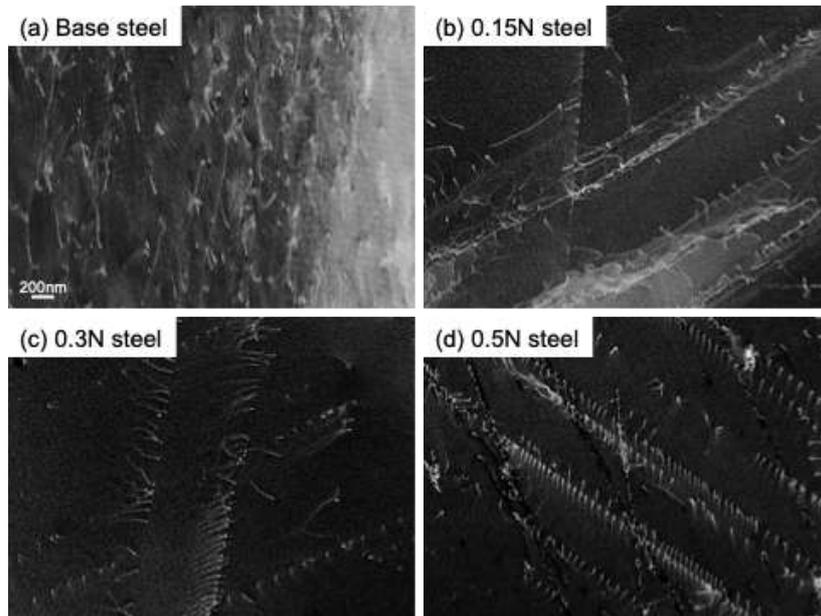


Fig. 4 ECC images of 5% strained Base, 0.15N, 0.3N and 0.5N steels.

### 3.2 転位プラナリティの定量評価

Fig. 4 は公称ひずみを 5%与えた各鋼種の ECC 像を示す。Base 鋼では転位は比較的ランダムに分布しているのに対し、0.15N、0.3N 鋼ではランダムな分布をしている転位が存在する領域と、転位が一直線に並んだプラナー転位列が形成されている領域が混在していることが確認された。さらに、最も窒素量の多い 0.5N 鋼では、さらに多くの転位がプラナー転位列を示しているように見える。従来の研究では、窒素添加鋼においてプラナー転位列が形成されることは報告されてきたが、その形成度合いを定量的に評価する指標については十分に議論されていない。そのため、窒素添加鋼の加工硬化挙動を評価する上で、転位形態を定量的に表現可能なパラメータを導入することが重要である。

本研究では、転位プラナー化の程度を定量的に評価する指標として、「プラナー度 (Planarity Index)」を定義した。プラナー度は、粒界から 2.5  $\mu\text{m}$  離れた位置において、約 10  $\mu\text{m}^2$  の範囲を設定し、ECC 像で観察された各転位の形態をもとに算出した。まず、転位の識別は目視で行い、複数の転位が重なって見えるものや、コンタミや傷の疑いがあるものはプラナー度の計測対象からは除外した。プラナー度は、観察された全転位のうち、転位間隔が 200 nm 以下で、かつ平行に 3 本以上配列した転位 (プラナー転位) の本数を、全転位数で除し

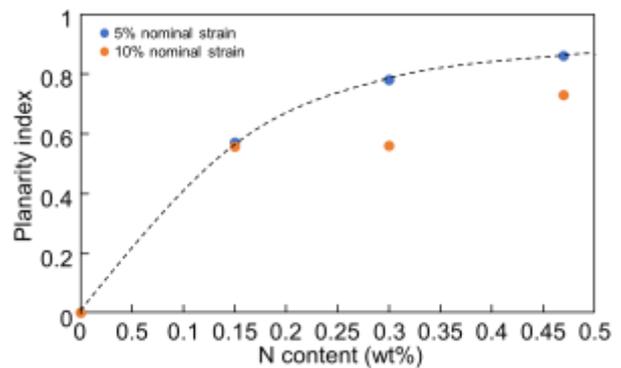


Fig. 5 Changes in planarity index at 5% and 10% nominal strain as a function of nitrogen content.

た値として定義した。

Fig. 5 は 5% および 10% の公称ひずみを与えた試料における窒素量とプラナー度の関係を示す。Base 鋼ではひずみの大きさによらず転位がランダムかつ絡み合って配列しており、転位を 1 本ずつ見分けることが困難であったため、プラナー度を 0 とした。一方、0.15N 鋼では観察された転位のおよそ半数がプラナーに配列していることが定量的に示された。窒素量が増加するとさらにプラナー度は上昇しているが、その増加傾向は緩やかになっている。ここで、Fig. 4 に示す 5% 公称ひずみ材では転位の間隔が比較的広く、容易に転位を 1 本ずつ識別することができるのに対し、ひずみを 10% まで増やすと転位同士の間隔が狭くなり、個々の転位を明確に識別することが困難となった。その結果、計測対象

となる転位数が減少し、プラナー度の評価における誤差が増大していると考えられる。

転位の識別を目視で行う場合、解析に時間を要することに加え、測定対象となる転位の本数が少ないため誤差が大きくなることや、測定者の主観が結果に影響するなどの問題が生じる。そのため、本研究では画像解析ソフトを用いた定量評価にも取り組んだ。転位組織の定量評価には、画像解析の代表的なフリーソフトである ImageJ の機能の一つである Fiji パッケージの中の Trainable Weka Segmentation (TWS) を用いた<sup>7)</sup>。Fig. 6 は画像解析結果の一例と、5%公称ひずみ材のプラナー度を目視評価と画像解析で比較した結果を示す。画像解析では、赤線をプラナー転位、緑線をそれ以外の転位としている。目視評価と同様、画像解析においても窒素量の増加に伴いプラナー度は増加しており、両者に極端の相違は見られなかった。目視評価ではプラナー度測定対象の転位が 80–200 本（写真 1 枚に対して解析）であったのに対し、画像解析では約 1000–1900 本（写真 5 枚に対して解析）と、画像解析では容易に多くの転位の解析が可能である。

### 3.3 プラナー度と加工硬化率の関係

Fig. 7 は画像解析による 5%公称ひずみ時点でのプラナー度と加工硬化率の関係を示す。プラナー度と加工硬化率の間には良好な直線関係が得られており、高プラナー材ほど高い加工硬化率を示している。

同一すべり面上を運動する転位は同一のバーガースベクトルを持つため前後の転位は互いに斥力を生じる。ここに転位源から別の転位が近づいてくると先行の転位による応力場から運動を妨げる方向にバックストレスが働く、堆積する転位が増えるほどこのバックストレスは増加し、転位運動を妨げることで、窒素鋼は高い加工硬化率を示していると考えられている<sup>4,5)</sup>。交差すべりが抑制され、プラナー度が高くなるほど同一すべり面上に密集する転位数は増加するため、後続転位へのバックストレスは増大し、後続転位を動かすために必要な応力が上昇する。すなわち、加工硬化率が上昇する。

以上のように、転位のプラナー度の程度に応じ

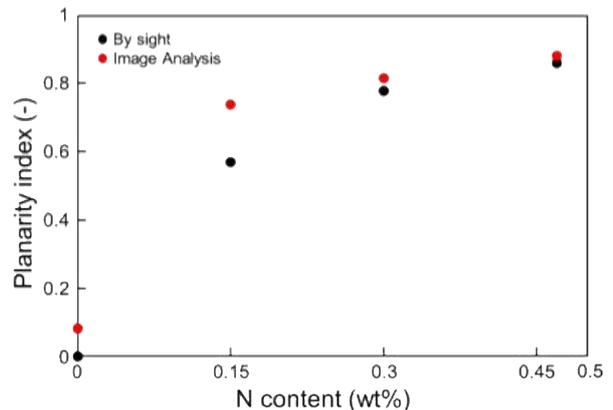
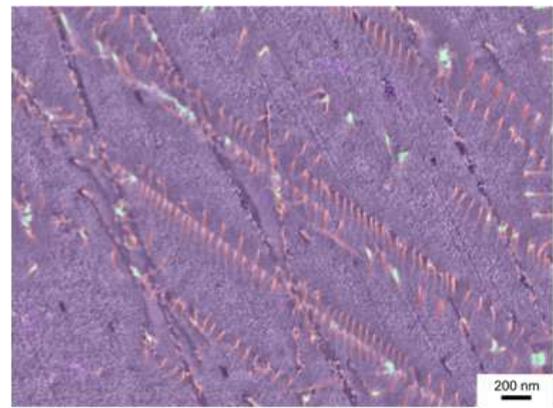
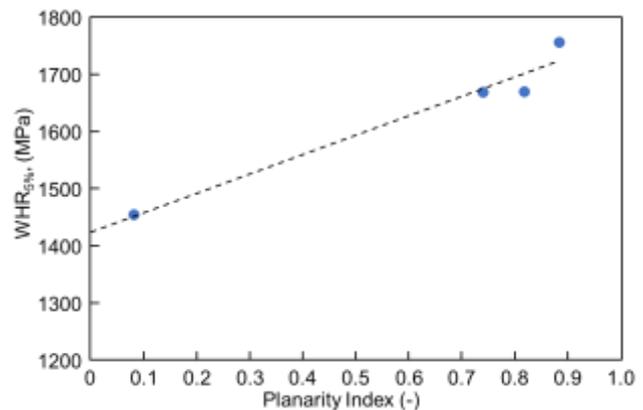


Fig. 6 Example of image analysis result for 0.5N steel and changes in planarity index as a function of nitrogen content in 5% strained specimens.

Fig. 7 Changes in work-hardening rate at 5% nominal strain as a function of planarity index at 5% nominal strain.



strain as a function of planarity index at 5% nominal strain.

て内部に形成される長範囲応力場の大きさが変化し、加工硬化挙動に影響を与えられられる。したがって、本研究で導入した転位形態の評価指標「プラナー度」は、プラナー転位に支配された変形機構を定量的に議論する上で重要な役割を果たすと期待される。

## 4. おわりに

窒素量の増加に伴い交差すべりが抑制され、プラナー転位列の形成が促進される。「プラナー度」を定義し、画像解析を用いてプラナー転位列の形成度合いを定量的に評価することで、窒素鋼の加工硬化挙動を理解するための足がかりとなった。

## 謝辞

画像解析を用いたプラナー度測定を実施するにあたり、解析手法をご教示いただきました名古屋大学・足立吉隆教授に心より謝意を表します。

## 文献

1) K. J. Irvine, D. T. Llewellyn and F. B. Pickering: *J.*

*Iron Steel. Inst.*, **199** (1961), 153.

2) M. Yoshitake, T. Tsuchiyama and S. Takaki: *Tetsu-to-Hagané*, **98** (2012), 223 (in Japanese).

3) K. Tsuboi, T. Tsuchiyama, S. Takaki and S. Tsutsumi: *ISIJ Int.*, **52** (2012), 1872.

4) T. Masumura, Y. Seto, T. Tsuchiyama and K. Kimura: *Netsu Shori*, **59** (2019), 222 (in Japanese).

5) T. Masumura, Y. Seto, T. Tsuchiyama and K. Kimura: *Mater. Trans.*, **61** (2020), 678.

6) J. E. Bailey and P. B. Hirsch: *Philos. Mag.*, **5** (1960), 485.

7) M. Taguchi, S. Hirokawa, I. Yasuda, K. Tokuda and Y. Adachi: *Tetsu-to-Hagané*, **103** (2017), 142 (in Japanese).

# 摩擦攪拌接合した二相ステンレス鋼中のフェライトとオーステナイトの強化機構：その場中性子回折法を用いた評価

山下享介<sup>a)</sup>、小山元道<sup>b)</sup>、ゴンウー<sup>c)</sup>、川崎卓郎<sup>c)</sup>、  
ハルヨステファヌス<sup>c)</sup>、潮田浩作<sup>a)</sup>、藤井英俊<sup>a)</sup>  
a) 大阪大学 接合科学研究所  
b) 東北大学 金属材料研究所  
c) 日本原子力研究開発機構 J-PARC センター

## 1. はじめに

二相ステンレス鋼は体心立方構造(BCC)のフェライト( $\alpha$ )相と面心立方構造(FCC)のオーステナイト( $\gamma$ )相から成る代表的な二相合金である<sup>1)</sup>。両相の特性を併せ持つことにより、二相ステンレス鋼は単相では実現が困難な高強度、良好な延性、優れた耐食性を有している。二相ステンレス鋼の優れた機械的特性の発現には、微視組織形態<sup>2,3)</sup>、相分率<sup>4)</sup>、相間の応力分配<sup>5-7)</sup>、各構成相の変形挙動<sup>8,9)</sup>に強く支配されていることが指摘されている。この二相ステンレス鋼を構造部材として適用する場合、接合は避けられない工程であるが、従来の熔融溶接では、熔融・凝固過程において接合部の微視組織と相分率が大きく変化し、機械的特性や耐食性の低下を招くことが知られている<sup>10,11)</sup>。そのため、接合部内の微視組織制御が可能な接合技術の適用が切望されている。

摩擦攪拌接合(Friction stir welding: FSW)は、回転ツールにより生じる摩擦熱と塑性流動を利用して接合を達成する固相接合法である<sup>12,13)</sup>。この FSW では、ツール回転速度の減少、または接合速度の増加により、接合中の最高到達温度(接合温度)を低減できる<sup>12)</sup>。加えて、FSW の特徴の一つに、その攪拌部において、動的再結晶により超微細粒組織が形成される点が挙げられる<sup>12-14)</sup>。そのため、FSW は接合部の微視組織制御と機械的特性の向上を同時に実現できる可能性を有している。二相ステンレス鋼に対する FSW では、攪拌部の微視組織に着目した研究が数多くなされており、結晶粒径<sup>15,16)</sup>、形態<sup>16,17)</sup>、集合組織<sup>15-19)</sup>、耐食性<sup>20,21)</sup>、不純物の形

成<sup>22)</sup>などが報告されている。Emami ら<sup>17)</sup>は、FSW した二相ステンレス鋼攪拌部で母材(Base metal: BM)と同等の  $\gamma$  相分率を得られることを報告し、FSW が熔融溶接の有する課題を克服し得る可能性を示した。著者ら<sup>23)</sup>は過去に異なる3種類の入熱条件で二相ステンレス鋼に対して FSW を行い、特に板厚方向に沿った微視組織の不均一性について検討した。その結果、最も低い入熱条件では、 $\gamma$  粒径が 1  $\mu\text{m}$  未満の超微細粒領域まで微細化され、相分率も BM と同程度となることが明らかとなった。加えて、 $\alpha$  相と  $\gamma$  相の積層欠陥エネルギー(Stacking fault energy: SFE)差により、高温変形中の回復過程が異なり、 $\alpha$  相は主に動的回復が、 $\gamma$  は主に動的再結晶が支配的となることを報告した。これらの知見は、FSW により作製された二相ステンレス鋼接合部が、微細化された微視組織により優れた機械的特性を有する可能性を示唆している。

二相ステンレス鋼の FSW 接合部は上述のように優れた機械的特性が予想されるが、その機械的特性に関する研究は比較的少ない。Saeid ら<sup>24)</sup>は、種々の接合速度で FSW した二相ステンレス鋼継手の引張強度を調査し、接合速度が速いほど高い強度が得られる傾向があることを報告した。Mishra ら<sup>25)</sup>は、二相ステンレス鋼接合部の引張特性のひずみ速度依存性を評価し、BM と同様にひずみ速度の増加により強度は増加する一方で、全伸びは低下することを示した。これらの研究を通じて、FSW した二相ステンレス鋼の降伏強度および引張強度は BM を上回るが、伸びは低下する傾向が示されている。しかし、接合条件と引張特性(降伏強度、引張強度、伸びなど)との相関は報告されているが、その背景にある変形・強化機構は十分に解明されて

いない。FSW により生じる微視組織形態、粒径、相分率の変化は、巨視的な全体の強度だけでなく、各構成相の変形応答にも影響を及ぼすと考えられる。したがって、FSW した二相ステンレス鋼接合部の変形挙動および相間の応力分配挙動を評価することは、二相合金の機械的特性を支配する機構を理解する上で極めて重要である。

二相合金の強化機構に対する包括的な理解には、各構成相の変形挙動と相間の応力分配挙動に関する詳細な知見が不可欠である。引張変形中その場中性子回折測定は、結晶性材料における各構成相の変形挙動を同時に評価できる最も強力な手法の一つである<sup>26-28)</sup>。格子ひずみの変化から、各構成相の担う強度を定量的に評価でき、変形中における各構成相の役割を明確化できる。著者らの過去の研究<sup>29)</sup>では、焼鈍した二相ステンレス鋼に対して引張変形中その場中性子回折測定を行い、 $\alpha$ 相が硬質相、 $\gamma$ 相が軟質相としてふるまい、 $\gamma$ 相が主に加工硬化に寄与することを示した。しかし、FSW した二相ステンレス鋼接合部では、結晶粒径、微視組織形態、相分率が BM と大きく異なるため、 $\alpha$ 相と  $\gamma$ 相の強度や加工硬化への寄与は従来の知見<sup>5, 29)</sup>と必ずしも一致しない可能性がある。そのため、FSW した二相ステンレス鋼における各構成相の変形挙動に対する役割を明確にすることは重要な課題である。

本研究では、接合温度が比較的低温または高温となる条件で二相ステンレス鋼に対して FSW を行い、得られた接合部に対して引張変形中その場中性子回折測定を実施した。回折パターンに基づき、各構成相の変形挙動、相間および粒内の応力分配、 $\alpha$ 相および  $\gamma$ 相の強度への寄与を系統的に評価した。本研究は FSW により形成された特異な微視組織の強化機構に関する基礎的な知見を提供するものである。

## 2. 実験方法

### 2.1 試料、接合条件および微視組織観察

供試鋼として、市販の二相ステンレス鋼 JIS SUS329J4L(Fe-25Cr-6.5Ni-3.0Mo-0.2N (in mass%))を BM として用いた。寸法が 50 mm 幅×200 長×2 mm 厚の同一板材 2 枚を突き合わせて FSW を実施した。

FSW ツールにはショルダ径 12 mm、プローブ径 4 mm、プローブ長 1.8 mm の WC 超硬合金製ツールを用いた。板材は長手方向が圧延方向 (Rolling direction: RD) と平行になるように配置し、RD に沿って接合した。裏当て板には窒化ケイ素( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )を用い、前進角は  $3^\circ$  とした。シールドガスとして Ar ガスを 25 L/min の流量で供給した。接合速度は 150 mm/min で一定とし、回転速度を 300 rpm および 600 rpm とすることで、接合温度を比較的低温または高温とした。各接合条件で得られた継手は回転速度の値を用いて FSW300 および FSW600 と称する。過去の研究<sup>23)</sup>において、回転速度 800 rpm における接合温度は 1273 K 以下と推定されていることから、本研究の接合温度はそれよりも低く、FSW は  $\alpha+\gamma$  二相域温度で実施されたと考えられる。

Fig. 1a に試験片の採取位置と試料座標系の模式図を示す。微視組織観察用の短形試験片は、ワイヤカット放電加工機を用いて継手から採取した。接合方向 (Welding direction: WD) に垂直な断面を SiC 耐水研磨紙(#240-#4000)で研磨した後、1  $\mu\text{m}$  のダイヤモンドペーストでバフ研磨を行い、最終的に粒径 60 nm のコロイダルシリカで鏡面に仕上げた。電子線後方散乱回折 (Electron backscattered diffraction: EBSD) 測定は、加速電圧 15 kV、ステップサイズ 0.05  $\mu\text{m}$  で、WD に垂直な面に対して実施した。EBSD 測定で得たデータは OIM™ 解析ソフトウェア (ver. 7.3.1) を用いて解析した。信頼性指数 (Confidence index: CI) が 0.05 以下の解析点はノイズとして除去した。平均結晶粒径は、方位差  $15^\circ$  以上の粒界を基準として算出した。なお、 $\gamma$  粒内の双晶境界も方位差  $15^\circ$  以上の高角粒界として取り扱った。

### 2.2 中性子回折

引張試験片の模式図を Fig. 1b に示す。標点間距離 25 mm、幅 3 mm の板状試験片を作製し、長手方向が RD または WD と平行になるようにした。FSW により導入された表面起伏を除去するため、試験片表面を耐水研磨紙(#240-#1500)で研磨した。研磨後の試験片厚さは約 1.4 mm であった。

引張変形中その場中性子回折測定は、J-PARC の物質・生命科学実験棟に設置された飛行時間型工学材料回折装置 TAKUMI<sup>30)</sup>を用いて、298 K にて実施した。TAKUMI の装置レイアウトを Fig. 2 に示す。

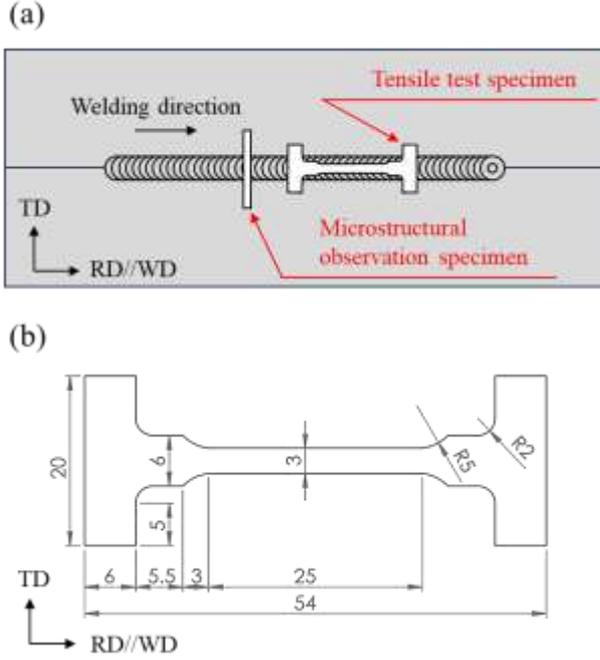


Fig. 1 Schematic of (a) the sampling positions for specimen preparation and (b) tensile test specimen.<sup>56)</sup>

負荷方向>Loading direction: LD)は、入射中性子ビームに対して 45°となるようにした。散乱ベクトルが LD に平行な回折データは軸方向検出器で、LD に垂直な方向(Normal direction: ND)のデータは横方向検出器で取得した。入射ビームスリットは 5 mm 幅×5 mm 高とし、5 mm 幅の一對のラジアルコリメータを使用した。中性子ビーム出力は 800 kW であった。

引張試験は、公称ひずみ 0.5%まではひずみ速度  $2.0 \times 10^{-6}$  /s で負荷し、それ以降ではクロスヘッドスピード 0.02 mm/min(初期ひずみ速度  $2.0 \times 10^{-5}$  /s)で破断まで実施した。巨視的なひずみはひずみゲージにより測定した。中性子回折測定は試験片が最大引張強度に達するまで継続し、180 s ごとにデータを時分割して解析点とした。

### 2.3 中性子回折のデータ解析

変形前後における中性子照射体積内の平均相分率は、Z-Rietveld ソフトウェア<sup>31)</sup>を用いてリートベルト精緻化法を用いて決定した。LD に平行な複数の  $hkl$  面の格子面間隔は、同様のソフトウェアを用いてシングルピークフィッティング法により求めた。各相の LD 方向の  $hkl$  面の格子ひずみ( $\varepsilon_i^{hkl}, i = \alpha$  and  $\gamma$ )は以下の式により算出した。

$$\varepsilon_i^{hkl} = \frac{d_i^{hkl} - d_{i,0}^{hkl}}{d_{i,0}^{hkl}} \quad (1)$$

ここで、 $d_i^{hkl}$ は変形中の各相における $[hkl]$ /LD 粒の格子面間隔であり、 $d_{i,0}^{hkl}$ は変形前の基準格子面間隔である。LD に沿った相応力( $\sigma_i, i = \alpha$  and  $\gamma$ )は、初期集合組織の違いや変形中の集合組織の変化の影響を極力排除するために、Gong ら<sup>32)</sup>および Mao ら<sup>33)</sup>が提案した以下の式を用いて導出した。

$$\sigma_i = \sum_0^m f_i^{hkl} \cdot E_i^{hkl} \cdot \varepsilon_i^{hkl} \quad (2)$$

ここで、 $f_i^{hkl}$ は各相の $[hkl]$ /LD 粒の相分率であり、 $E_i^{hkl}$ は各相における $[hkl]$ /LD 粒の弾性定数である。 $f_i^{hkl}$ は以下の式から求めた。

$$f_i^{hkl} = \frac{I_i^{hkl}/R_i^{hkl}}{\sum_0^m I_i^{hkl}/R_i^{hkl}} \quad (3)$$

ここで、 $I_i^{hkl}$ は各相の $[hkl]$ /LD 回折ピークの実測した積分強度であり、 $R_i^{hkl}$ は完全ランダムな集合組織を仮定した場合の理想積分強度である。 $\sigma_\alpha$ は 110- $\alpha$ 、200- $\alpha$ 、211- $\alpha$  の反射ピークから、 $\sigma_\gamma$ は 111- $\gamma$ 、200- $\gamma$ 、220- $\gamma$ 、311- $\gamma$  の反射ピークから求めた。

さらに、同ソフトウェアを用いて、変形中の複数の  $hkl$  ピークの半値全幅(Full width at half maximum: FWHM)およびピーク積分強度の変化も評価した。FWHM は各ピーク位置で、積分強度は各試験片の変形前の値でそれぞれ規格化した。

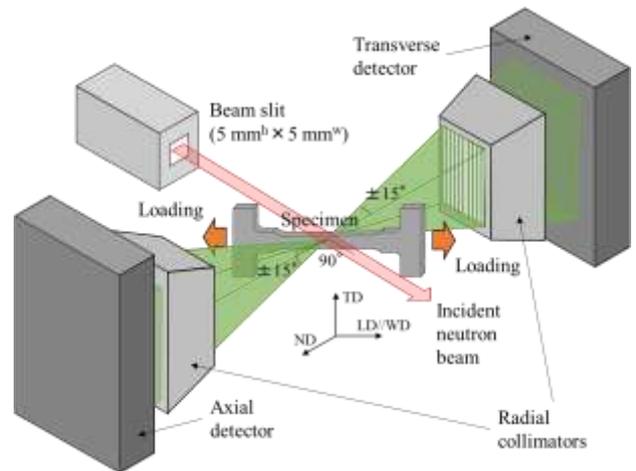


Fig. 2 Schematic of experimental setup of *in situ* neutron diffraction during tensile testing.<sup>56)</sup>

### 3. 結果

#### 3.1 初期組織と回折パターン

Fig. 3a および 3b に、EBSD 法により得た BM の  $\alpha$  相および  $\gamma$  相の RD 逆極点図(Inverse pole figure: IPF) マップを示す。 $\alpha$  粒は主に RD に対して  $\langle 110 \rangle$  が、 $\gamma$  粒は主に  $\langle 111 \rangle$  および  $\langle 100 \rangle$  が配向しており、強い圧延集合組織が形成されていた。EBSD 法により推定された  $\alpha$  と  $\gamma$  の面積率はそれぞれ 53.5% と 46.5% であり、平均粒径はそれぞれ 4.86  $\mu\text{m}$  と 2.04  $\mu\text{m}$  であった。

Fig. 4a および 4b に FSW600 および FSW300 から得た  $\alpha$  相の WD-IPF マップをそれぞれ示す。いずれの試料も、 $\alpha$  相の集合組織は BM と比較してランダムであった。 $\alpha$  相の面積率は、FSW600 で 69.3%、FSW300 で 57.1% であり、平均粒径はそれぞれ 4.52  $\mu\text{m}$  と 2.40  $\mu\text{m}$  であった。FSW600 の  $\alpha$  粒径は BM とほぼ同等であったが、FSW300 では顕著な微細化が生じており、BM の約半分まで減少した。

Fig. 4c および 4d に FSW600 と FSW300 から得た  $\gamma$  相の WD-IPF マップを示す。 $\alpha$  相と同様に  $\gamma$  相も BM と比較して集合組織はランダムとなった。FSW600 および FSW300 における  $\gamma$  の面積率はそれぞれ 30.7% と 42.9% であり、平均粒径はそれぞれ 1.46  $\mu\text{m}$  と 0.90  $\mu\text{m}$  であった。いずれの試料も  $\gamma$  粒は BM よりも微細であった。FSW300 の  $\gamma$  面積率は BM とほぼ同等であったが、FSW600 では  $\alpha$  相分率が増加した。この傾向は我々の過去の研究結果<sup>23)</sup>と一致している。

Fig. 5 に引張試験前の BM および FSW 材の中性子回折パターンを示す。Fig. 5a に示す BM では、110- $\alpha$ //LD、111- $\gamma$ //LD および 200- $\gamma$ //LD に対応する回折ピークが強く現れており、顕著な圧延集合組織が確認され、EBSD の観察結果とも一致していた。回

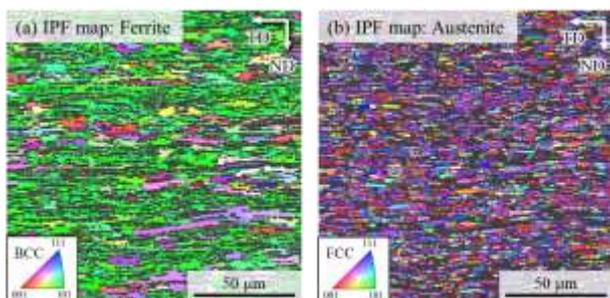


Fig. 3 EBSD inverse pole figure maps of the BM: (a) ferrite and (b) austenite.<sup>56)</sup>

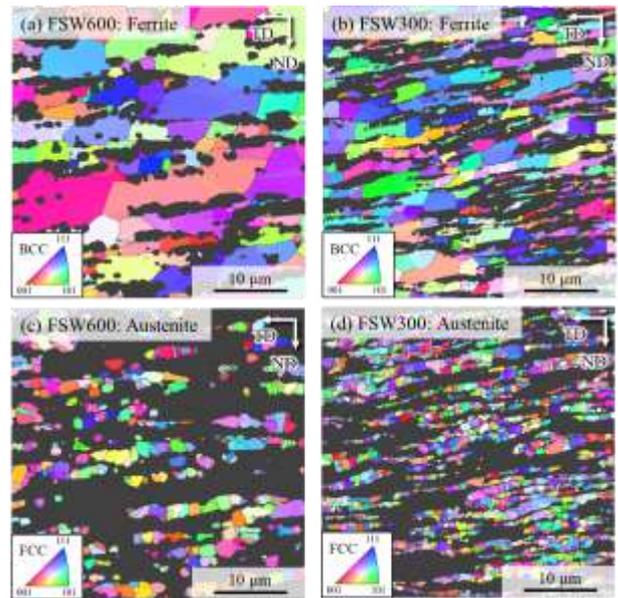


Fig. 4 EBSD inverse pole figure maps of FSWed specimens: Ferrite in (a) FSW600 and (b) FSW300, while austenite in (c) FSW600 and (d) FSW300, respectively.<sup>56)</sup>

折パターンから推定された相分率は、 $\alpha$  相が 53.7%、 $\gamma$  相が 46.3% であった。それに対して、FSW600 および FSW300 の回折パターン (Fig. 5b および 5c) では、LD と ND でその形状がほぼ同一であり、集合組織はランダムであったと示唆される。 $\alpha$  相と  $\gamma$  相の分率は、FSW600 ではそれぞれ 58.9% と 41.1% であり、FSW300 ではそれぞれ 55.4% と 44.6% であった。EBSD と中性子回折の相分率の結果は、BM と FSW300 では比較的良い一致を示したが、FSW600 では約 10% の差が認められた。この差は、接合部における板厚方向<sup>21, 23)</sup> および幅方向<sup>16)</sup> に沿った微視組織の不均一性に起因していると推察される。EBSD が局所的な情報を反映しているのに対し、中性子回折はバルク平均情報を反映するため、全体的な相分率の議論では、中性子回折から得た値の方が信頼性が高いと判断される。

#### 3.2 巨視的な引張特性

Fig. 6a に BM および FSW 材の公称応力-公称ひずみ曲線を示す。代表的な機械的特性として、0.2% 耐力、引張強度、均一伸びおよび全伸びを Table 1 にまとめた。BM と比較して、FSW 材は接合条件によらず高い降伏強度と引張強度を示したが、均一伸びと全伸びは減少した。FSW300 は FSW600 よりも高い強度を有し、結晶粒微細化により高強度化していたと推察される。一般に、金属

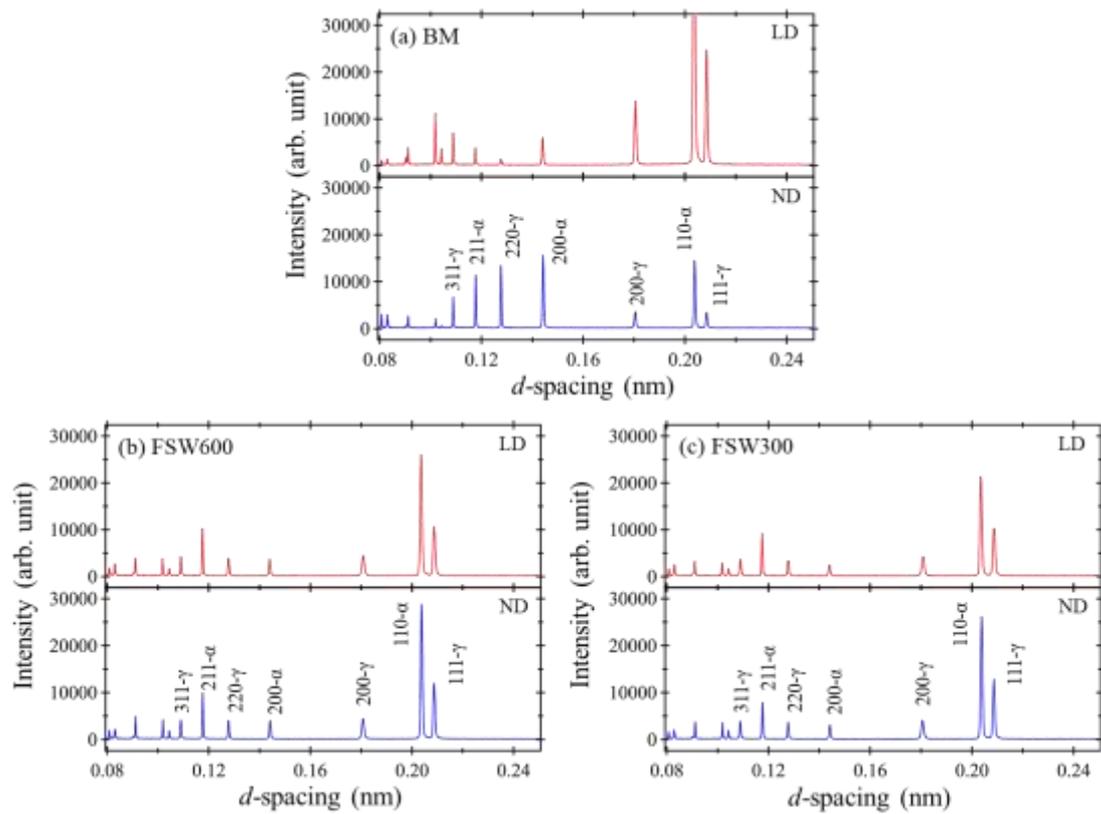


Fig. 5 Diffraction patterns before tensile test for the LD and ND: (a) BM, (b) FSW600, and (c) FSW300.<sup>56)</sup>

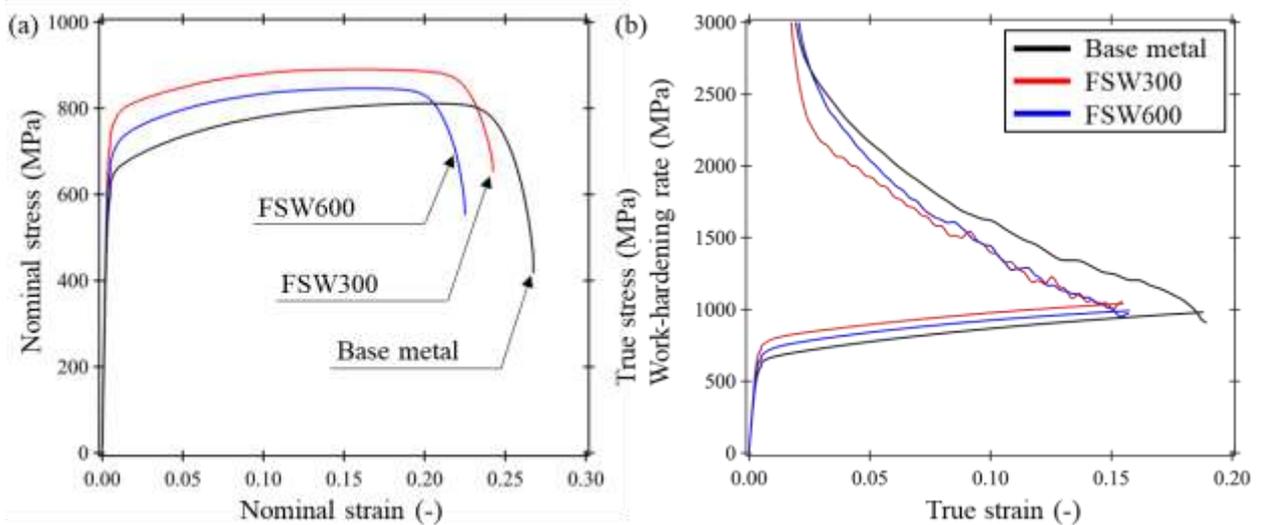


Fig. 6 (a) Nominal stress vs. nominal strain curves and (b) true stress and work-hardening rate vs. true strain curves of BM and FSWed specimens.<sup>56)</sup>

材料の強度と延性にはトレードオフの関係が存在する<sup>34)</sup>。しかし、より微細粒で高い強度を有する FSW300 は、FSW600 よりも高い強度と全伸びを示した。両 FSW 材の均一伸びはほぼ同程度であったことから、FSW300 における全伸びの向上は、均一伸びの低下の抑制とネッキング後の伸び(局部伸び)の改善に起因すると考えられる。結晶粒微細化は、ボイドの形成・成長挙動を変化させ、微細なボイ

ドをより均一に分散させるとともに、その合体を抑制することが知られている<sup>35,36)</sup>。さらに、過去の中性子回折を用いた研究では、結晶粒微細化によって変形機構によらず各結晶粒内の変形がより均一化されることが示されている<sup>37,38)</sup>。本研究においても、粒内ひずみの不均一性が低減し、FSW300 の局部伸び向上に寄与した可能性がある。

Fig. 6b に真応力および加工硬化率を真ひずみに対

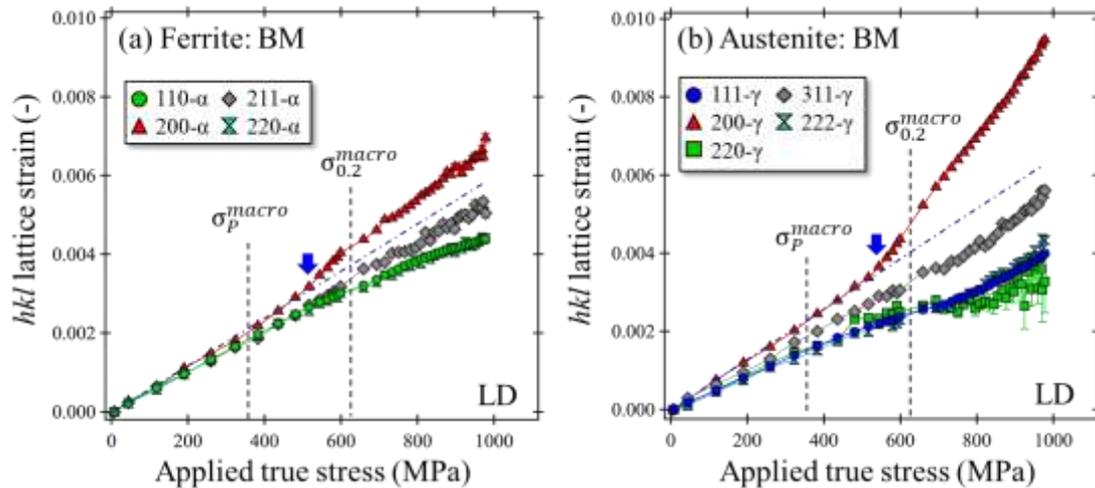


Fig. 7 Changes in the lattice strains for several  $hkl$  peaks of (a) ferrite and (b) austenite in the BM as a function of applied true stress.<sup>56)</sup>

してプロットした結果を示す。BM は FSW 材よりも一貫して高い加工硬化率を示した。変形初期(ひずみ 2~8%)では、FSW300 の加工硬化率は BM や FSW600 よりわずかに低かった。変形後期(8%ひずみ以上)では、FSW300 と FSW600 の加工硬化率はほぼ一致しており、変形後期における加工硬化率の低下が FSW300 では FSW600 と比較して抑制されていたと示唆される。この抑制は、FSW300 における均一伸び低下の抑制に関連していると考えられる。

### 3.3 格子ひずみの分配挙動

Fig. 7a および 7b に、印加応力に対する BM の  $\epsilon_{\alpha}^{hkl}$  および  $\epsilon_{\gamma}^{hkl}$  の変化を示す。  $\sigma_p^{macro}$  および  $\sigma_{0.2}^{macro}$  はそれぞれ巨視的な比例限と 0.2%耐力の値を表している。図中の青一点鎖線は  $\epsilon_{\alpha}^{200}$  および  $\epsilon_{\gamma}^{200}$  の弾性変形域における近似直線を示し、矢印はこれらの格子ひずみが弾性挙動から逸脱し始める応力レベルを表している。  $\alpha$  相(Fig. 7a)では、  $\epsilon_{\alpha}^{hkl}$  は  $\sigma_p^{macro}$  まで線形に増加した。約 510 MPa 付近で  $\epsilon_{\alpha}^{200}$  がより顕著に増加し始め、  $\sigma_p^{macro}$  以降ではその傾きがわずかに低下したものの、  $\epsilon_{\alpha}^{hkl}$  は引き続き増加した。解析した方位の中では、  $\epsilon_{\alpha}^{200}$  が最大の増加を示し、  $\epsilon_{\alpha}^{110}$  が最小であった。それに対して、  $\epsilon_{\alpha}^{211}$  はそれらの中間的な挙動を示した。印加応力の増大に伴い、  $\epsilon_{\alpha}^{110}$  と  $\epsilon_{\alpha}^{200}$  の差は拡大した。  $\gamma$  相では、  $\sigma_p^{macro}$  以下でも格子ひずみの分配が観察された。これは  $\gamma$  相の弾性異方性を反映している。  $\epsilon_{\gamma}^{hkl}$  は  $\sigma_p^{macro}$  を超えて線形に増加したが、  $\epsilon_{\gamma}^{200}$  は約 540 MPa 付近で近似直線から顕著に逸脱した。これは  $\gamma$  相における塑性変形の開

始が  $\alpha$  相よりも遅いことを示唆している。印加応力の増加に伴い、  $\epsilon_{\gamma}^{200}$  は  $\epsilon_{\gamma}^{111}$  および  $\epsilon_{\gamma}^{220}$  よりも顕著に増加し、  $\epsilon_{\gamma}^{311}$  は中間的な挙動を示した。変形の進行とともに、  $\epsilon_{\gamma}^{111}$  と  $\epsilon_{\gamma}^{200}$  の差は拡大した。これらの結果は、回折弾性定数、シュミット因子および各  $[hkl]$  方位粒の塑性変形能の違いに起因した  $\alpha$  相および  $\gamma$  相内部における  $[hkl]$  結晶粒群間の応力分配を示している。

Fig. 8a-8d に FSW600 および FSW300 における  $\epsilon_{\alpha}^{hkl}$  および  $\epsilon_{\gamma}^{hkl}$  の印加応力に対する変化を示す。いずれの FSW 材も  $\sigma_p^{macro}$  以下で格子ひずみの分配が生じていた。 FSW600(Fig. 8a)では、  $\epsilon_{\alpha}^{200}$  が約 650 MPa 付近で弾性変形の近似直線から逸脱したのに対し、 FSW300(Fig. 8b)では、約 710 MPa で逸脱していた。これは、特に結晶粒が微細な FSW300 において、  $\alpha$  相の塑性変形の開始応力がより高いことを示唆している。特筆すべき点として、両 FSW 材は BM とは異なり、  $\epsilon_{\alpha}^{211}$  は  $\epsilon_{\alpha}^{110}$  と同程度の値を示し、  $\epsilon_{\alpha}^{110}$  と  $\epsilon_{\alpha}^{200}$  の中間の挙動を示していなかった。この理由は現時点で不明であり、今後詳細な検討を要する。本研究の結果から、FSW 材における  $[211]-\alpha$  粒群は平均的な格子ひずみ挙動を代表していないと考えられ、解析において注意すべきである。  $\gamma$  相(Fig. 8c および 8d)では、変形開始直後から格子ひずみ分配が生じた。  $\epsilon_{\gamma}^{200}$  が近似直線から逸脱し始める応力は  $\epsilon_{\alpha}^{200}$  と一致しており、  $\alpha$  相と  $\gamma$  相の降伏応力はほぼ同等であると考えられる。  $\sigma_{0.2}^{macro}$  を超えると、  $\epsilon_{\gamma}^{200}$  および  $\epsilon_{\gamma}^{311}$  は単調に増加したが、  $\epsilon_{\gamma}^{111}$  および  $\epsilon_{\gamma}^{220}$  は一旦減少した後に再び増加した。これは塑性変形の開始に伴う応力緩和を反映した挙動であると考え

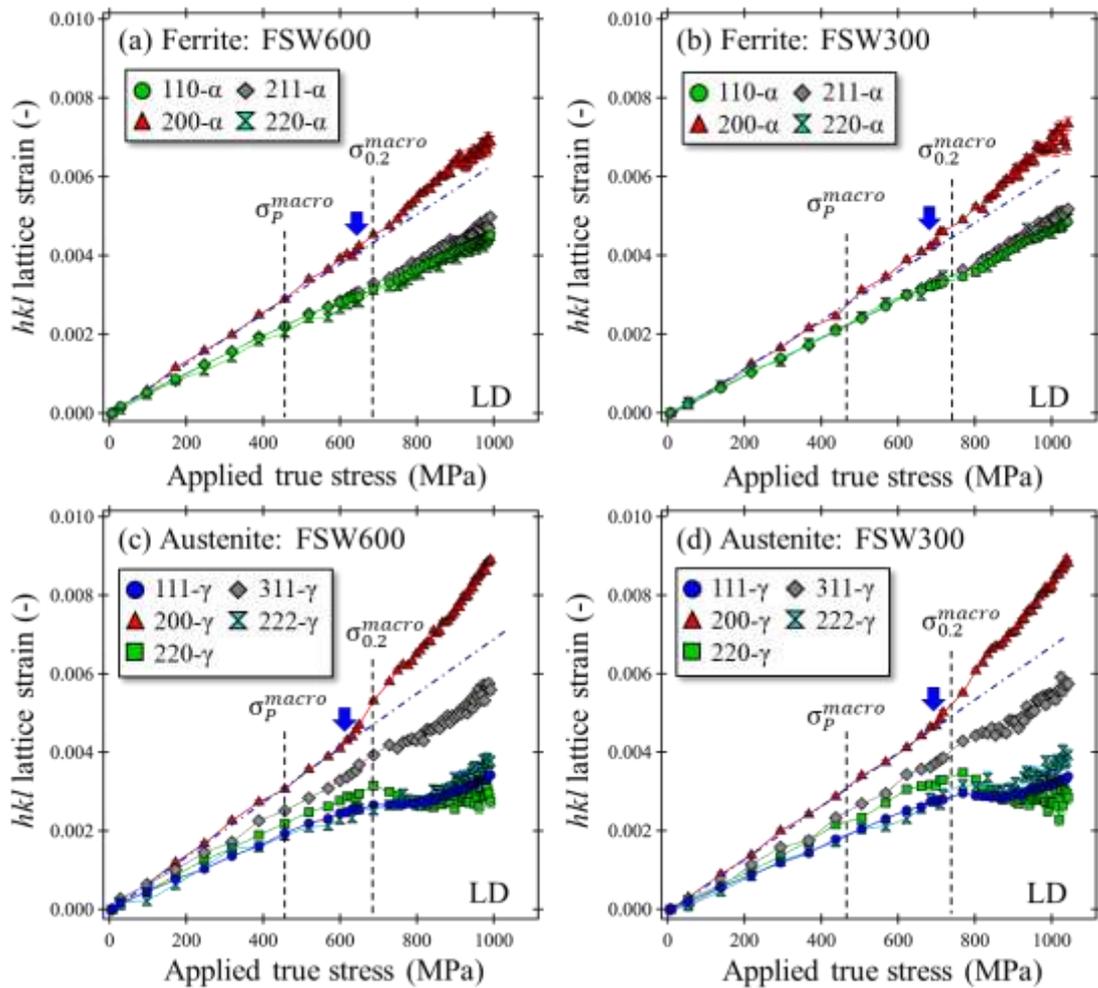


Fig. 8 Changes in the lattice strains of FSWed specimens as a function of applied true stress. Changes are shown for several hkl peaks of ferrite in the (a) FSW600 and (b) FSW300, while of  $\gamma$  in the (c) FSW600 and (d) FSW300.<sup>56)</sup>

えられる。変形の進行とともに、 $\epsilon_{\gamma}^{111}$ と $\epsilon_{\gamma}^{200}$ の差はいずれの FSW 材においても拡大した。BM と同様に $\epsilon_{\gamma}^{311}$ は中間的な格子ひずみの変化を示した。ここで、結晶学的に等価な[111]- $\gamma$  および[222]- $\gamma$  が、塑性変形中に異なる格子ひずみ挙動を示したことは注目に値する。この差は BM(Fig. 7b)ではほとんど生じておらず、 $\epsilon_{\gamma}^{111}$ と $\epsilon_{\gamma}^{222}$ はほぼ同一の挙動を示していた。これは、低 SFE を有する FCC 合金で報告されている Stacking fault probability (SFP)の増加に起因するものと推察される<sup>39-41)</sup>。積層欠陥の形成が変形挙動に及ぼす影響については第 4 章で議論する。

### 3.4 構成相間の応力分配挙動

Fig. 9a に BM の相応力 $\sigma_i$ を印加応力に対してプロットした結果を示す。 $\sigma_p^{macro}$ および $\sigma_{0.2}^{macro}$ はそれぞれ巨視的な比例限と 0.2%耐力の値を表しており、青矢印は Fig. 8 において、 $\epsilon_{\alpha}^{200}$ と $\epsilon_{\gamma}^{200}$ が弾性変形域の近似直線から逸脱し顕著な増加を開始した応力

レベル([200]- $\alpha$ と[200]- $\gamma$ の塑性変形開始点)を示している。 $\sigma_p^{macro}$ 以下では、 $\sigma_{\alpha}$ と $\sigma_{\gamma}$ はほぼ一致しており、相間の応力分配は生じていなかった。塑性変形開始後は $\sigma_{\gamma}$ が $\sigma_{\alpha}$ よりも顕著に増加しており、 $\gamma$ が硬質相、 $\alpha$ が軟質相としてふるまっていた。この挙動は、著者らの焼鈍された二相ステンレス鋼の研究<sup>29)</sup>において、 $\alpha$ 相が硬質相としてふるまった結果とは対照的であり、この逆転は粒径、転位密度、窒素などの合金元素量の違いによるものであると考えられる。

Fig. 9b に印加応力に対する FSW600 における相応力の変化を示す。 $\sigma_{0.2}^{macro}$ 以下では応力分配は生じていなかった。約 750 MPa 付近で $\sigma_{\alpha}$ が $\sigma_{\gamma}$ を上回り、 $\sigma_{\gamma}$ の増加は約 850 MPa(橙矢印)まで緩やかとなった。その後、 $\sigma_{\gamma}$ は再び顕著に増加し、引張強度付近で両相の応力は収束した。この条件では $\alpha$ が硬質相としてふるまった。

Fig. 9c に FSW300 における相応力の変化を示す。

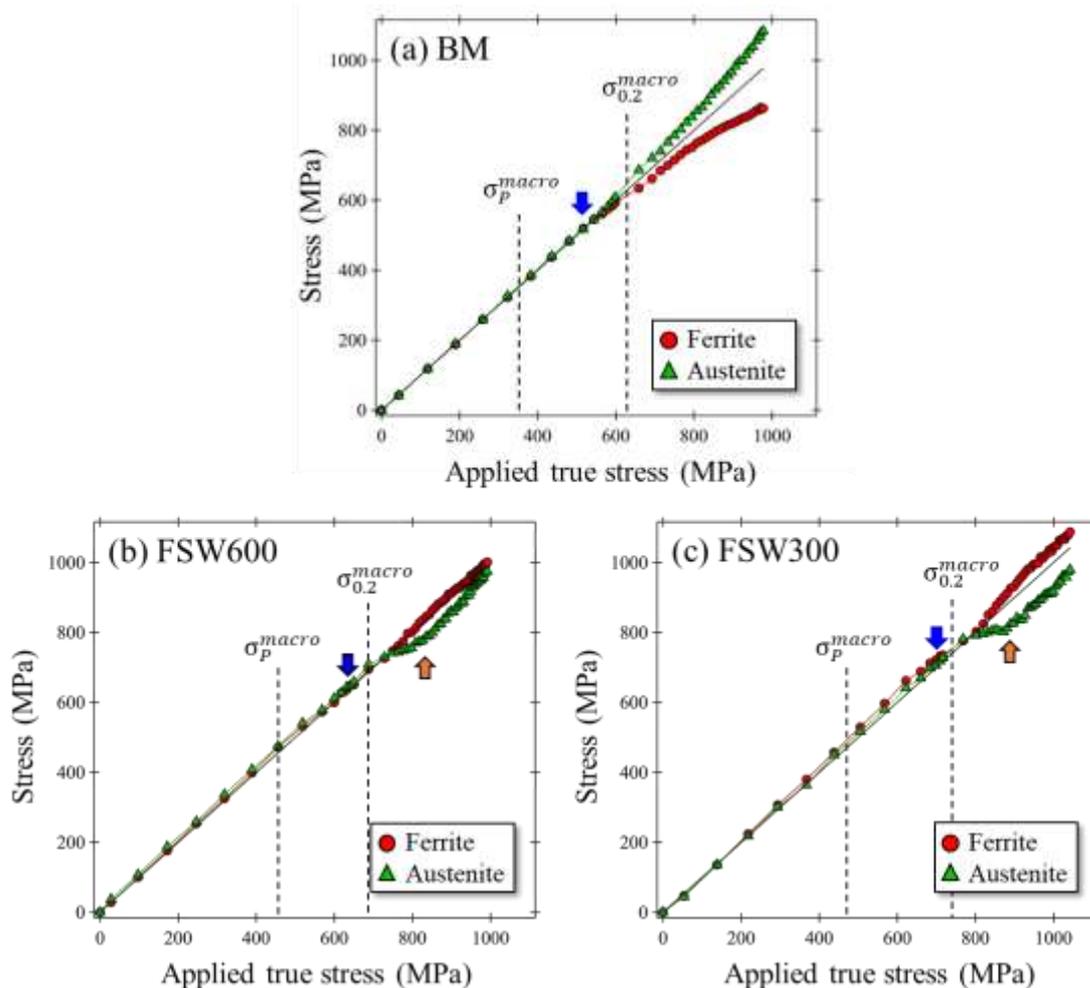


Fig. 9 Changes in phase stresses of ferrite and austenite in the BM and FSWed specimens plotted against applied true stress: (a) BM, (b) FSW600, and (c) FSW300.<sup>56)</sup>

FSW600 と同様に  $\sigma_{0.2}^{macro}$  以下では応力分配は生じていなかった。約 800 MPa を超えると、 $\sigma_{\alpha}$  が  $\sigma_{\gamma}$  を上回り、応力分配が生じていた。 $\sigma_{\gamma}$  の増加は一時的に鈍化した。約 900 MPa を超えると再び顕著となり、それ以降では  $\sigma_{\alpha}$  と  $\sigma_{\gamma}$  はほぼ同様の割合で増加した。FSW600 とは異なり、塑性変形中に  $\sigma_{\alpha}$  と  $\sigma_{\gamma}$  の差が縮小することはなかった。塑性領域全体を通して、 $\alpha$  は硬質相、 $\gamma$  は軟質相としてふるまった。

いずれの FSW 材においても  $\alpha$  は硬質相としてふるまっており、BM とは相対的な構成相の強度差が逆転している。これは、 $\alpha$  相の方が  $\gamma$  相よりも結晶粒微細化強化に対して感受性が高いことを示唆している。したがって、二相ステンレス鋼における FSW による強度の向上においては、特に  $\alpha$  相の微細化が重要であり、その機構については 4.2 節で詳細に議論する。

### 3.5 各構成相の強度への寄与

二相合金の変形挙動を理解するためには、各相の変形挙動を明らかにすることが重要である。変形中の  $\alpha$  相および  $\gamma$  相の強度への寄与 ( $\sigma_i^{cont}$ ,  $i = \alpha$  and  $\gamma$ ) は、相応力を相分率で重み付けすることで評価できる。Fig. 10a-10c に、BM、FSW600、FSW300 における相分率による重み付けをした相応力を真ひずみに対してプロットした結果をそれぞれ示す。黒実線は巨視的な真応力-真ひずみ曲線を表している。 $\sigma_{\alpha}^{cont}$  と  $\sigma_{\gamma}^{cont}$  の和が印加応力と概ね一致していれば、推定した各構成相の強度への寄与は妥当であると判断できる。本研究では、BM および FSW 材のいずれも、その和は印加応力よりもわずかに低い。十分な精度を有していると考えられる。

BM (Fig. 10a) では、 $\alpha$  相の分率は  $\gamma$  相よりもわずかに高いが、 $\gamma$  相の方が強度への寄与が大きかった。

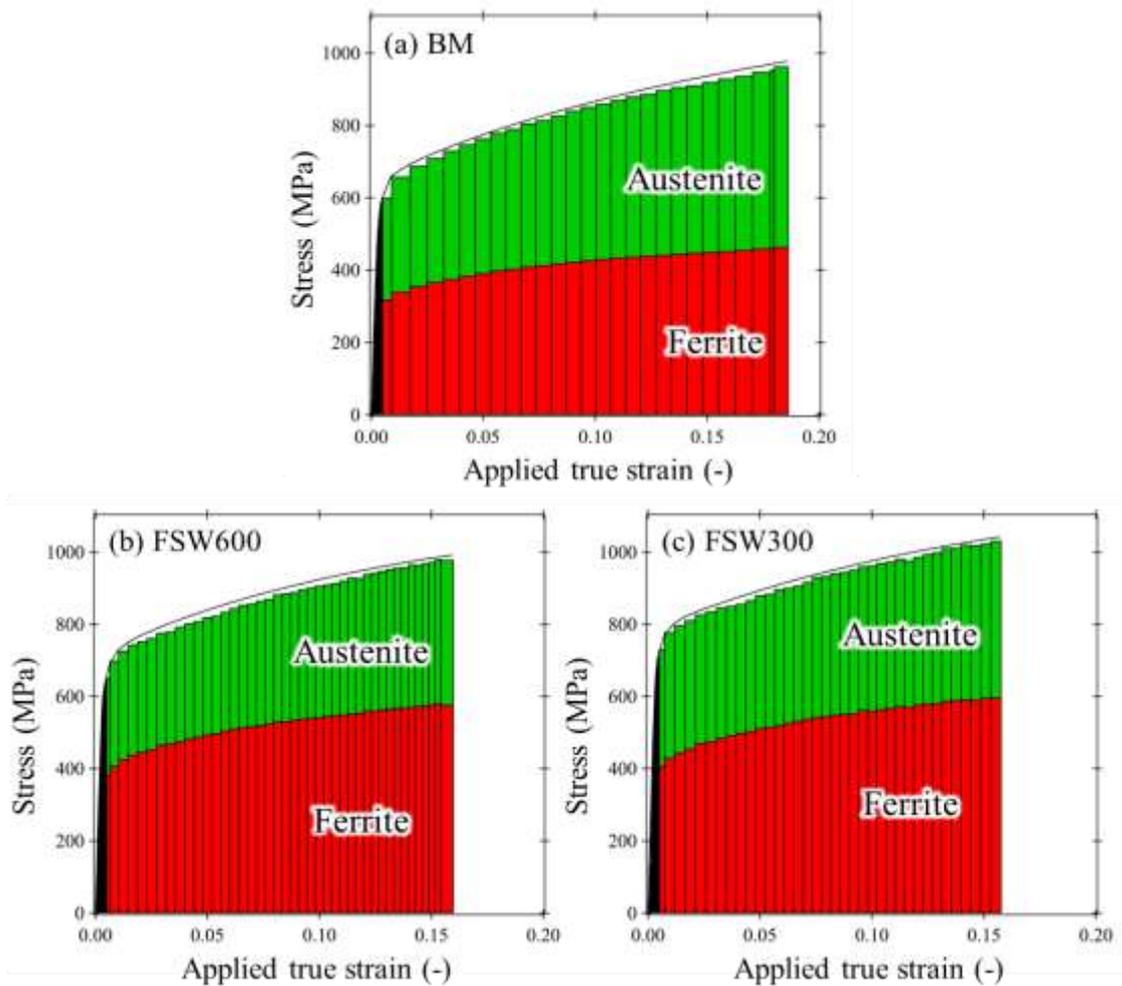


Fig. 10 Fraction-weighted phase stress plotted against applied true strain. The sum of stresses contributed by ferrite and austenite during tensile testing for (a) BM, (b) FSW600, and (c) FSW300.<sup>56)</sup>

また、真ひずみに対する $\sigma_{\gamma}^{cont}$ の増加は $\sigma_{\alpha}^{cont}$ よりも大きかったことから、 $\gamma$ 相の方が加工硬化能が高いことを示唆している。FSW600(Fig. 10b)では、 $\alpha$ 相が主として強度に寄与していた。BMと比較すると、 $\sigma_{\alpha}^{cont}$ は真ひずみに対して顕著に増加しており、 $\alpha$ 相の加工硬化が増大していた。それに対して、 $\sigma_{\gamma}^{cont}$ の真ひずみに対する増加はBMよりも低下しており、加工硬化能が低下しているように見受けられた。FSW600における $\sigma_{\alpha}^{cont}$ の増加は、 $\alpha$ 相分率がBMよりも高いことも起因している。FSW300(Fig. 10c)では、BMとほぼ同等の $\alpha$ 相分率であったが、FSW600とどのように $\alpha$ 相が主に強度に寄与した。FSW300においても、 $\alpha$ 相の加工硬化はBMよりも増大した。引張強度付近における $\sigma_{\gamma}^{cont}$ は約400MPaであり、BMの約500MPaよりも低かった。結晶粒が微細化されているにもかかわらず、 $\gamma$ 相の強度への寄与は低下した。

Fig. 11a は印加応力に対する $\sigma_i^{cont}$ の割合を真ひず

みに対してプロットした結果である。Fig. 11bはFig. 11aの0-1%ひずみの範囲を拡大した図である。未変形状態から1%ひずみまでは、各相の強度への寄与は相分率を反映していた。変形が進行すると、BMでは $\alpha$ 相の寄与は徐々に低下し、 $\gamma$ 相の寄与が増加した。そして、約10%ひずみで両相の寄与の割合は逆転し、変形後期では $\gamma$ 相が主に強度に寄与した。それに対して、FSW材では変形初期段階(約5%ひずみまで)において $\alpha$ 相の寄与が増加し、 $\gamma$ 相の寄与は減少していた。その後、10%ひずみを超えると、 $\gamma$ 相の寄与はわずかに増加傾向を示したが、塑性変形全体を通して $\alpha$ 相が主として強度に寄与していた。FSW材における $\alpha$ 相の寄与が大きい理由の一つに、 $\alpha$ 相分率が $\gamma$ 相よりも高いことが挙げられる。しかし、Fig. 9に示すように、FSW材では $\sigma_{\alpha}$ が印加応力を下回っており、 $\alpha$ 相が相分率によらず本質的に高い強度を有していることを示唆している。したがって、 $\alpha$ 相は巨視的な強度の発現に対して大きな寄

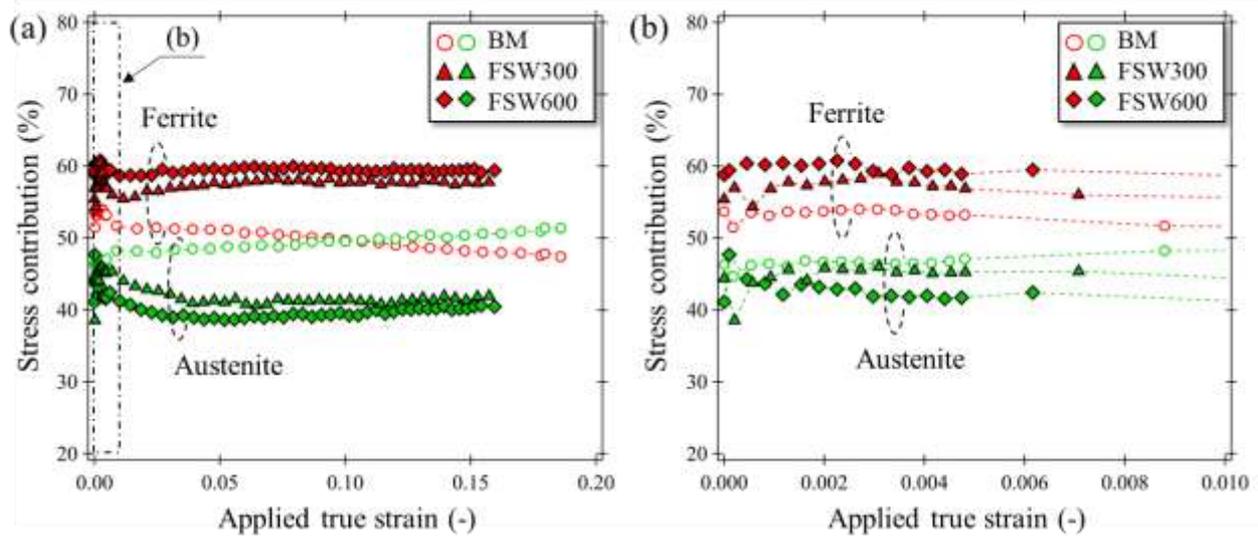


Fig. 11 (a) Stress contribution to the overall strength of ferrite and austenite in the BM and FSWed specimens. (b) Close-up view of the range up to 1 % strain in (a). The stress contributions were obtained by normalizing the contributed stresses with the applied true stresses.<sup>56)</sup>

与を果たしている。

これらの結果は、FSW 材における強度の向上が主として  $\alpha$  相の強化に起因していることを明示している。FSW300 では、 $\gamma$  相は超微細粒となっているにも関わらず、その寄与は BM よりも低下していた。3.4 節で述べたように、結晶粒微細化は  $\gamma$  相よりも  $\alpha$  相をより効果的に強化したと考えられる。FSW 材における  $\gamma$  相の加工硬化の低下は、結晶粒微細化に関連していると予想される。それに対して、 $\alpha$  相は結晶粒微細化により強度が増加したことに加え、FSW 材では BM と比較して加工硬化も増加した。この加工硬化の増大をもたらした要因については、FWHM および相対積分強度比の変化の結果に基づき、4.2 節で議論する。

## 4. 考察

### 4.1 積層欠陥の発達の寄与

SFE の低い材料では、積層欠陥の形成により交差すべりが抑制されるとともに、変形双晶が促進されるため、高い加工硬化率を示すことが知られている<sup>42-44)</sup>。二相ステンレス鋼中の  $\gamma$  相の SFE は非常に低く、約  $10 \text{ mJ/m}^2$  であるとの報告がある<sup>45)</sup>。二相ステンレス鋼を対象とした過去の研究<sup>29)</sup>では、変形中に  $\gamma$  相で積層欠陥が容易に形成され、それが強度と加工硬化の増大に寄与することが示された。本研究においても、Stacking fault probability (SFP) の

増加が確認された。Fig. 8d に示すように、FSW300 では  $\varepsilon_{\gamma}^{111}$  と  $\varepsilon_{\gamma}^{222}$  の明確な乖離が観察されており、これは積層欠陥の形成を示唆している。 $\gamma$  相の変形挙動における重要性を踏まえて、BM および FSW 材において積層欠陥の発達挙動をさらに検討することとした。

積層欠陥の発達は SFP の変化から評価した。FCC 金属に対しては、Warren ら<sup>46)</sup>が提案した  $\varepsilon_{\gamma}^{111}$  と  $\varepsilon_{\gamma}^{222}$  に基づいた以下の式を用いることで、SFP を見積もることが可能である。

$$SFP = \frac{32\pi}{3\sqrt{3}} (\varepsilon_{\gamma}^{222} - \varepsilon_{\gamma}^{111}) \quad (4)$$

なお、SFP は原子 1000 個あたりの積層欠陥の数を意味している。

Fig. 12a に BM および FSW 材における印加応力に対する SFP の変化を示す。図中の点線は  $\sigma_{0.2}^{macro}$  を表している。SFP は大きなばらつきを示し、特に  $\sigma_{0.2}^{macro}$  以下でそのばらつきが顕著であった。これは 222- $\gamma$  のピーク強度が弱く、格子面間隔の推定にばらつきが生じたためであると考えられる。塑性変形開始前では、積層欠陥の形成はほとんど生じていないと考えられるため、この領域の SFP はほぼゼロとみなせる。塑性変形の開始後、すべての試料で SFP は増加した。特に FSW300 は最も高い SFP を示し、引張強度近傍では BM のほぼ 2 倍となった。FSW600 は BM と FSW300 の中間的な値であった。ただし、FSW300 は高強度であるため、SFP の増加が高い応力が印加された影響を受けた可能性がある。

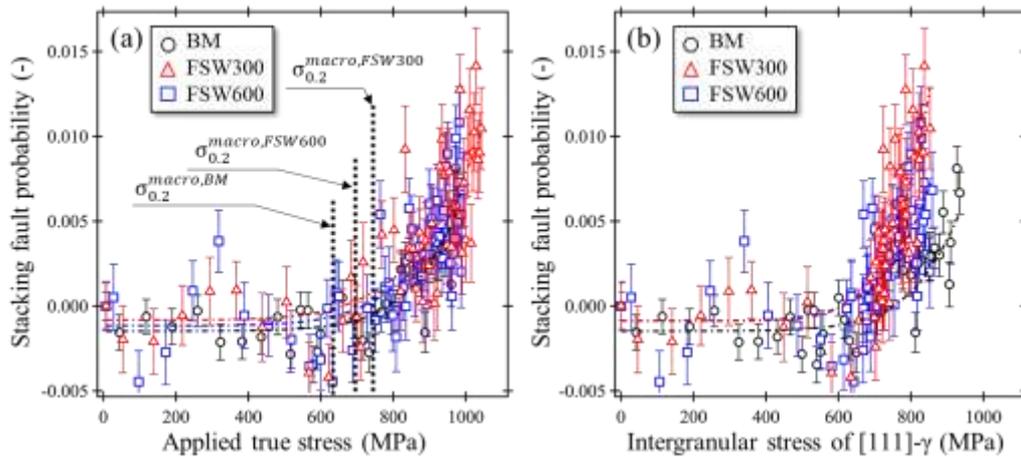


Fig. 12 Changes in stacking fault probability (SFP) of austenite in the BM and FSWed specimens as a function of (a) applied true stress and (b) intergranular stress of [111]- $\gamma$ .<sup>56)</sup>

る。そこで、Fig. 12b に SFP を [111]- $\gamma$  の粒間応力に対してプロットした結果を示す。その結果、[111]- $\gamma$  の最大粒間応力は BM より FSW300 の方が低いにも関わらず、SFP は FSW300 で高い値を示した。そのため、FSW で得られた微細粒  $\gamma$  では積層欠陥が生じやすかったと判断できる。この結果は、低 SFE 材において、結晶粒微細化により積層欠陥の形成が促進されることを示した Tian ら<sup>47)</sup>の報告と整合している。Tian らは Cu-15wt%Al 合金を用いて、粒径の異なる 3 種類の試料を作製し、積層欠陥および変形双晶の発達を調査することで、超微細粒試料(粒径 < 1  $\mu\text{m}$ )では、粗大粒試料と比較して、より低ひずみでより多量の積層欠陥が形成されることを示した。本研究結果も同様に、低 SFE 材では超微細粒組織が変形中の積層欠陥の形成を促進することを支持している。

積層欠陥は変形双晶と同様に、強化および加工硬化の増大に寄与することが報告されている<sup>39-41)</sup>。それに対して本研究では、FSW材、特に FSW300 において BM より顕著な SFP の増加が確認されたにも関わらず、加工硬化は低下していた。しかし、Fig. 11a に示すように、約 10%ひずみ以降では  $\gamma$  相の強度への寄与がわずかに増加しており、積層欠陥の形成が強化および加工硬化に寄与した可能性はありと示唆される。 $\gamma$  相の加工硬化の低下は、 $\alpha$  相が主として応力を担うような相間の応力分配挙動の変化により、 $\gamma$  相内のひずみの局在化の程度が変化したことと関連している可能性はあるが、その詳細は未解明であり、今後の検討課題である。この機構を明確化するためには、変形前後における相

間のひずみ分布を微視組織レベルで評価すること(例: デジタル画像相関法による解析)が有効であると考えられる。

#### 4.2 フェライトとオーステナイトの塑性変形挙動

3.4 節および 3.5 節に示したように、FSW 材の  $\alpha$  相は BM と比較して加工硬化が増大したが、 $\gamma$  相の加工硬化は低下した。この一因として、BM と FSW 材間で各相の塑性変形挙動が異なる可能性が考えられる。そこでまず、変形中の各相の結晶方位変化に着目した。

Fig. 13 に BM および FSW 材のいくつかの  $\alpha$  と  $\gamma$  の回折ピークの相対積分強度比 ( $I_i^{hkl}$ ,  $i = \alpha$  and  $\gamma$ ) を印加応力に対してプロットした結果を示す。図中の点線は  $\sigma_{0.2}^{macro}$  を表している。一般に単軸引張試験では、BCC では [110]/LD の相対積分強度比が増加し<sup>29, 48)</sup>、FCC では [111]/LD と [200]/LD の相対積分強度比が増加する<sup>29, 48, 49)</sup>ことが知られている。BM (Fig. 13a および 13b) では、印加応力が  $\sigma_{0.2}^{macro}$  を超えて塑性変形が開始すると、 $I_\alpha^{110}$ 、 $I_\gamma^{111}$  および  $I_\gamma^{200}$  が増加し、その他の方位は減少した。FSW600 (Fig. 13c および 13d) でも同様に、巨視的な降伏後に  $I_\alpha^{110}$ 、 $I_\gamma^{111}$  および  $I_\gamma^{200}$  が増加した。 $I_\alpha^{110}$  の増加は BM よりも顕著であったが、 $I_\gamma^{111}$  および  $I_\gamma^{200}$  の増加は BM よりもやや緩やかであった。引張強度近傍では、 $I_\gamma^{111}$  は BM より低く、 $I_\gamma^{200}$  は高い値を示した。 $I_\gamma^{hkl}$  の変化の差は結晶回転の抑制を示唆している可能性はあるが、均一伸びの違いの影響を受けている可能性もある。FSW300 (Fig. 13e および 13f) では、FSW600 と同様に  $I_\alpha^{110}$  の増加が BM よりも大きかつ

たが、他の方位の減少は BM と同程度であった。 $I_{\gamma}^{hkl}$  の変化は BM および FSW600 よりも小さかった。

引張変形中の  $I_i^{hkl}$  の変化は、主に塑性変形に伴う結晶粒の回転を反映する。ただし、BM と FSW 材では塑性変形量が異なるため、絶対値を単純に比較することは難しい。しかし、FSW 材において  $I_{\alpha}^{110}$  の増加が BM よりも明瞭であったことは、引張負荷により誘起される集合組織の発達に FSW 材の方が BM よりも顕著であることを示唆している。それに対して、微視組織 (Fig. 3 および 4) および変形前の回折パターン (Fig. 5) に示すように、BM は強い圧延集

合組織を有するのに対し、FSW 材は比較的ランダムな集合組織であり、初期集合組織が両者で異なる。したがって、結晶回転の難易を直接比較するためには、初期集合組織の違いを考慮する必要がある。そこで、以下の式を用いて Texture index ( $TI_i^{hkl}, i = \alpha \text{ and } \gamma$ ) を算出した。

$$TI_i^{hkl} = \frac{I_i^{hkl}/R_i^{hkl}}{(\sum_0^m I_i^{hkl}/R_i^{hkl})/m} \quad (i = \alpha \text{ and } \gamma) \quad (5)$$

$TI_i^{hkl}$  の算出に用いたピークは、 $\alpha$  相では 110- $\alpha$ 、200- $\alpha$ 、211- $\alpha$ 、310- $\alpha$ 、321- $\alpha$  を、 $\gamma$  相では 111- $\gamma$ 、200- $\gamma$ 、220- $\gamma$ 、311- $\gamma$ 、420- $\gamma$  である。

Fig. 14a および 14b に  $TI_{\alpha}^{110}$  および  $TI_{\gamma}^{111}$  の印加応力

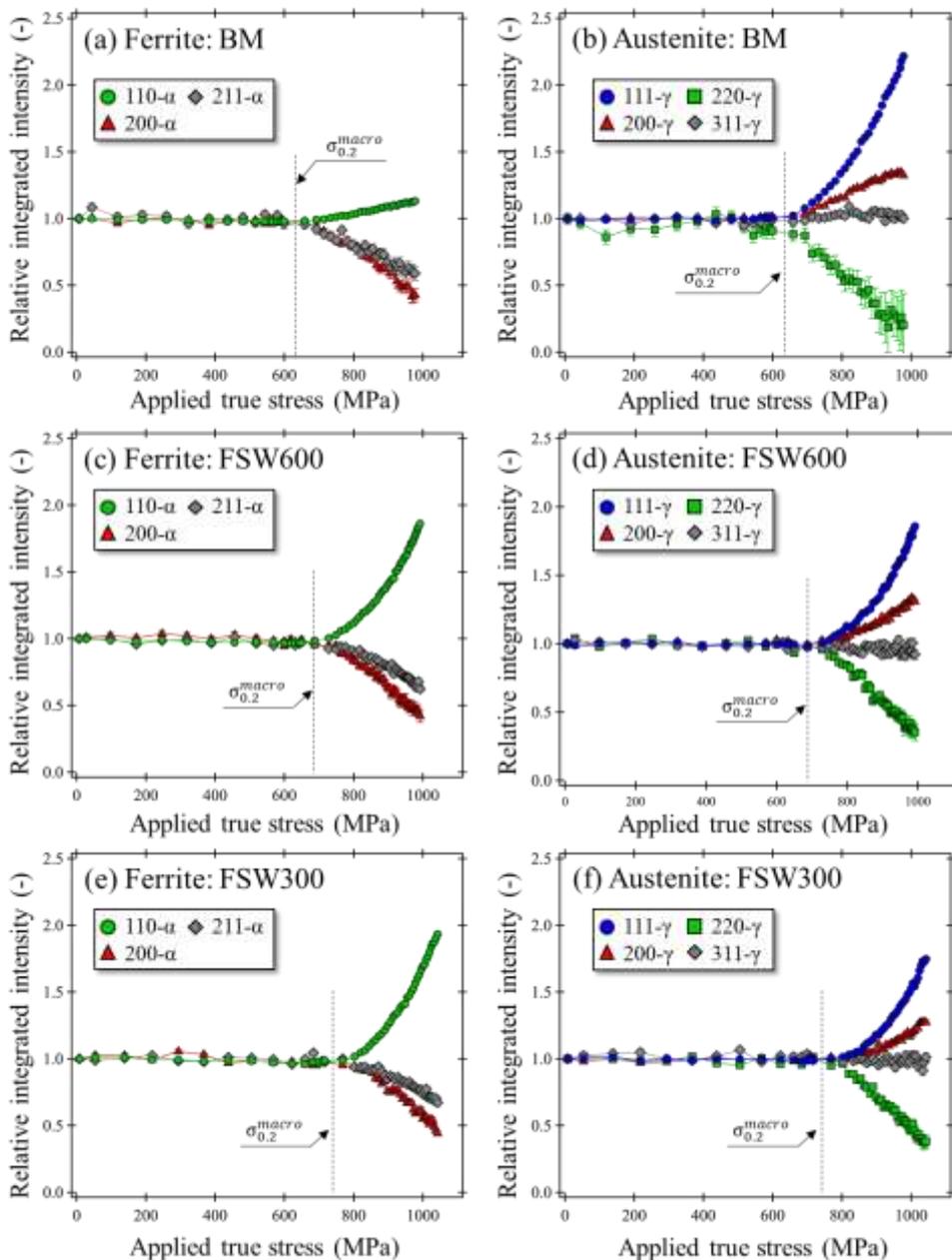


Fig. 13 Changes in the relative integrated intensities of ferrite and austenite in (a), (b) BM, (c), (d) FSW600, and (e), (f) FSW300 plotted against the applied true stress.<sup>56)</sup>

に対する変化を示す。BM は強い圧延集合組織を有するため、 $TI_{\alpha}^{110}$ および $TI_{\gamma}^{111}$ の初期値は、FSW 材よりも高く、 $TI_{\alpha}^{110}$ は FSW 材の約 3 倍であった。引張強度近傍において、 $TI_{\alpha}^{110}$ と $TI_{\gamma}^{111}$ の絶対値は BM の方が FSW 材よりも高いことから、BM ではより強い引張集合組織が形成されていることを示唆している。引張強度における $TI_i^{hkl}$ と変形前の $TI_i^{hkl}$ の比は、BM で $TI_{\alpha}^{110}$ が 1.7、 $TI_{\gamma}^{111}$ が 1.8 であった。それに対して、FSW600 ではそれぞれ 2.1 と 1.9、FSW300 では 2.2 と 1.8 であった。この結果は、 $\gamma$ 相における集合組織発達(初期状態に対する相対的变化)は、BM と FSW 材ではほぼ同等であることを示している。これに対して、 $\alpha$ 相では、FSW 材は初期集合組織が比較的ランダムであるため、BM よりも相対的な集合組織の発達を示した。これは、FSW 材の $\alpha$ 相は塑性変形の開始により高い応力を要するが、 $[110]\text{-}\alpha$  への結晶回転が生じやすく、その結果、BM と比較して塑性変形中に転位蓄積がより顕著となった可能性を示唆している。一般に、粒径が微細であるほど、同一ひずみにおける転位密度は高くなることが報告されている<sup>50-52</sup>。そこで次に、転位密度と相関のある値である FWHM<sup>53</sup>の変化を評価した。

Fig. 15 は、BM および FSW 材における $\alpha$ 相および $\gamma$ 相の規格化された FWHM を真ひずみに対してプロットした結果である。Fig. 15a および 15b は  $110\text{-}\alpha$  および  $200\text{-}\alpha$  の FWHM である。変形前の時点で FSW 材の FWHM は BM よりも高く、FSW300 が FSW600 よりも高い値を示した。塑性変形の進行に伴い、各方位で FWHM の増加は FSW 材の方が BM よりも

やや大きい傾向を示した。特に FSW300 で最大の増加が観察された。これらの結果は、FSW 材では BM よりも転位蓄積が生じやすく、さらに結晶粒微細化が転位蓄積を促進した可能性があることを示唆している。これは、粒界が転位源として作用し、転位増殖率を高めるとともに、転位の平均自由行程を短くしたためと考えられる<sup>53</sup>。加えて、FSW 材では BM よりも転位密度および粒界密度が高いため、転位移動度の低下により、 $\alpha$ 相において溶質窒素による動的ひずみ時効が室温でも促進された可能性もある。FSW 材の $\alpha$ 相における転位蓄積の容易さが、 $\alpha$ 相で観察された加工硬化の増大に寄与したものと考えられる。

Fig. 15c および 15d は、 $111\text{-}\gamma$  と  $200\text{-}\gamma$  の規格化された FWHM を真ひずみに対してプロットした結果である。 $111\text{-}\gamma$  および  $200\text{-}\gamma$  のいずれも、FWHM の増加は FSW300 で最大であり、FSW 材の $\gamma$ 相においても転位蓄積が生じやすいことを示唆している。もし転位強化が支配的であれば、FSW 材の $\gamma$ 相は BM より高い加工硬化率を示すと予想される。しかし実際には、 $\gamma$ 相の加工硬化は低下していた。この矛盾の理由は現時点で不明であるが、SFP が加工硬化に対して影響を及ぼした可能性が挙げられる。この矛盾を理解するために、以下に、 $\alpha$ 相と $\gamma$ 相の挙動の違いに影響し得る要因について検討を実施した。

$\gamma$  粒径の減少は、 $\alpha$  よりも顕著であるにもかかわらず、本研究では $\alpha$ の方が強度と加工硬化の増大が $\gamma$  よりも大きかった。この挙動を支配する主要機構を現段階で一意に決定することはできないが、複

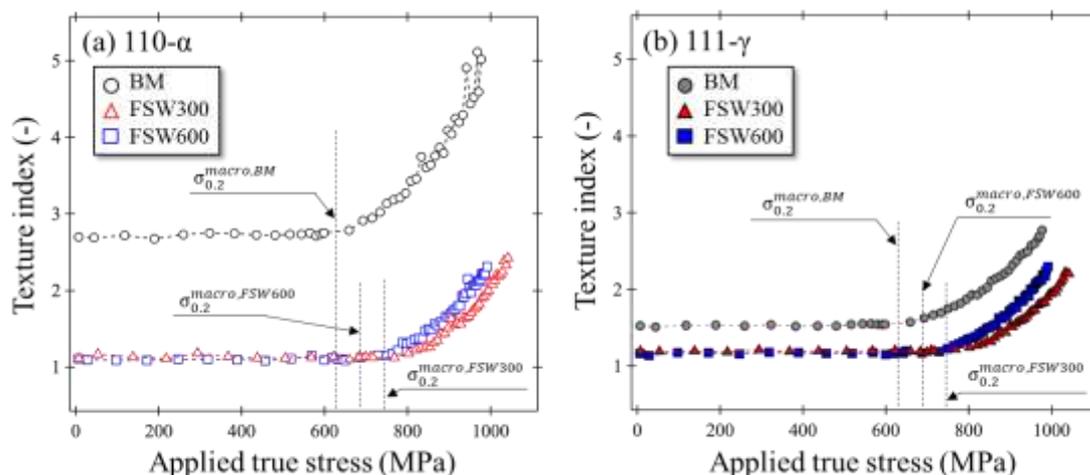


Fig. 14 Changes in the texture index of (a)  $110\text{-}\alpha$  and (b)  $111\text{-}\gamma$  in the BM and FSWed specimens as a function of applied true stress.<sup>56</sup>

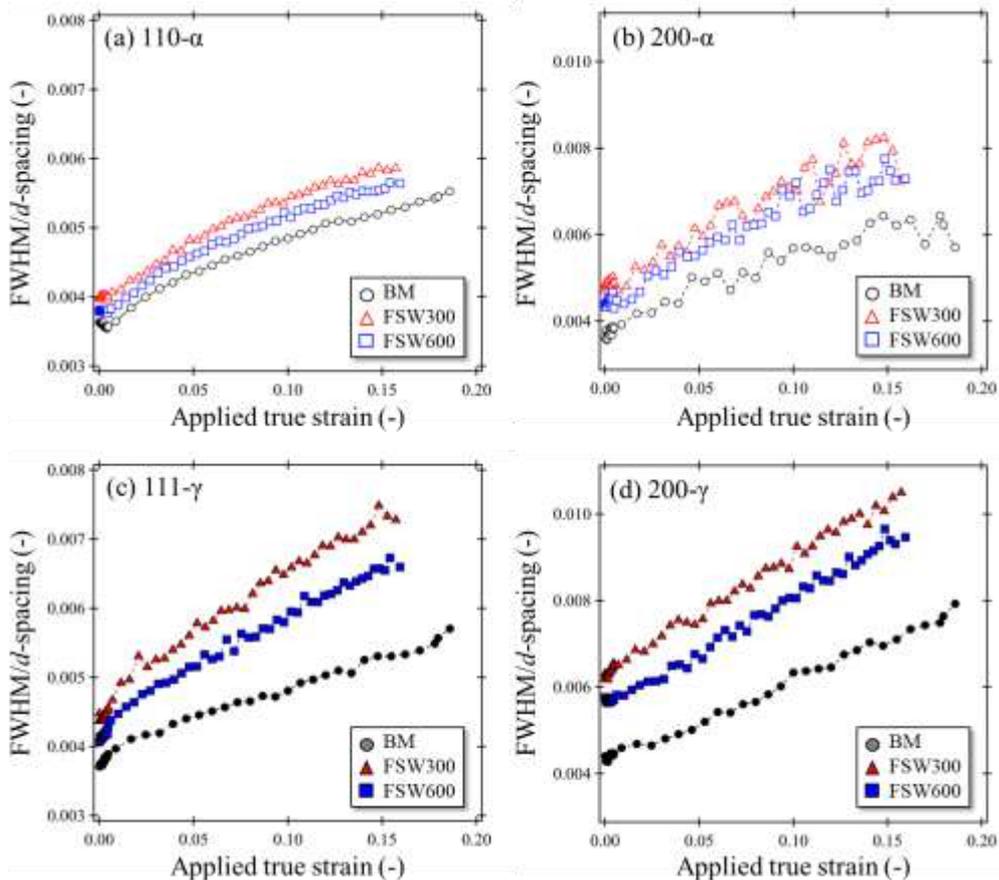


Fig. 15 Changes in the FWHM as a function of the applied true stress: (a) 110- $\alpha$ , (b) 200- $\alpha$ , (c) 111- $\gamma$ , and (d) 200- $\gamma$ , respectively.<sup>56)</sup>

数の要因が寄与している可能性がある。第一に、FWHMの発達は塑性変形中の転位蓄積が $\gamma$ 相より $\alpha$ 相で顕著であることを示しており、 $\alpha$ 相の方が転位に基づく強化に対して感受性が高い可能性がある。それに対し、超微細粒 $\gamma$ で顕著となった積層欠陥の形成は、転位蓄積の効率を低下させ得る別の変形様式であろう可能性がある。ただし、積層欠陥が加工硬化を促進するとの報告もある<sup>39-41)</sup>。さらに、BMとFSW材の初期集合組織の違いや微視組織の不均一性、相の拘束条件の差が、両相の塑性変形の難易に影響すると考えられる。粒径が $1\ \mu\text{m}$ 以下の超微細粒FCC合金では、活動転位源の減少および粒界での転位吸収の促進により、転位蓄積が抑制されることが報告されている<sup>54)</sup>。また、第二相粒子を含む超微細粒鋼では、母相の微細化によって相界面における幾何学的に必要な転位(Geometrically necessary dislocation: GND)の蓄積が促進されることが示されており<sup>55)</sup>、これが $\alpha$ 相の加工硬化をさらに高めた可能性がある。以上を統合することで、 $\alpha$ 相で大きな加工硬化が観察された理由

を説明し得るが、支配機構の特定にはさらなる検討が必要である。

## 5. おわりに

本研究では、二相ステンレス鋼に対して接合温度が比較的低温または高温となる条件でFSWを行い、攪拌部の変形挙動を引張変形中その場中性子回折により解析した。主な結果を以下にまとめる。

- (1) 比較的低温条件のFSWにより、 $\alpha$ 相と $\gamma$ 相は共に微細化し、 $\gamma$ 粒は $1\ \mu\text{m}$ 以下の超微細化となった。局所的なせん断組織が形成された可能性はあるが、中性子回折の結果から、BMの圧延集合組織はFSWによって、中性子照射領域においてよりランダムな集合組織になったと示唆された。
- (2) FSW材ではBMと比較して、降伏強度と引張強度がともに増加し、均一伸びは減少した。より低温で接合した試料(FSW300)は局部伸びが改善され、高温で接合した試料(FSW600)よ

りも高強度かつ良好な全伸びを有していた。

- (3) BM および FSW 材のいずれも、 $\alpha$  相と  $\gamma$  相で  $[hkl]$  結晶粒群間の格子ひずみ分配が生じた。BM では、 $\gamma$  相の塑性変形の開始は  $\alpha$  相よりも遅かったが、FSW 材では両相の降伏応力は同程度であった。FSW により形成された微細粒  $\gamma$  では、積層欠陥の形成が促進され、 $\gamma$  の強化に寄与した。ただし、加工硬化に対する役割は相間の応力分配により調整される可能性が示唆された。
- (4) BM では、 $\alpha$  は軟質相として、 $\gamma$  は硬質相としてふるまっていたのに対し、FSW によりこの関係が逆転していた。FSW600 および FSW300 のいずれも塑性変形中は  $\alpha$  が  $\gamma$  よりも高い応力を担っていた。これは、 $\alpha$  の方が  $\gamma$  よりも結晶粒微細化による強度の向上に対する感受性が高く、 $\alpha$  の微細化が全体的な強度の向上に対して重要であることを意味している。
- (5) FSW により  $\gamma$  は微細化されたが、強度への寄与は  $\alpha$  が支配していた。結晶粒微細化は、 $\gamma$  相よりも  $\alpha$  相をより効果的に強化し、さらに  $\alpha$  相の加工硬化能を増加させた。しかし、 $\gamma$  の強度への寄与および加工硬化は結晶粒微細化により低下した。
- (6) FSW300 では、変形中に  $\alpha$  の顕著な集合組織の発達と転位蓄積が確認された。この結果は、結晶粒微細化が  $\alpha$  相において転位に基づく強化を促進し、加工硬化を増大させたことを示している。

## 謝辞

中性子回折測定は日本原子力研究開発機構の J-PARC 内の MLF に設置された工学材料回折装置 BL-19「匠」（課題番号:2022A0189）にて実施した。

## 文献

- 1) R. Francis and G. Byrne: *Metals*, **11**(2021), 836.
- 2) O. P. Ciuca, M. Ota, S. Deng, and K. Ameyama: *Mater. Trans.* **54**(2013), 1629.
- 3) N. Koga, S. Suzuki, H. Jiang, T. Watanabe, C.

Watanabe, Y. Miyajima, and H. Miura: *J. Mater. Sci.*, **57**(2022), 5606.

4) J. C. de Lacerda, L.C. Cândido, and L.B. Godefroid: *Int. J. Fatigue*, **74**(2015), 81.

5) N. Tsuchida, T. Kawahata, E. Ishimaru, A. Takahashi, H. Suzuki, and T. Shobu: *ISIJ Int.*, **53**(2013), 1260.

6) C. Örneke and D.L. Engelberg: *J. Strain Anal. Eng. Des.*, **51**(2016), 207.

7) Y. Tian, S. Lin, J.Y.P. Ko, U. Lienert, A. Borgenstam, and P. Hedström: *Mater. Sci. Eng. A*, **734**(2018), 281.

8) P. Tao, J-m. Gong, Y-f. Wang, Y. Jiang, Y. Li, and W-w. Cen: *Results Phys.*, **11**(2018), 377.

9) A. Matsushita, N. Tsuchida, E. Ishimaru, N. Hirakawa, W. Gong, and S. Harjo: *J. Mater. Eng. Perform.*, **33**(2024), 6352.

10) V. A. Hosseini, S. Wessman, K. Hurtig, and L. Karlsson: *Mater. Des.*, **98**(2016), 88.

11) Z. Zhang, H. Jing, L. Xu, Y. Han, L. Zhao, and J. Zhang: *Appl. Surf. Sci.*, **394**(2017), 297.

12) R. S. Mishra and Z. Y. Ma: *Mater. Sci. Eng. R*, **50**(2005), 1.

13) H. Fujii, L. Cui, N. Tsuji, M. Maeda, K. Nakata, and K. Nogi: *Mater. Sci. Eng. A*, **429**(2006), 50.

14) H. Liu, Y. Morisada, and H. Fujii: *Sci. Technol. Weld. Join.*, **28**(2023), 619.

15) T. Saeid, A. Abdollah-zadeh, T. Shibayanagi, K. Ikeuchi, and H. Assadi: *Mater. Sci. Eng. A*, **527**(2010), 6484.

16) S. Emami, T. Saeid, and R. A. Khosroshahi: *J. Alloy. Compd.*, **739**(2018), 678.

17) S. Emami, T. Saeid, and A. Abdollah-zadeh: *J. Alloy. Compd.*, **810**(2019), 151797.

18) Y. S. Sato, T. W. Nelson, C. J. Sterling, R. J. Steel, and C.-O. Pettersson: *Mater. Sci. Eng. A*, **397**(2005), 376.

19) F. Cao, T. Jiang, W. Hou, G. Huang, Y. Shen, Y. Ding, and P. Shu: *Mater. Chem. Phys.*, **283**(2022), 126026.

20) H. Sarlak, M. Atapour, and M. Esmailzadeh: *Mater. Des.*, **66**(2015), 209.

21) F. Cao, G. Huang, W. Guan, W. Hou, R. Ni, Y. Shen, and Q. Liu: *J. Manuf. Process.*, **73**(2022), 611.

22) I. J. Marques, F. J. Silva, and T. F.A. Santos: *J. Alloy. Compd.*, **820**(2020), 153170.

23) T. Yamashita, K. Ushioda, and H. Fujii: *ISIJ int.*,

- 63(2023), 1747.
- 24) T. Saeid, A. Abdollah-zadeh, H. Assadi, and F. M. Ghaini: *Mater. Sci. Eng. A*, **25**(2008), 262.
- 25) M. K. Mishra, A. G. Rao, I. Balasundar, B. P. Kashyap, and N. Prabhu: *Mater. Sci. Eng. A*, **719**(2018), 82.
- 26) M-h. Park, A. Shibata, S. Harjo, N. Tsuji: *Acta Mater.*, **292**(2025), 121061.
- 27) W. Mao, W. Gong, T. Kawasaki, S. Gao, T. Ito, T. Yamashita, S. Harjo, L. Zhao, and Q. Wang: *Scr. Mater.*, **264**(2025), 116726.
- 28) T. Yamashita, S. Morooka, W. Gong, T. Kawasaki, S. Harjo, T. Hojo, Y. Okitsu, H. Fujii: *ISIJ int.*, **64**(2024), 2051.
- 29) T. Yamashita, N. Koga, M. Wenqi, W. Gong, T. Kawasaki, S. Harjo, H. Fujii, and O. Umezawa: *Mater. Sci. Eng. A*, **941**(2025), 148602.
- 30) S. Harjo, T. Ito, K. Aizawa, H. Arima, J. Abe, A. Moriai, T. Iwahashi, and T. Kamiyama: *Mater. Sci. Forum*, **681**(2011), 443.
- 31) R. Oishi, M. Yonemura, Y. Nishimaki, S. Torii, A. Hoshikawa, T. Ishigaki, T. Morishima, K. Mori, and T. Kamiyama: *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res.*, **600**(2009), 94.
- 32) W. Gong, K. Aizawa, S. Harjo, R. Zheng, T. Kawasaki, J. Abe, T. Kamiyama, and N. Tsuji: *Int. J. Plast.*, **111**(2018), 288.
- 33) W. Mao, S. Gao, W. Gong, S. Harjo, T. Kawasaki, and N. Tsuji: *Scr. Mater.*, **235**(2023), 115642.
- 34) X. T. Li, R. Liu, J. P. Hou, Z. J. Zhang, and Z. F. Zhang: *Acta Mater.*, **289**(2025), 120942.
- 35) S. H. M. Azghandi, M. Weiss, B. D. Arhatari, J. Adrien, E. Maire, and M. R. Barnett: *Acta Mater.*, **200**(2020), 619.
- 36) X. Shang, H. Zhang, Z. Cui, M. W. Fu, and J. Shao: *Int. J. Plast.*, **125**(2020), 133.
- 37) W. Mao, W. Gong, S. Harjo, S. Morooka, S. Gao, T. Kawasaki, and N. Tsuji: *J. Mater. Sci. Technol.*, **176**(2024), 69.
- 38) Y. Tomota, H. Li, N. Tsuchida, W. Gong, S. Harjo, T. Ohmura: *Mater. Sci. Eng. A*, **946**(2025), 149136.
- 39) M. Naeem, H. He, F. Zhang, H. Hung, S. Harjo, T. Kawasaki, B. Wang, S. Lan, Z. Wu, F. Wang, Y. Wu, Z. Liu, Z. Zhang, C.T. Liu, and X.-L. Wang: *Sci. Adv.*, **6**(2020), eaax4002.
- 40) H. He, M. Naeem, F. Zhang, Y. Zhao, S. Harjo, T. Kawasaki, B. Wang, X. Wu, S. Lan, Z. Wu, W. Yin, Y. Wu, Z. Lu, J.-J. Kai, C.-T. Liu, and X.-L. Wang: *Nano lett.*, **21**(2021), 1419.
- 41) W. Woo, J. S. Jeong, D.-K. Kim, C.M. Lee, S.-H. Choi, J. Y. Suh, S. Y. Lee, S. Harjo, and T. Kawasaki: *Sci. Rep.*, **10**(2020), 1350.
- 42) S. Asgari, E. El-Danaf, S. R. Kalidindi, and R. D. Doherty: *Metall. Mater. Trans. A*, **28**(1997), 1781.
- 43) B. Liu, L. Liu, X. Cao, S. Wang, W. Chen, Q. Jiang, Y. Zhang, F. Wu, J. Shang, R. Zhao, and J. Qi: *Mater. Sci. Eng. A*, **909**(2024), 146829.
- 44) D. T. Pierce, J.A. Jiménez, J. Bentley, D. Raabe, and J.E. Wittig: *Acta Mater.*, **100**(2015), 178.
- 45) W. Reick, M. Pohl, and A. F. Padilha: *Steel Res.*, **67**(1996), 253.
- 46) B. E. Warren: *X-Ray Diffraction*, Dover Publications, New York (1990)
- 47) Y. Z. Tian, L. J. Zhao, S. Chen, A. Shibata, Z. F. Zhang, and N. Tsuji: *Sci. Rep.*, **5**(2015), 16707.
- 48) T. Yamashita, N. Koga, T. Kawasaki, S. Morooka, S. Tomono, O. Umezawa, S. Harjo: *Mater. Sci. Eng. A*, **819**(2021), 141509.
- 49) S. Harjo, T. Kawasaki, N. Tsuchida, S. Morooka, and W. Gong: *ISIJ int.*, **61**(2021), 648.
- 50) J. T. Evans and R. Rawlings: *Mater. Sci. Eng.*, **4**(1969), 297.
- 51) H. Suzuki and K. Nakanishi: *Trans. Jpn. Inst. Met.*, **16**(1975), 17.
- 52) T. Narutani and J. Takamura: *Acta Metall. Mater.*, **39**(1991), 2037.
- 53) T Ungár: *Mater. Sci. Eng. A*, 309-310(2001), 14.
- 54) M. A. Meyers, A. Mishra, and D. J. Benson: *Prog. Mater. Sci.*, **51**(2006), 427.
- 55) R. Song, D. Ponge, and D. Raabe: *Scr. Mater.*, **52**(2005), 1075.
- 56) T. Yamashita, M. Koyama, W. Gong, T. Kawasaki, S. Harjo, K. Ushioda, and H. Fujii: *ISIJ int.*, **66**(2026), adv. pub.

## 第二章

# き裂進展の基礎

# き裂進展の基礎

## 1. はじめに

き裂進展は、破壊力学の枠組みで長く研究されてきた課題である。き裂先端は応力特異場であるため、その力学場の表現として応力拡大係数やJ積分が適用されることは良く知られているが、破壊に対して塑性が有意に寄与する場合、その応力場でどのような現象が起こっているか、不明な点は多い。脆性破壊問題では、東田らが応力遮蔽効果の観点から理論構築をすることに成功しているが、き裂先端形状が大きく変化するほどの塑性変形を伴う場合の転位運動や転位組織発達は未解明課題である。その中で、き裂先端における塑性変形量と転位運動と結び付けて道理的なモデルに到達している対象が疲労き裂進展である。疲労き裂進展では、負荷時におけるき裂先端からの転位放出（き裂先端での転位形成および運動）量とき裂進展量により対応があることが知られる。この対応関係はき裂先端すべりの幾何学から定量的なモデル化が可能であり、結晶塑性モデリングの研究対象ともなってきた。最近では、柴沼らがすべりとき裂進展量の観点からフィッティングパラメータの数を最小化して疲労寿命および強度をシミュレーションすることに成功しており、疲労寿命および強度の予測が転換期を迎えている。

優れたシミュレーション手法が進む一方、すべり量とき裂先進展量の幾何学的な関係からだけでは理解しがたい現象が存在する。特に、微小疲労き裂を取り扱う場合は、き裂はすべり面に沿って進展することが知られており、さらなる金属疲労のモデル化のためには転位運動を意識したミクロスケールの現象の観察や計算が必要とされる。また、鉄鋼における最も一般的な破壊現象といえる延性破壊も無視してはいけな。エネルギーや局所応力、局所塑性ひずみ量に基づく延性破壊における損傷パラメータの検討は今現在も進行中であり、損傷とは何であるのか、について金属学の

観点と力学的な観点の両面から意識と情報を共有することが肝要である。このき裂進展グループはそのような議論、情報共有、共同研究の場として構築された。

## 2. き裂進展基礎グループにおける研究展開

まず、研究の柱として注目されたのは柴沼の疲労寿命・強度シミュレーションである。このシミュレーションはき裂先端の変形に立脚しており、種々な疲労現象に対して汎用性がある。この一方、微小き裂進展で特徴的に現れるすべり面に沿ったき裂進展のメカニズムは未だ不明であり、このような未解明現象を伴うき裂進展挙動をシミュレーションできるのかに着目した。具体的には、峯のマイクロ試験における疲労き裂進展と柴沼のき裂進展シミュレーションの対応関係に焦点をあてた。

また、未解明課題として旧来議論されている課題が空孔である。金属疲労や水素脆化では空孔が度々議論される一方、転位運動-空孔-き裂の関係は定量的に不明な点が多く、空孔密度やその影響のシミュレーションへの要求が高まっている。この点、空孔を取り扱うことができる奥山の結晶塑性シミュレーションおよび武富の分子動力シミュレーションに期待が寄せられた。また、それら空孔を取り扱うときは、水素の影響も重要視されるため、合わせて水素脆化に詳しい佐々木および武富に連携を願った。加えて、延性損傷のクライテリオンやき裂進展の三次元観察にもトライし、本成果ではその結果も報告されている。次ページより、き裂進展基礎グループの成果を紹介する。

### き裂発生基礎グループメンバー（五十音順）

奥山彫夢（北見工業大学）、佐々木大輔（久留米高専）、柴沼一樹（東京大学）、武富紳也（佐賀大学）、田中將己（九州大学）、兵藤義浩（JFE スチール）、峯洋二（熊本大学）、渡邊育夢（NIMS）

# フェライト組織における微小疲労き裂進展のマイクロ力学試験

峯 洋二<sup>a)</sup>、眞山 剛<sup>a)</sup>

a) 熊本大学 大学院先端科学研究部

## 1. はじめに

鉄鋼材料は加工と熱処理によって、多様な組織を形成し、強度を担う構造材料として使用される。構造材料の長寿命化に対して、これらの鉄鋼材料の疲労性能の向上は重要である。特に、ステージ I 領域に対応する短いき裂の発生と進展過程が疲労寿命の大部分を占めるが、このき裂の挙動は微視組織の影響を強く受ける。超小型コンパクト引張 (CT) 試験片を用いた極低炭素鋼ラスマルテンサイト (CT) 試験片を用いた極低炭素鋼ラスマルテンサイトの疲労き裂進展試験では、き裂進展に伴い、き裂先端前方のラス内でセル構造が発達し、そのセル境界に沿ってき裂が進展することが観察されている<sup>1)</sup>。また、潮田ら<sup>2)</sup>は、Fe-Si 合金の平面曲げ疲労試験により、Si 無添加材ではセル構造が発達し、セル境界に沿ってき裂が進展するのに対して、Si 添加材では、セル構造の発達が阻害され、疲労強度が向上することを示している。さらに、中野ら<sup>3)</sup>は、Fe-Si 合金の低サイクル疲労において発達した転位組織を観察し、結晶粒界近傍の変形拘束により結晶回転領域が形成され、疲労の進行に伴い転位組織が階層的にセル構造に発達することを示している。また、疲労の進行に伴いセル境界の方位差が増大することでき裂発生につながることを予測している<sup>3)</sup>。これらのことは、繰返し負荷下における短いき裂の進展には、き裂先端前方での組織発達が重要な役割を担うことを示唆している。ところで、著者らの研究グループでは、超小型 CT 試験片を用いた疲労試験により、様々な組織を有する鉄鋼材料においてき裂進展と組織特徴の関係を明らかにすることに成功している<sup>1,4-6)</sup>。本研究では、超小型 CT 試験片を用いてフェライト組織における微小き裂進展挙動を観測するとともに、金属組織学的事後解析および結晶塑性解析を組み合わせ、き裂進展と組織発達の関係を理解することを目的とした。

## 2. 実験方法

### 2.1 材料と力学試験法

本研究で使用した材料は IF 鋼 Fe-0.001C-0.002P-0.001S-0.043Ti-0.038Al-0.003O-0.0009N (mass%) および工業用純鉄 Fe-0.01C-0.01Si-0.23Mn-0.012P-0.015S (mass%) である。工業用純鉄は 1173 K で 24 h 焼なましを施し、約 10 mm の結晶粒径を得た (以後 CG と呼称する)。Fig. 1 に超小型 CT 試験片の形状および切欠き先端に配置した結晶の方位を示す。機械研磨により厚さを 50  $\mu\text{m}$  とした薄膜より放電加工とレーザ加工により試験片外形とピン孔を切り

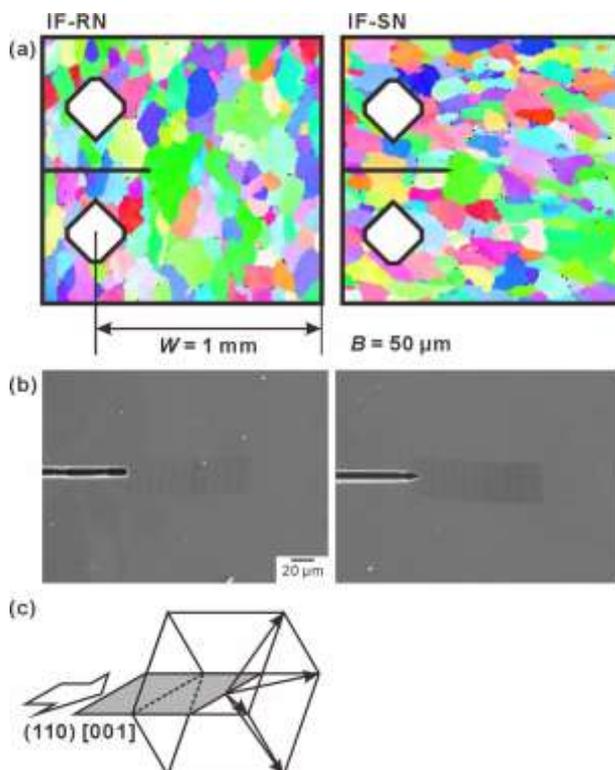


Fig. 1 (a) Shape and grain arrangement of miniature CT specimen, (b) crack-tip shapes of IF-RN and IF-SN and (c) schematic showing crystal orientation of coarse grain located at the crack tip.

出した (Fig. 1(a))。半径 4  $\mu\text{m}$  の半円状切欠き (以後 RN と呼称する) と曲率半径 1.5  $\mu\text{m}$  の鋭い切欠き (以後 SN と呼称する) を集束イオンビーム (FIB) 加工装置を用いて導入した (Fig. 1(b))。電子線後方散乱回折測定により予め結晶方位を同定しておき、切欠き面、切欠き方向がそれぞれ(110)、[001] となるような結晶粒を切欠き先端に配置した。この方位では 2 つの面内すべり方向[111]および[1 $\bar{1}\bar{1}$ ]のせん断応力が高く、残り 2 つの面外すべり方向[1 $\bar{1}\bar{1}$ ]および[ $\bar{1}11$ ]は荷重軸に垂直に配しており、属するすべり系の活動は無視できる (Fig. 1(c))。疲労き裂進展試験は室温、大気中にて、荷重比 0.1、繰返し速度 1 Hz で実施した。試験後、電子チャネリングコントラストイメージング (ECCI) 法で観察するとともに、FIB を用いてき裂近傍より薄膜試料を採取し、透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察した。

## 2.2 数値解析方法

本研究では実験と対応する結晶塑性有限要素解析を実施することにより、切欠き先端部周辺の力学状態と活動すべり系について数値的に調査した。解析手法としては静的陽解法大変形有限要素法の構成式として速度依存型結晶塑性モデル<sup>7)</sup>を用い、すべり系としては{110}<111>を考慮した。本手法では、すべり系  $i$  のすべり速度は分解せん断応力  $\tau^{(i)}$  に依存する次式を用いて算出する。

$$\dot{\gamma}^{(i)} = \dot{\gamma}_0 \operatorname{sgn}(\tau^{(i)}) \left| \frac{\tau^{(i)}}{g^{(i)}} \right|^{1/m} \quad (1)$$

ここで、 $\dot{\gamma}_0$  および  $m$  は参照すべり速度と速度依存性指数であり、本研究ではそれぞれ 0.0001/s と 0.02 を用いた。式(1)中の  $g^{(i)}$  は臨界分解せん断応力 (CRSS) に近似的に対応する内部状態変数であり、次式の発展則により加工硬化を表現する。

$$\dot{g}^{(i)} = \sum_j \frac{\partial \hat{\tau}}{\partial \Gamma} \Omega^{(ij)} |\dot{\gamma}^{(j)}| \quad (2)$$

ここで、 $\Omega^{(ij)}$  はすべり系  $i$  と  $j$  の転位間に働く相互作用を表現する相互作用行列であるが、本研究では全ての組合せで 1.0 と仮定した。式(2)中の  $\hat{\tau}^{(i)}$  はすべり系  $i$  の硬化挙動を表す内部状態変数であり、本研究では累積すべり  $\Gamma$  の関数である次式 Voce 型モデルを用いた。

$$\hat{\tau}^{(i)} = \tau_0 + \Gamma \theta_1 \quad (3)$$

式(3)中の  $\tau_0$  および  $\theta_1$  は、それぞれ初期 CRSS と線形硬化係数に対応する材料定数であり、本研究では 193MPa および 100MPa を用いた。

Fig. 2 は解析モデルの全体像 (Fig. 2(a)) および切欠き先端付近を拡大 (Fig. 2(b)) を示しており、先端が右下に 55° 折れ曲がった試料に対応する解析モデルを用いた。境界条件としては、Fig. 2(a) に赤矢印で示した部分に強制変位を与えることにより、CT 試験片を用いた実験を模した解析を実施した。

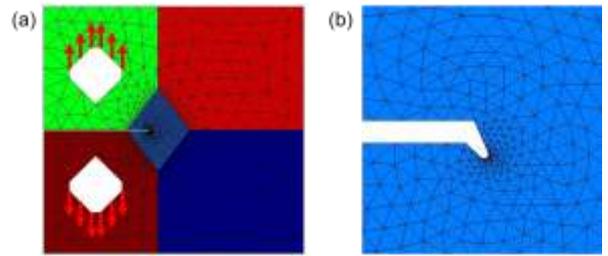


Fig. 2 Analysis model; (a) overview and (b) enlarged view near notch tip.

## 3. 結果および考察

### 3.1 疲労き裂進展速度

Fig. 3 は超小型 CT 試験片を用いて得られた疲労き裂進展速度と応力拡大係数範囲の関係を示す。

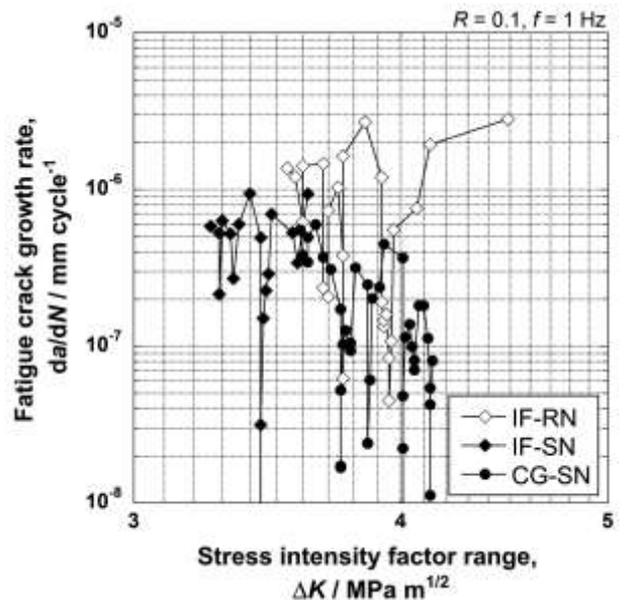


Fig. 3 Fatigue crack growth resistance curves.

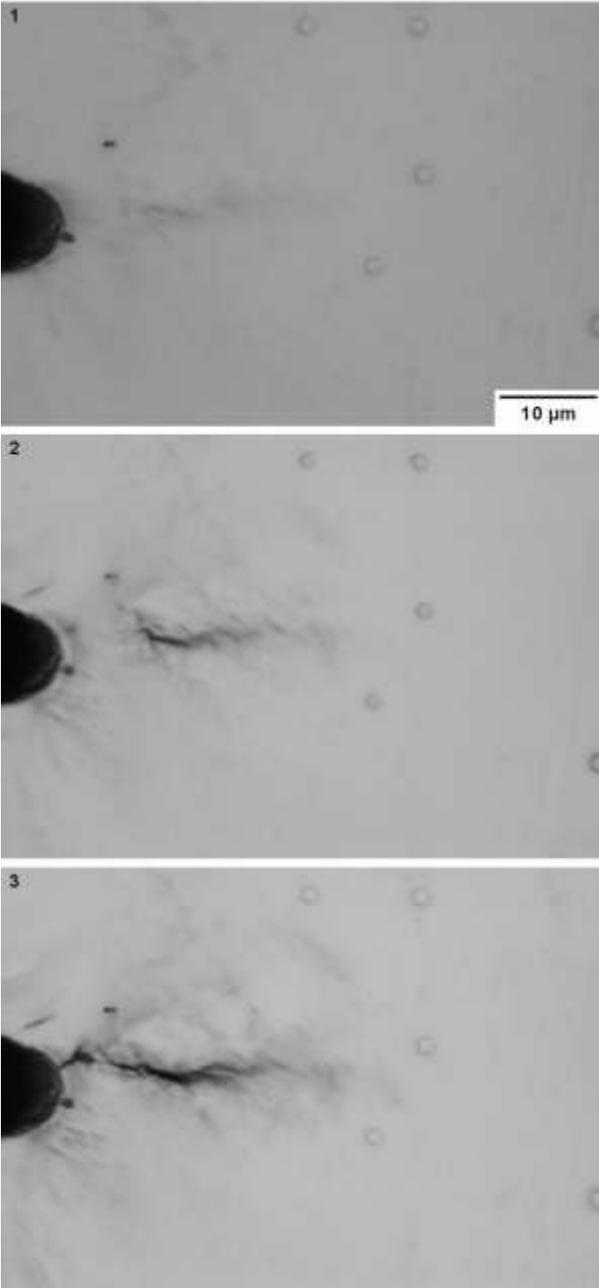
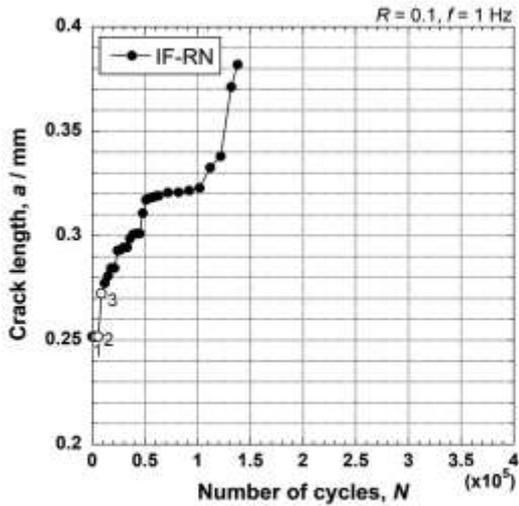


Fig. 4 Crack growth process of IF-RN specimen.

いずれの試験片においてもき裂進展速度が乱高下している。CG-SN ではき裂進展に伴いき裂進展速度が低下する傾向にある。一方、IF-SN では途中き裂進展が大きく停滞するが、再び増加している。

### 3.2 RN 試験片のき裂進展挙動

Fig. 4 は IF-RN 試験片におけるき裂進展過程を示す。最初、切欠き先端前方約 30  $\mu\text{m}$  の領域にすべり変形が生じ (図中 1)、次の繰返し負荷により切欠きから約 10  $\mu\text{m}$  離れた箇所でき裂が発生した (図中 2)。さらなる繰返し負荷により切欠きとき裂が連結し、き裂進展の加速がみられた (図中 3)。その後もき裂進展の停滞に伴う先行き裂の形成、主き裂との連結による加速を繰返してき裂進展した。

Fig. 5 は IF-RN 試験片における疲労試験後期のき裂経路周りの ECCI 観察結果を示す。き裂は屈曲、分岐を繰返して進展しており、き裂経路には直径約 1  $\mu\text{m}$  の等軸セル構造の発達がみられた。また、セル境界に沿ってき裂進展した箇所も観察された。したがって、IF-RN 試験片では、疲労進行に伴い、き裂近傍でセル構造が発達し、続いてセル境界に先行き裂を形成し、それらを連結しながら、間欠的なき裂進展を起こすと考えられる。Awatani ら<sup>8)</sup>によって、純鉄の疲労き裂周辺の TEM 観察により、荷重軸垂直方向に伸長したセル構造の境界に沿ってき裂進展することが報告されている。ステージ I 領域に対応するき裂進展を調査した本研究の荷重レベルは既往研究<sup>8)</sup>よりも低く、セル構造の発達形

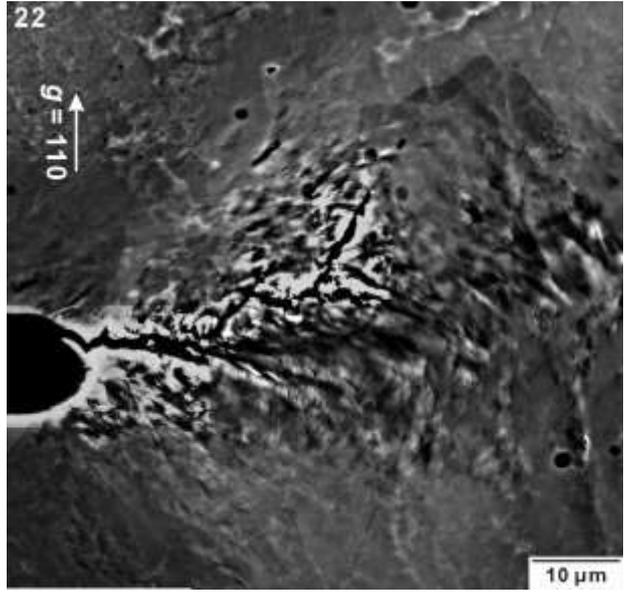


Fig. 5 Crack profile of IF-RN specimen.

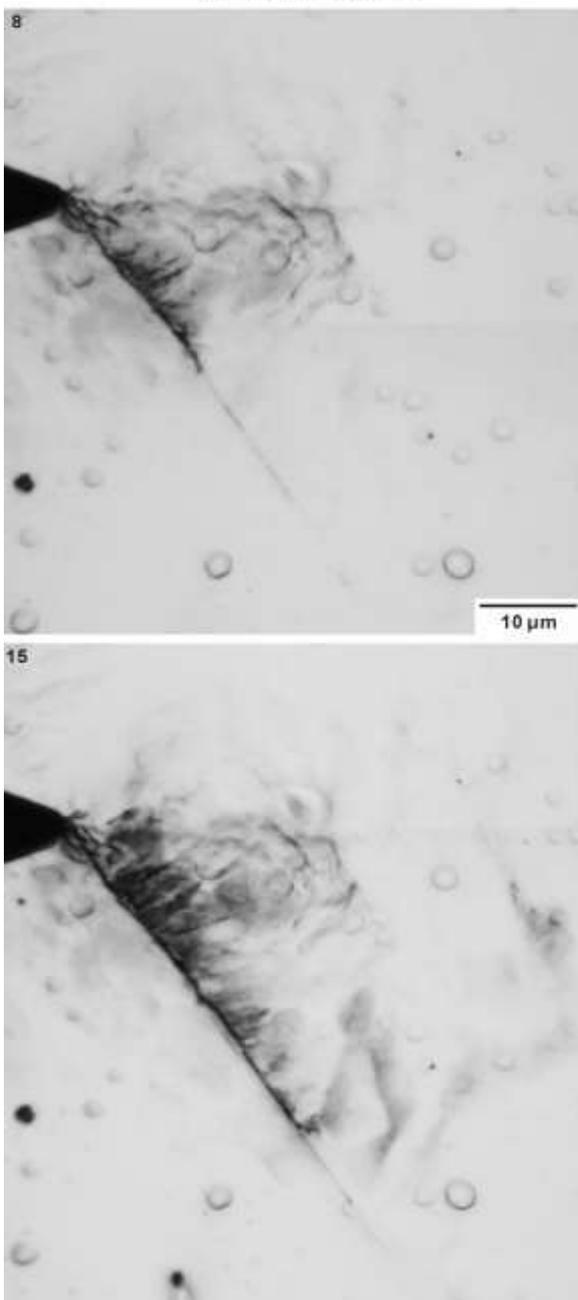
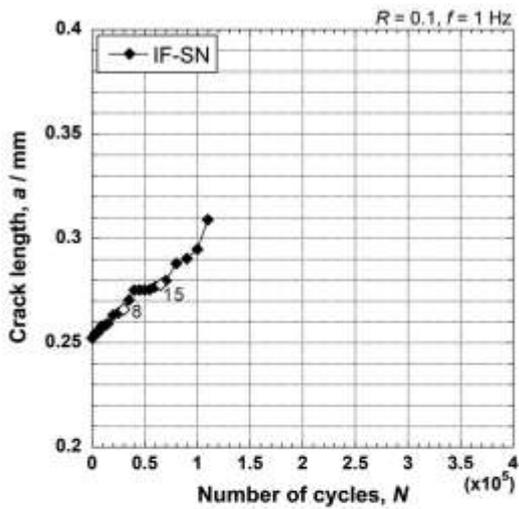


Fig. 6 Crack growth process of IF-SN specimen.

態が異なったことで、それに続くセル境界に沿ったき裂進展挙動が変化したと考えられる。

### 3.3 SN試験片のき裂進展挙動

Fig. 6はIF-SN試験片におけるき裂進展過程を示す。最初、IF-RN試験片の場合と同様に切欠きの前方約 $30\ \mu\text{m}$ の領域にすべり変形が生じるものの、切欠き先端より $55^\circ$ の角度を成す $[1\bar{1}\bar{1}]$ 方向にき裂が発生、進展した(図中の8)。また、偏向したき裂の前方には進展に先立って $[1\bar{1}\bar{1}]$ 方向に平行なせん断帯が現れた。さらに繰返し負荷を加えると、せん断帯に沿ってき裂進展した後、き裂進展方向に向かって左側にすべりの痕跡を残しながら、逸れて進展した(図中の15)。さらに繰返し負荷を増すと、き裂進展は停滞し、き裂の中程より分岐が起こり、再度き裂進展速度が増加した。

Fig. 7はIF-SN試験片のき裂停滞時のECCI観察結果を示す。切欠き先端前方には、IF-RN試験片と同様に等軸セル構造が発達したにもかかわらず、き裂は切欠き先端から $[1\bar{1}\bar{1}]$ 方向に発生し、進展した。また、偏向したき裂の先端前方には、せん断帯が観察された。さらに、き裂進展方向に向かって左側には等軸セル構造が発達しており、き裂はせん断帯からセル境界に経路を変えて進展していた。

Fig. 8は切欠き先端前方に1つの結晶粒を配したCG-SN試験片のき裂進展過程を示す。IF-SN試験片と同様にき裂が $[1\bar{1}\bar{1}]$ 方向に発生し、せん断帯に沿

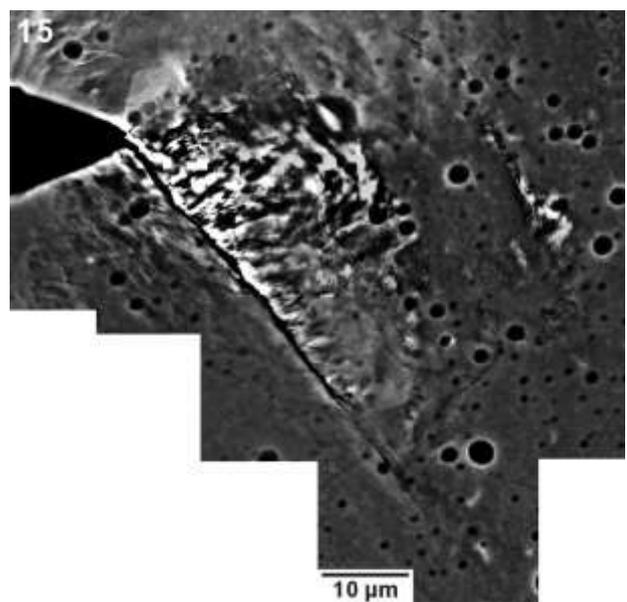


Fig. 7 Crack profile of IF-SN specimen.

って進展した。また、き裂が進展するにつれて、き裂進展速度は低下し、き裂進展方向に向かって左側の領域においてすべり変形が生じていた。

Fig. 8はCG-SN試験片のECCIおよびTEM（挿入図）観察結果を示す。切欠き先端前方には等軸セル構造が発達していた。偏向したき裂の先端前方および側方には伸長したセル構造が観察された。

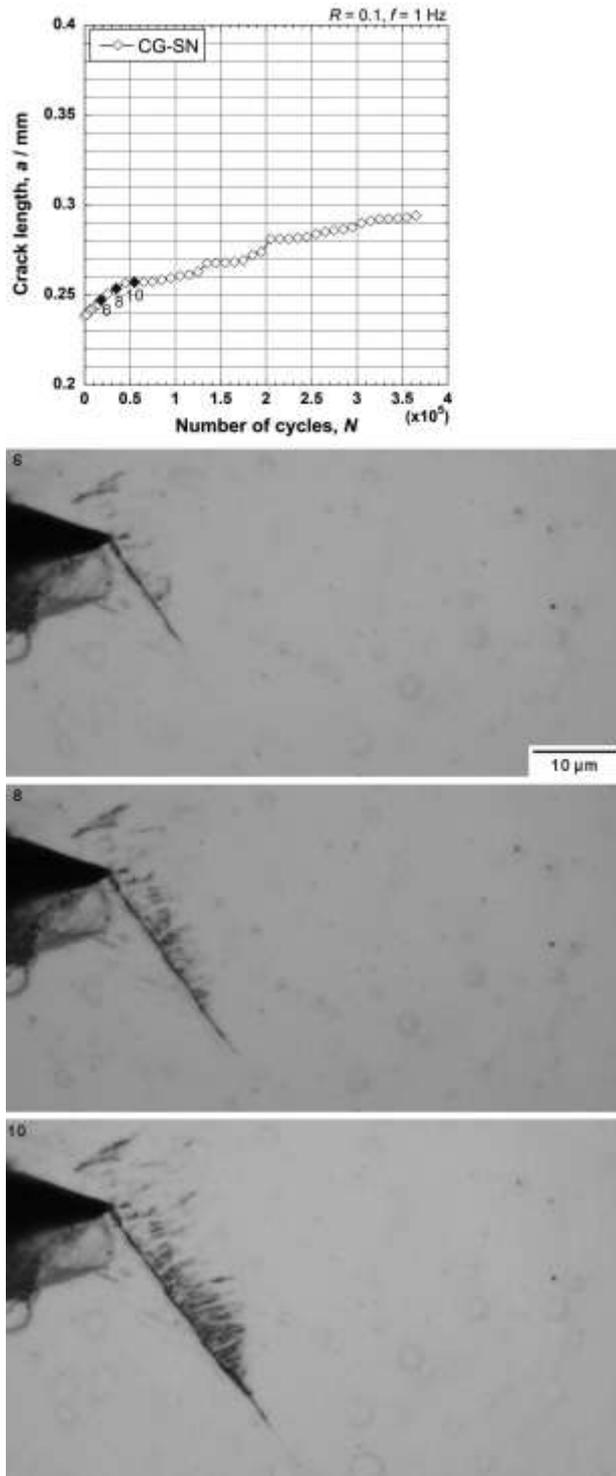


Fig. 8 Crack growth process of CG-SN specimen.

同様の下部組織が Takahashi ら<sup>9)</sup>の Fe-3.2% Si 合金の疲労き裂周りの TEM 観察によっても示されている。また、き裂進展方向に向かって左側のすべり変形領域では、[111]方向の転位が観察されている (Fig. 9)。

Fig. 10は55°偏向したき裂を模した結晶塑性解析モデルにおけるすべりの活動度を示している。[1 $\bar{1}\bar{1}$ ]方向のすべりは偏向したき裂の前方よりもき裂垂直方向に活動が集中している。さらに、[111]方向のすべりはき裂進展方向に向かって左側の領域に活動が広がっており、観察結果と一致している。したがって、偏向したき裂の側方で二重すべりが起こり、セル構造が発達した後、その境界が分離することでき裂が進展方向を変え、伝播することが考えられる。

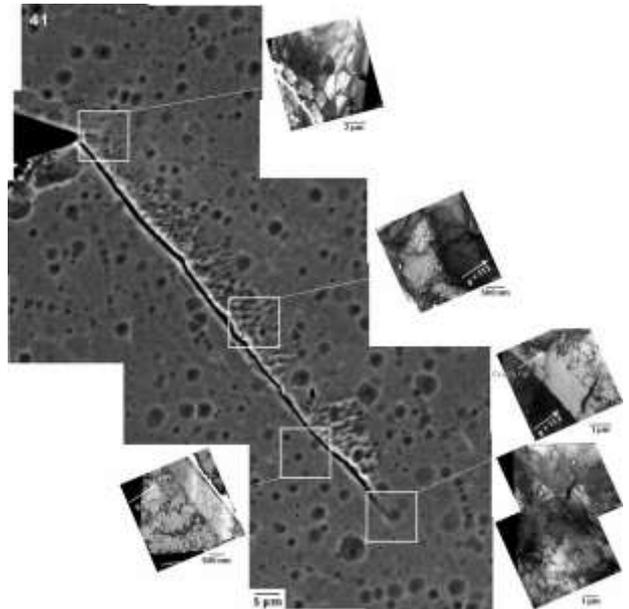


Fig. 9 Crack profile of CG-SN specimen.

#### 4. おわりに

本研究の活動期間に行った研究の結果は、以下の2つの要点にまとめられる。

- (1) 切欠き先端形状によって、き裂進展挙動が異なる。RN 試験片ではき裂は切欠き先端領域にセル構造を形成した後、セル境界に先行き裂を生成し、連結しながら、巨視的には荷重軸垂直方向に進展する。SN 試験片ではき裂は1つのすべり方向に形成されたせん断帯に沿って大きく偏向して進展する。

(2) SN 試験片において偏向したき裂周辺では、き裂側方で活性化される 2 つの面内すべり方向  $[111]$  および  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  のすべりによってセル構造が発達し、せん断帯からセル境界へ経路を変えてき裂進展する。

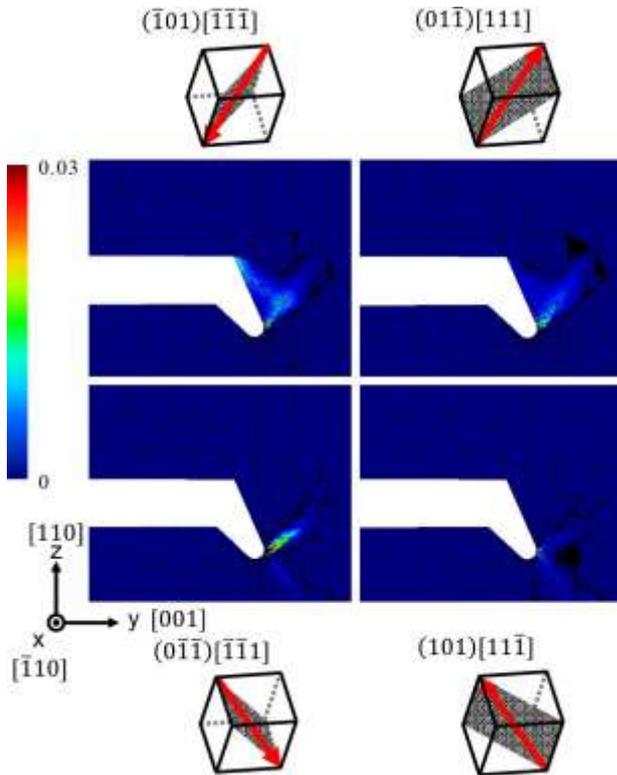


Fig. 10 Slip activity of in-plane slips around kinked notch tip.

## 文献

- 1) S. Ueki, T. Matsumura, Y. Mine, S. Morito and K. Takashima: *Scr. Mater.*, **173** (2019), 80.
- 2) K. Ushioda, S. Goto, A. Komatsu, A. Hoshino and S. Takebayashi: *Tetsu-to-Hagané*, **94** (2008), 321 (in Japanese).
- 3) H. Nakano, T. Miyazawa, H. Shuto, and T. Fujii: *Tetsu-to-Hagané*, **109** (2023), 76 (in Japanese).
- 4) S. Ueki, Y. Mine and K. Takashima: *Mater. Sci. Eng. A*, **773** (2020), 138830.
- 5) A. Matsushita, S. Ueki, Y. Mine and K. Takashima: *ISIJ Int.*, **61** (2021), 1688.
- 6) A. Matsushita, Y. Mine and K. Takashima: *Scr. Mater.*, **201** (2021), 113976.
- 7) D. Peirce, R.J. Asaro and A. Needleman: *Acta Metall.*, **31** (1983), 1951.
- 8) J. Awatani, K. Katagiri and H. Nakai: *Metall. Trans. A*, **9** (1978), 111.
- 9) Y. Takahashi, J. Sakamoto, M. Tanaka, K. Higashida and H. Noguchi: *Scr. Mater.*, **64** (2011), 157.

# 亀裂先端方位と力学場に基づく微小疲労亀裂進展解析

柴沼 一樹<sup>a)</sup>、YAO, Qingzhi<sup>a)</sup>

a) 東京大学 大学院工学系研究科

## 1. はじめに

疲労損傷は、構造物や機器における最も一般的な経年劣化現象の一つである。したがって、実構造物の疲労寿命を事前に予測することは、設計段階における信頼性評価や維持管理の最適化にとって極めて重要である。

構造物や試験片の疲労寿命は、それを構成する材料の微視組織因子や強度などの機械的特性に加え、幾何学的形状や外力条件にも大きく依存することが知られている。しかしながら、疲労寿命とこれらの支配因子との定量的関係を統一的に記述可能な理論やモデルは、いまだ十分には確立されていない。

この破壊力学分野における長年の未解決課題に対し、著者らの研究グループでは、金属材料における疲労損傷の発生・進展機構を実験的に詳細観察し、確認された現象をモデル化の基軸に据えることで、上述の支配因子を入力情報とした疲労寿命予測を可能とするモデル化戦略の構築に取り組んできた。具体的には、フェライト・パーライト鋼の平滑材を対象とした引張/圧縮荷重下でのプロトタイプモデルの提案<sup>1)</sup>に始まり、任意の荷重条件（試験片形状・応力比）への適用性拡大によるベースモデルの確立<sup>2)</sup>、さらにベイナイト鋼やマルテンサイト鋼などの高強度鋼<sup>3)</sup>、調和組織材<sup>4)</sup>、溶接部材<sup>5)</sup>への展開を進めてきた。また、従来は予備の疲労試験を必要としていた Paris 則の材料係数を微視組織情報のみから推定する手法も提案している<sup>6)</sup>。

これまでの研究により、本マルチスケールモデルは、試験片あるいは構造物を対象とした巨視的疲

労寿命の予測に関して段階的に妥当性検証を積み上げてきた。一方で、材料中の微小スケールにおける亀裂進展挙動そのものの再現性については、必ずしも十分に検証されているとは言い難い。

以上の背景から、本研究では、マルチスケール疲労寿命予測モデルが微小スケールにおける亀裂進展挙動をどの程度の精度で再現可能であるかを検証することを目的とする。具体的には、

(i) メゾスケール（多結晶体スケール）

(ii) ミクロスケール（結晶粒内スケール）

のそれぞれについて実験結果との比較を行う。

## 2. マルチスケール疲労寿命予測モデル

### 2.1 疲労寿命予測のコンセプト

従来、材料の疲労寿命は、亀裂が発生するまでの載荷回数である「亀裂発生寿命」と、その後の亀裂進展から破断に至るまでの載荷回数である「亀裂進展寿命」の和として評価する考え方が一般的であった。しかしながら、これらの定義は必ずしも統一的あるいは普遍的に与えられていたわけではない。

これに対し、本研究で用いるマルチスケールモデルでは、実験事実に基づき、疲労寿命を「亀裂進展寿命」のみで評価する。

フェライト・パーライト鋼の高サイクル疲労試験に対して実施したその場観察結果<sup>1)</sup>を Fig. 1 に示す。最終破断寿命は 218,987 回であったのに対し、

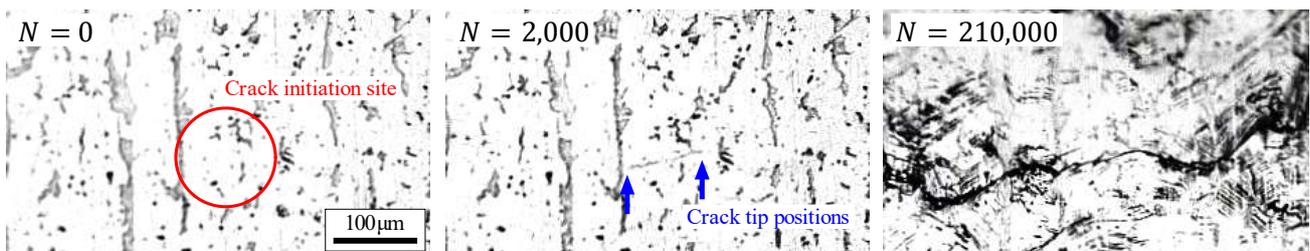


Fig. 1. In situ observation of the crack initiation site during high-cycle fatigue in a steel material<sup>1)</sup>. Although the final fracture occurred at 218,987 cycles, a crack was already clearly observed at 2,000 cycles, corresponding to less than 1% of the total life.

全寿命の 1% 未満に相当する 2,000 回の時点ですでに明確な亀裂が確認された。本試験は平滑材を用いた引張/圧縮条件であり、一般には亀裂発生寿命が支配的になりやすい条件である。それにもかかわらず、亀裂発生に要する寿命は全寿命と比較して極めて小さい。

このことは、少なくとも鉄鋼材料においては、種々の荷重条件下においても亀裂発生寿命は疲労寿命全体に対して十分に小さく、モデル化において無視し得る可能性を強く示唆している。

なお、本モデルでは亀裂発生寿命を陽には扱わないものの、亀裂進展の駆動力である分解せん断応力が材料抵抗である転位の摩擦応力を下回る場合には、表面結晶であっても亀裂進展の前駆段階であるすべり線形成は生じない。したがって、事実上の意味で亀裂発生条件が内在していることに注意されたい。

## 2.2 マルチスケールモデル

本研究で用いるマルチスケールモデルの概念を Fig. 2 に示す。本節では、その基本的な考え方と構成について説明する。

「① 疲労寿命を亀裂進展によって評価する」という方針は、本研究の実験観察に基づく最も重要な前提である。これを実現するためには、亀裂長さがゼロ、すなわち亀裂発生初期からの進展挙動を再現可能なサブモデルが必要となる。本研究では、表面の塑性不安定に起因して形成される微小亀裂を記述するために、「亀裂と粒界の相互作用理論」<sup>7)</sup>を基礎とし、結晶方位や方位差、粒界間距離などの結晶学的因子を考慮する形へと拡張した定式化<sup>8)</sup>を用いる。これを亀裂進展の駆動力を与える素過程モデルとして組み込んでいる。亀裂進展速度は、亀裂先端すべり変位範囲を駆動力として次式により評価される。

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta CTSD^n - \Delta CTSD_{th}^n) \quad (1)$$

ここで用いられる定数は特定材料に依存するフィッティングパラメータではなく、鉄鋼材料に対して広く適用可能な一般性を有する値として与えられている。式(1)は応力拡大係数を用いた Paris 則と類似の形式を持つ。一方で、本モデルで用いる駆動力は亀裂長さがゼロであっても、分解せん断応

- ・実現象：疲労の発生寿命は無視できるか存在しても1%以下  
① 疲労寿命を亀裂進展によって評価
- ・必要な入力データは事前取得可能な現象の支配因子のみ  
② (i) 微視組織因子、(ii) 引張特性、(iii) 構造物/試験片の幾何学的形状・荷重条件、のみで、材料定数の事後的な同定は不要
- ・疲労損傷は本来複雑な3次元現象だが、従来知見が蓄積  
③ 3次元問題を2段階の2次元問題としてモデル化
- ・現象のメカニズム・支配因子は広範囲のスケールに跨って存在  
④ マルチスケールモデルとして構築

Fig. 2. Modeling concept of the multiscale fatigue life prediction model.

力が転位の摩擦応力を超えれば正值となる。この特徴により、表面の塑性不安定に起因する亀裂発生メカニズムと自然に整合したクライテリオンとして機能する。

「② 材料の (i) 微視組織因子、(ii) 引張特性、(iii) 構造物/試験片の幾何学的形状および荷重条件のみを入力とし、材料定数の事後的同定を必要としない」という点は、本モデルの重要な特長である。すなわち、本モデルは純粋な意味での予測を目的としており、多くの従来モデルのように事前のパラメータ同定を前提とする連続体力学的枠組みとは明確に異なる立場をとっている。

「③ 3次元問題を2段階の2次元問題として扱う」という戦略は、疲労損傷現象を結晶塑性有限要素解析などにより直接三次元で解く場合、計算コストが膨大となり現実的ではないことへの実践的な解決策として導入されたものである。これまでの研究から、疲労亀裂は (1) 材料表面における局所的な塑性不安定に起因し、(2) 最大主応力にほぼ垂直な方向へ進展することが知られている。そこで本モデルでは、これらの物理的知見に基づき、本来 3次元である現象を2段階の2次元問題へと合理的に簡略化して取り扱う。

「④ マルチスケールモデルとして構築する」理由は、①で扱うマイクロスケールの破壊機構と、②で与えられるマクロスケールの材料特性や構造条件との間に明確なスケールギャップが存在するためである。これらを整合的に接続する枠組みとして、マルチスケール解析が導入されている。

以上のコンセプトに基づいて構築されたモデルの全体像を Fig. 3 に示す。本モデルは、(a) 巨視的有限要素解析、(b) 微視組織モデル、(c) 亀裂進展モデル、の3個のサブモデルから構成され、計算の流

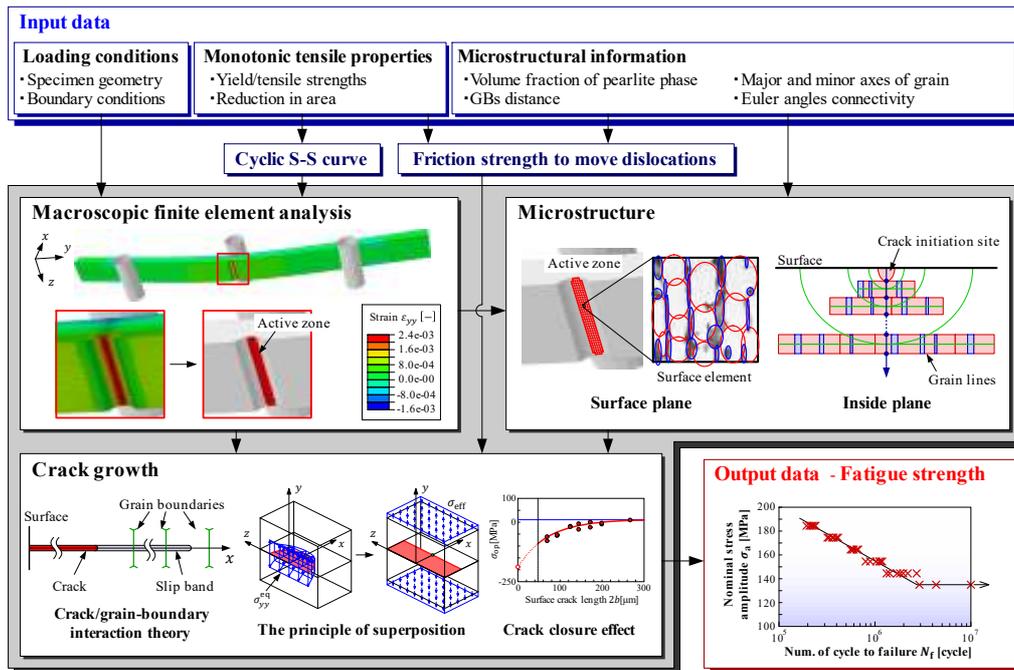


Fig. 3. Overall framework of the multiscale fatigue life prediction model consisting of sub-models for (a) macroscopic finite element analysis, (b) microstructure, and (c) crack growth.

これは以下の通りである。

- (i) 有限要素解析により、構造物内のひずみ集中領域をアクティブゾーンとして特定する。
- (ii) アクティブゾーン内の微視組織をモデル化する。
- (iii) 表面のすべての結晶粒を亀裂発生サイトと仮定し、各サイトについて亀裂進展挙動を評価することで破断までの载荷回数を求める。
- (iv) 最弱リンク仮説に基づき、最短の寿命をもって構造物あるいは試験片の疲労寿命とする。

各サブモデルの詳細および具体的な計算手順については、文献<sup>2,3)</sup>を参照されたい。

### 3. メゾスケール亀裂進展解析

本節では、マルチスケール疲労寿命予測モデルがメゾスケールにおける微小亀裂進展挙動をどの程度の精度で再現可能であるかを実験結果との比較により検討する。具体的には、微小亀裂から長亀裂への遷移が生じるとされる、数百  $\mu\text{m}$  オーダーの亀裂進展挙動を対象にその場観察によって取得された亀裂長さ履歴および亀裂進展速度と、モデル予測結果との直接比較を行い、マルチスケールモデルの再現性を評価する。

### 3.1 対象とする供試鋼と疲労試験

供試材には標準的なフェライト・パーライト鋼を用いた。化学成分を Table 1 に示し、機械的特性および微視組織特徴量を Table 2 に示す。

Table 1. Chemical composition of the test steel for the mesoscale analysis

C	Si	Mn	P	S
0.14	0.36	1.54	0.014	0.002

Table 2. Mechanical and microstructural properties of the test steel for the mesoscale analysis

Yield strength [MPa]	Tensile strength [MPa]	Reduction in area [-]	Average grain size [ $\mu\text{m}$ ]	Volume fraction of pearlite [%]
368	538	0.78	15.4	7.6

微視組織情報を取得するため、Fig. 4 に示すように光学顕微鏡観察およびEBSD解析を実施し、フェライト粒径分布、結晶方位分布、ならびにパーライトの体積率およびバンド厚さ分布を定量化した。これらの統計量は、微視組織モデルの入力条件として使用した。

疲労試験には切欠きを有する板状試験片を用いて、2段階の荷重条件（126 MPa・140 MPa）で実施

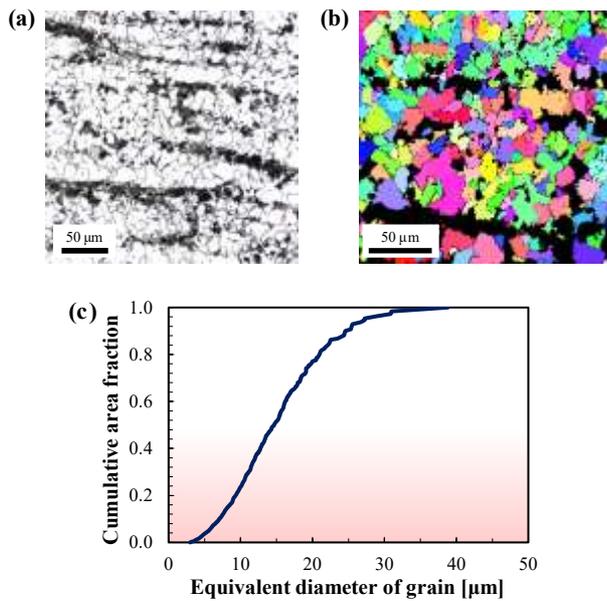


Fig. 4. Microstructural characterisation of the test steel: (a) optical micrograph, (b) IPF map obtained from EBSD analysis, and (c) distributions of equivalent ferrite grain diameter.

した (Fig. 5(a))。試験片側面は鏡面研磨後、ナイター腐食を施し、自動その場観察システム (Fig. 5(b)) によって亀裂進展挙動を連続的に記録した (Fig. 5(c))。载荷は室温大気中での一軸引張圧縮の正弦波荷重とし、所定の応力振幅条件の下で実施した。

本手法により、数  $\mu\text{m}$  程度の極めて初期の段階から破断に至るまでの亀裂長さ履歴を取得することができ、結晶粒スケールでの進展挙動を高い空間分解能で把握することができた。

### 3.2 モデルの妥当性検証

はじめに、モデル予測により得られた最終破断寿命と実験結果を比較したところ、Fig. 6 に示すように良好な一致が得られた。しかしながら、本研究の主眼は寿命そのものではなく、寿命を支配する過程である微小亀裂進展挙動の再現精度にある。

そこで、実験により得られた亀裂長さや亀裂進展速度の関係と、対応するマルチスケールモデルの予測結果との比較を行った。その結果、Fig. 7 に示すように、モデル予測により、結晶粒界近傍で生じる進展速度の顕著な変動や、数粒径に相当する長さ領域で現れる進展抵抗の増大といった、メゾスケールに特有の現象を適切に再現できることが確認された。さらに、亀裂長が増加するに従い

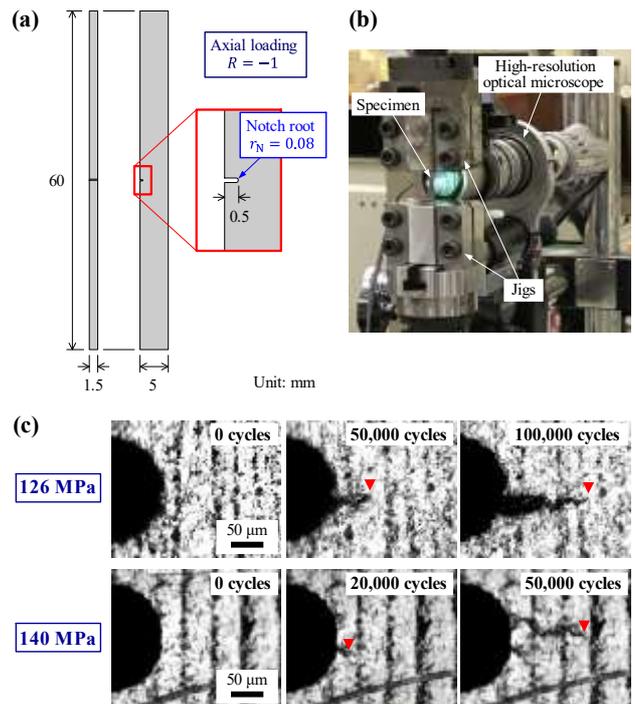


Fig. 5. Experimental setting and results: (a) specimen configuration, (b) setup of the fatigue test, and (c) measured mesoscale crack growth behaviour.

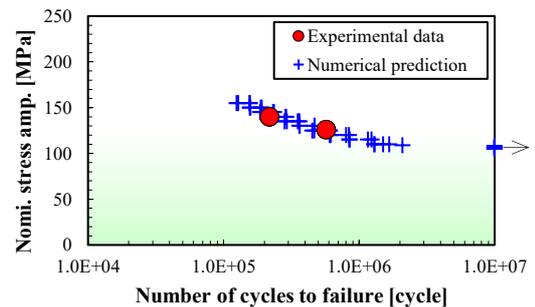


Fig. 6. Experimental and numerically predicted S-N data.

進展挙動が徐々に安定化し、巨視的な連続体力学的挙動へ移行する様子についても、実験結果と解析結果の間で良好な対応が得られた。

以上の比較から、本マルチスケールモデルは、微視組織に起因する不均質な亀裂進展挙動を物理的妥当性を保った形で表現できており、メゾスケールにおける亀裂進展現象の理解および予測に対して高い再現能力を有することが示された。

### 4. ミクロスケール亀裂進展解析

本節では、峯らによって報告された IF 鋼の超小型 CT 試験結果<sup>8)</sup>を対象として、マルチスケールモ

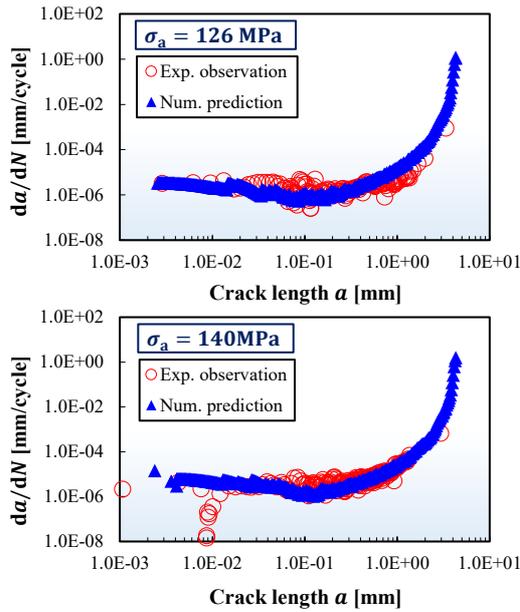


Fig. 7. Comparison of experimentally measured and numerically predicted relationships between crack length and crack growth rate in the mesoscale tests.

デルによる亀裂進展挙動の再現性を検証する。対象とする実験では、切欠き先端形状の異なる2種類の試験片が用いられており、同一材料・同一結晶学条件のもとで進展経路および進展速度に顕著な差異が確認されている。本研究では、これら2条件に対する予測結果を実験と直接比較することで、モデルの適用範囲と限界を明らかにする。

#### 4.1 対象とする供試鋼と疲労試験<sup>8)</sup>

解析対象は、IF鋼の超小型CT試験である。化学成分をTable 3に示し、機械的特性および微視組織特徴量をTable 4に示す。

実験では、EBSDにより試験片全体の結晶方位が事前に取得され、その情報に基づいて、切欠き先端において特定の面内すべり系が支配的となる位置を狙ってFig. 8に示すように切欠き先端形状の異なるSN試験片およびRN試験片がそれぞれ切り出されている。切欠き先端に配置した結晶の方位をFig. 9に示す。したがって、マルチスケールモデルによる再現解析においても、両試験に対して実験と同一の結晶学的条件を入力として与えることが可能である。

疲労試験は室温大気中で実施され、亀裂長さ履歴はその場観察によって取得されている。また、試験後にはECCIやTEMにより、亀裂先端近傍に

Table 3. Chemical composition of the test steel for the microscale analysis<sup>8)</sup>.

C	P	S	Ti	Al	O	N
0.001	0.002	0.001	0.043	0.038	0.003	0.0009

Table 4. Mechanical and microstructural properties of the test steel for the microscale analysis<sup>8)</sup>.

Tensile strength [MPa]	Reduction in area [-]	Average grain size [ $\mu\text{m}$ ]
248	0.77	124

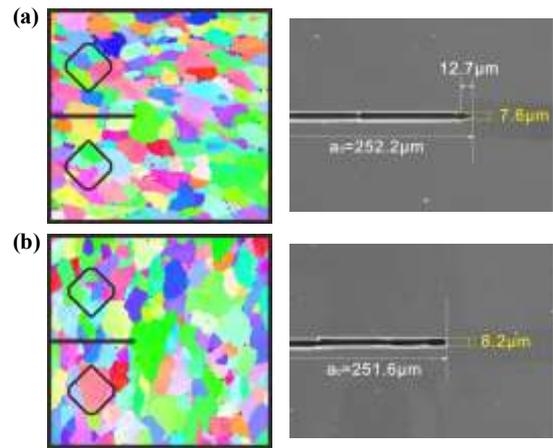


Fig. 8. Configurations and grain arrangements of the miniature CT specimens together with SEM images of the notch-tip regions: (a) SN specimen, (b) RN specimen<sup>8)</sup>.

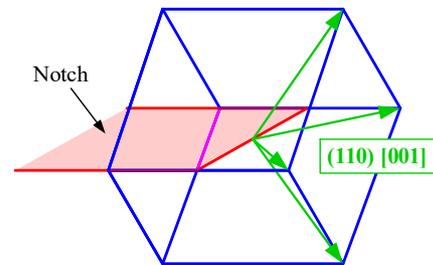


Fig. 9. Crystal orientation of the grain at the notch tip for the SN and RN specimens<sup>8)</sup>.

おける転位構造やセル形成、せん断帯の発達などが詳細に調査されている。

峯らの報告によれば、SN試験片では特定のすべり方向に沿ったせん断帯に支配された偏向進展が生じることが示されている(Fig. 10(a))。一方、RN試験片ではセル構造の形成と先行き裂の生成・連結が繰り返されることで間欠的な進展が生じることが確認されている(Fig. 10(b))。

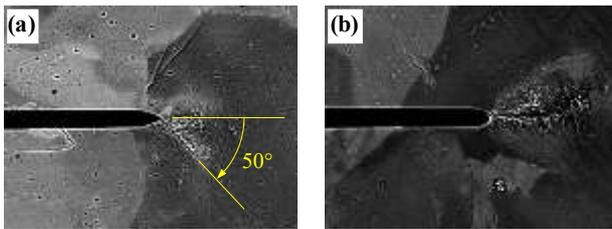


Fig. 10. Experimentally observed crack growth profiles: (a) SN specimen, (b) RN specimen.

## 4.2 モデルの妥当性検証

Fig. 11 に、実験およびマルチスケールモデル解析により得られた载荷回数と亀裂長さの関係を示す。以下では、まず典型的な Stage I 亀裂進展である単一すべり支配の進展形態が成立する SN 試験片について検討し、その後に RN 試験片に対する結果を議論する。

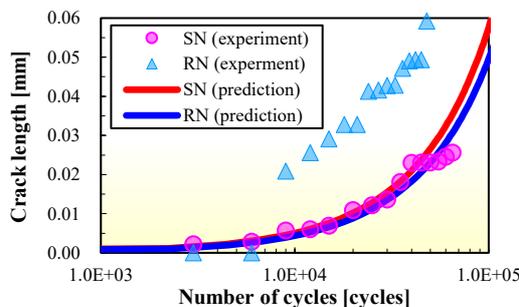


Fig. 11. Comparison of experimentally measured and numerically predicted relationships between number of cycles and crack length in the miniature CT tests.

まず SN 試験片について見ると、実験では亀裂は典型的な Stage I 亀裂進展挙動として知られる、特定の単一すべり系に沿って発生し、せん断帯に支配されながら偏向して進展することが報告されている。マルチスケールモデルによる予測においても、支配的となるすべり系は実験と一致し、亀裂進展経路は極めて良好に再現された。亀裂進展速度に関しては、実験では進展途中で停滞や再加速が確認される。峯らはこれらの変動が、せん断帯の形成やセル構造の発達、さらにはき裂の分岐や再連結に起因すること示唆している<sup>8)</sup>。一方、本モデルではこのような局所組織の発展過程は陽には扱っていないため、短周期的な速度変動は再現されない。しかしながら、平均的な進展速度および亀裂長さの増加傾向については実験結果と定量的にも非常に良い一致を示しており、単一すべりに

支配される進展挙動に対して高い予測精度を有することが確認された。

次に、RN 試験片について検討する。実験では、SN 試験片よりも応力拡大係数で評価される駆動力が低い条件であるにもかかわらず、亀裂進展速度はむしろ高く、進展経路も単純なすべり面に従うものではなく、セル構造の発達および先行き裂の生成・連結によって複雑な様相を示すことが報告されている。しかし、本モデルでは亀裂進展は結晶学的すべりに基づく駆動力によって決定され、実験で考察されたような組織進化は考慮されていない。そのため解析上は、亀裂進展の純粋な駆動力の大小関係に対応して、SN 試験片よりも遅い進展速度が予測結果として得られ、実験結果との間に差異が生じる結果となった。

以上より、本マルチスケールモデルは、すべり系により規定される亀裂進展形態については高精度に再現可能である一方、セル構造の発達や先行亀裂の連結といった組織進化を伴う進展挙動を表現するためには、モデルに追加のメカニズムを導入する必要があることが示唆された。今後は、今回の RN 試験片で観察された亀裂進展挙動が、構造物の疲労寿命や材料の疲労特性を決定する因子となり得るのか、慎重な評価の上でモデルのさらなる高度化を検討することが必要と考えられる。

## 5. おわりに

本研究では、実験観察に基づいて構築されたマルチスケール疲労寿命予測モデルが、微小スケールにおける亀裂進展挙動をどの程度の精度で再現可能であるかについて検討した。

メゾスケール解析では、結晶粒界近傍における進展速度の変動や、数粒径に対応した進展抵抗の増大、さらには長亀裂挙動への遷移といった特徴的な現象が、実験結果と良好に対応することが確認された。これにより、微視組織に起因する不均質性を考慮した亀裂進展評価が妥当な枠組みで実現されていることが示された。

一方、ミクロスケール解析では、単一すべりに支配される進展形態については、亀裂経路および平均的な進展速度の双方において高い再現性が得られた。しかしながら、セル構造の形成や先行亀裂の生成・連結といった組織進化を伴う複雑な進

展挙動については、現行モデルでは十分に表現できず、追加のメカニズムを導入する必要があることが示唆された。

以上より、本マルチスケールモデルは、結晶学的因子により規定される亀裂進展挙動に対して定量的に極めて良好な再現性を有していることが確認された。一方で、場合によっては、複雑な亀裂進展機構を考慮する必要性も示唆され、モデルのさらなる高度化・一般化に向けた指針を得ることができた。

## 文献

- 1) K. Shibamura, K. Ueda, H. Ito, Y. Nemoto, M. Kinefuchi, K. Suzuki, and M. Enoki, *Materials & Design* **139** (2018), 269, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.10.069>.
- 2) H. Ito, Y. Suzuki, H. Nishikawa, M. Kinefuchi, M. Enoki, and K. Shibamura, *International Journal of Mechanical Sciences* **170** (2020), 105339, <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2019.105339>.
- 3) H. Zhou, Z. Liu, M. Kinefuchi, K. Shibamura, *International Journal of Fatigue* **158** (2022), 106749, <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2022.106749>.
- 4) H. Zhou, Z. Liu, S. Kikuchi, and K. Shibamura, *Materials & Design* **226** (2023), 111657, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2023.111657>.
- 5) H. Zhou, M. Kinefuchi, Y. Takashima, and K. Shibamura, *International Journal of Mechanical Sciences* **284** (2024), 190751, <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2024.109751>.
- 6) H. Zhou, Y. Suzuki, M. Kinefuchi, S. Schmauder, K. Dogahe, and K. Shibamura, *International Journal of Fatigue* **168** (2023), 107386, <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2022.107386>.
- 7) K. Tanaka, Y. Akiniwa, Y. Nakai, and R.P. Wei, *Engineering Fracture Mechanics* **24** (1986), pp. 803-819, [https://doi.org/10.1016/0013-7944\(86\)90266-3](https://doi.org/10.1016/0013-7944(86)90266-3).
- 7) K. Tanaka, Y. Akiniwa, Y. Nakai, and R.P. Wei, *Engineering Fracture Mechanics* **24** (1986), pp. 803-819,
- 8) 峯洋二, 眞山剛, 日本鉄鋼協会第 191 回 講演大会, 「局所塑性に由来する損傷発達および破壊」最終報告会シンポジウム, 2026 年 3 月.

# き裂発生と進展の基礎となる空孔形成と密度分布の結晶塑性解析

奥山彫夢<sup>a)</sup>、大橋鉄也<sup>b)</sup>、田中将己<sup>c)</sup>

a) 北見工業大学

b) 北見工業大学名誉教授

c) 九州大学

## 1. 緒言

金属材料結晶中では、塑性変形とともに多数の結晶欠陥が蓄積する．中でも点欠陥の一つである原子空孔は、材料の破壊の起点となりうる．さらには、原子空孔濃度の高い領域が連なることで、き裂進展の要因ともなる．塑性変形によって生ずる原子空孔は、主に二つの要因で発生する．一つは、刃状転位の対消滅によって生じ、刃状転位の余剰原子半面同士が離れている場合には原子空孔が放出される．二つ目は、らせん転位の切りあいおよび二重交差すべりによって形成されるジョグが引きずられることによって原子空孔が放出される．我々はこれまでに、刃状転位の対消滅による空孔形成モデルを結晶塑性解析に導入した<sup>1)</sup>．本研究ではジョグの引きずりによる空孔形成のモデルを結晶塑性解析に導入し、結晶のすべり変形とともに蓄積する空孔密度について検討する．

## 2. ジョグの発生速度と原子空孔形成のモデル

Cuitino and Ortiz<sup>2)</sup>は、すべり系  $n$  の転位の運動によるジョグの発生速度  $j$  を式(1)のように表した．

$$j^{(n)} = j_{interaction}^{(n)} + j_{cross\ slip}^{(n)} = \frac{1}{b} c_1 E^{(n)} \dot{\gamma}^{(n)} + \frac{1}{b} c_2 \dot{\rho}_S^{(n)} \quad (1)$$

式(1)の第一項  $j_{interaction}^{(n)}$  はすべり系  $n$  の運動転位と林立転位の切りあいによって形成されるジョグ数の増加速度、第二項  $j_{cross\ slip}^{(n)}$  はすべり系  $n$  の運動転位に二重交差すべりが生ずることで形成されるジョグ数の増加速度である． $c_1$  はすべり変形に対するらせん転位の寄与割合である． $c_2$  は数値係数、 $b$  はバーガースベクトルの大きさ、 $E^{(n)}$  はすべり系  $n$

から見た林立転位密度、 $\gamma$  はすべり系の塑性せん断ひずみ、 $\rho_S$  は蓄積転位密度である．式(1)を基礎にしていくつかのモデル化をすると、形成したジョグが引きずり運動することで放出する空孔密度の増分は式(2)で与えられる．

$$\Delta N_{jog\_drag}^{(n)} = \frac{rL^{(n)}}{c_3 b^2} \left[ c_1 \sum_m (\eta_{SS}^{(nm)} \rho_S^{(m)} + \eta_{GN}^{(nm)} \|\rho_G^{(m)}\|) \Delta \gamma^{(n)} + c_2 \Delta \rho_S^{(n)} \right] \quad (2)$$

$L$  は転位の平均自由行程であり、 $r$  はジョグの運動距離（ジョグの平均自由行程と呼ぶことにする）と  $L$  との比である． $\eta_{SS}^{(nm)}$  と  $\eta_{GN}^{(nm)}$  はすべり系  $n$  の運動転位とすべり系  $m$  に蓄積した転位が相互作用するときに空孔形成に寄与するジョグを形成する割合を与える作用素行列であり、蓄積転位の線素の方向などによって決定される． $c_1$  は塑性せん断ひずみの発生に寄与した転位のうちのらせん転位の割合である．塑性変形とともに増加する空孔密度は、式(2)により得られる空孔密度の増分と刃状転位の対消滅によって生ずる空孔密度の増分<sup>1,3)</sup>の和として以下の式で表される．

$$dN^{(n)} = dN_{edge\_ani}^{(n)} + dN_{jog\_drag}^{(n)} - dN_{sweep}^{(n)} \quad (3)$$

$$dN_{edge\_ani}^{(n)} = \frac{ZD^2 c_e}{2} \rho_{S,edge}^{(n)} d\gamma^{(n)} \quad (4)$$

$$dN_{sweep}^{(n)} = \frac{2y_p c_e}{b} \hat{N} d\gamma^{(n)} \quad (5)$$

$$d\hat{N} = \sum_n dN^{(n)}, \quad \hat{N} = \int d\hat{N} \quad (6)$$

$\hat{N}$  と  $Z$  はそれぞれ総原子空孔密度および原子数密度である． $c_e (= 1 - c_1)$  および  $y_p$  はそれぞれ、すべりに対する刃状転位の寄与割合と転位の掃引により空孔の吸収が生ずる距離である． $D$  および  $\rho_{S,edge}^{(n)}$  はそれぞれ、転位の対消滅距離、SS転位の刃

状成分密度である。以上のモデルにより、ジョグの引きずりによる原子空孔の放出、SS 転位の対消滅による原子空孔の放出および転位の運動による原子空孔の掃引による原子空孔の減少を合わせた解析を行う。

ここでジョグの引きずりによる原子空孔形成モデルの係数について検討する。数値係数 $c_2$ は、蓄積する SS 転位に対して二重交差すべりによりジョグが形成する頻度を表す数値係数となる。例えば $c_2 = 1.0$ とするならば、塑性変形に伴い蓄積したすべての転位に二重交差すべりが生じ、ジョグを形成したことを意味する。

そこで実際に転位が増殖し蓄積するとき、どの程度の二重交差すべりが発生し、ジョグが形成するのか、実験により調べた。実験はシリコン単結晶を用いた。初めに室温でシリコン単結晶に圧痕によりき裂を導入する。するとき裂周りに残留応力が生ずる。その状態で、温度を 923 K まで上昇させると残留応力を駆動力にき裂周りで塑性変形が発生し、き裂周りで転位の増殖が生ずる。この試料に対して TEM 観察および転位解析をおこなうことで二重交差すべりとジョグの形成を調べた。

Fig. 1 は TEM 観察と転位解析の結果である。(a)と(b)はそれぞれ異なる試料から得られた像である。(a)と(b)は、それぞれ  $10^{12} \sim 10^{13}$  程度の転位密度である。その中で、二重交差すべりが観察できるのは(a)において 1 つのみである。つまり  $10^{12} \sim 10^{13}$  程度の転位密度で、二重交差すべりの形成は 1 つあるかないかの頻度である。ここで転位密度を  $10^{12}$  と仮定すると、図 3 は  $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$  程度の視野であるため、25 本程度転位がいるということになる。その中で二重交差すべりが 1 つなら、 $c_2$  は  $1/25$  となり、0.04 程度と考えることができる。しかし、二重交差すべりにより形成するジョグがすべて空孔形成に寄与するわけではない。例えば、Johnston and Gilman<sup>4)</sup> は、二重交差すべりで形成したジョグの大きさが  $3\bar{b} \sim 300\bar{b}$  では、必ず転位双極子を残すと結論づけている。つまりジョグの大きさが  $3\bar{b}$  以上ではジョグは引きずられることなく留まり、そこを起点に転位の双極子を形成する。したがって二重交差すべりによりジョグが形成する頻度を実験観察から 0.04 程度と見積もったとしても、形成したジョグすべてで引きずり運動が生ずるとは言えず、 $c_2$  はもつ

と小さな値となることが考えられる。ここでは明確な値は不明であるため、本研究では $c_2 = 0.001$ とする。

ジョグの運動により空孔が形成されるモデルにおいて、ジョグの平均自由行程は、空孔密度を決める重要な係数となる。ジョグを伴うらせん転位の運動では、ジョグの追従はジョグの非保存運動 (climb) を介して実現されるため、追従の可否は転位の移動 (glide) 速度と空孔拡散 (温度) に強く依存する<sup>5,6)</sup>。ジョグが運動転位に完全に追従すれば  $r=1$  となる。ジョグが運動転位に追従することができず、ジョグの引きずりが途中で止まる時には、 $r < 1$  となる。 $r$  の妥当な値は現状において不明である。本研究では、 $r=0.1$  として解析をおこなうこととする。

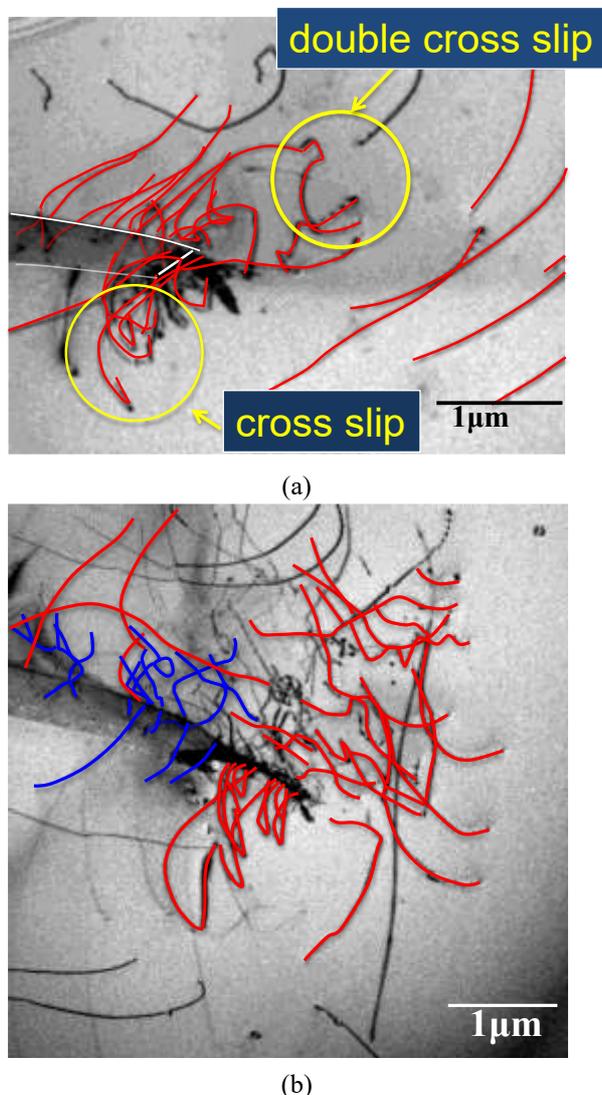


Fig. 1 TEM images of dislocations around a crack tip in silicon annealed at 923 K after indentation. (a) and (b) are obtained from different specimens.

### 3. 多結晶モデルの解析

#### 3.1 解析モデルおよび条件

材料は鉄とし、結晶粒数 30 の多結晶平板モデルとする。このモデルに、一軸引張となるような均一強制変位を公称ひずみ 0.03 になるまで与えた。結晶方位は一様乱数を用いて結晶粒ごとにランダムに与えた。

#### 3.2 結果および考察

Fig. 2 は、公称ひずみに対して、各成分における原子空孔密度の平均値を示した結果である。公称ひずみ 0.03 において総原子空孔密度は  $1.1 \times 10^{24} [\text{m}^{-3}]$  である。対して二重交差すべりにより形成するジョグの引きずりによって発生する原子空孔密度は  $7.1 \times 10^{23} [\text{m}^{-3}]$ 、らせん転位の切りあいにより形成するジョグの引きずりによって発生する原子空孔密度は  $3.7 \times 10^{23} [\text{m}^{-3}]$  である。平均原子空孔密度では、二重交差すべりにより形成する原子空孔密度のほうが高い結果となる。

Fig. 3 は、公称ひずみ 0.03 における原子空孔密度の分布である。(a)は総原子空孔密度、(b)はらせん転位の切りあいによる原子空孔密度、(c)は二重交差すべりによる原子空孔密度である。局所的には、 $2 \times 10^{24} [\text{m}^{-3}]$  以上の高密度で原子空孔が蓄積している。二重交差すべりによる原子空孔密度は、モデル全体で比較的均一に分布している。一方で、らせん転位の切りあいによる原子空孔密度は、不均一に分布しており、局所的に  $2 \times 10^{24} [\text{m}^{-3}]$  程度の高密度で蓄積している。これらの領域では多重すべりが生じていた。このことから、多結晶微視組織中では、多重すべりの生ずる領域において、らせん転位の切りあいにより発生する原子空孔が局所的に高密度に蓄積することがわかった。

ここで  $2 \times 10^{24} [\text{m}^{-3}]$  の原子空孔密度がどのような役割を果たすのか考えてみる。室温の鉄中における空孔濃度の熱力学的平衡状態は、 $6 \times 10^{-26}$  である。これを密度に直すと、約  $5 \times 10^3 [\text{m}^{-3}]$  である。つまり、 $2 \times 10^{24} [\text{m}^{-3}]$  のほぼすべてが過剰な空孔密度となる。過剰に導入された原子空孔は、粒界などのシンクに吸収されたり、集まってポイドとなる。

粒界がシンクとして原子空孔を吸収する場合に

ついて考えてみる。解析結果から粒界近傍に高密度で原子空孔の蓄積を観察できる領域がある。このとき、拡散によって粒界からある程度の範囲内に生成した原子空孔が粒界に吸収されれば、粒界割れのような破壊現象を引き起こす可能性が考えられる。

次にポイドについて考えてみる。本解析モデルにおける各要素の体積は、約  $1 \mu\text{m}^3$  である。この要素内に存在する原子空孔が集まってポイドを形成した場合の最大直径を計算してみる。ここで鉄原子 1 つが占める体積と、原子空孔 1 つが占める体積が同じであると単純化して考える。要素内の総原子空孔数から原子空孔が占める体積を球体で近似すると、その直径を求めることができる。原子空孔密度が  $2 \times 10^{24} [\text{m}^{-3}]$  のとき、ポイドの最大直径は、約 18 nm である。つまり、Fig. 3 (a)に示す、空孔密度分布の赤い領域では、直径 18 nm 以上のポイドが分布している可能性がある。分布から局所的な高密度帯が形成される可能性も示唆され、それらの領域ではポイドが連なることでき裂の進展経路となる可能性が考えられる。

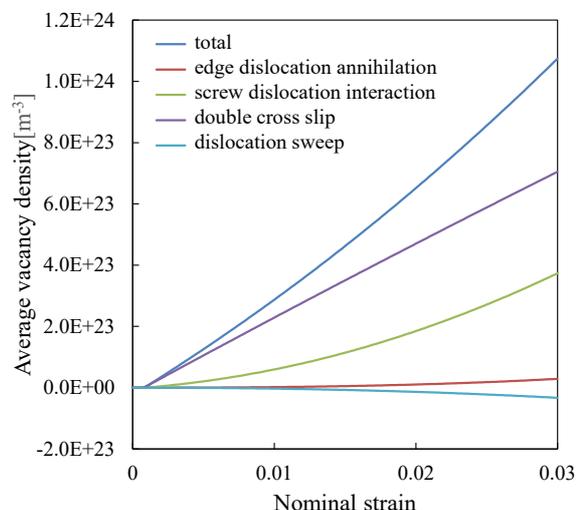


Fig. 2 Atomic vacancy density-nominal strain curve in polycrystalline model.

### 5. おわりに

刃状転位の対消滅による空孔形成モデルおよびジョグの引きずりによる空孔形成モデルを結晶塑性解析に導入し、結晶のすべり変形とともに蓄積する空孔密度について検討した。今後検討が必要

な2つのパラメータ、 $c_2$ と $r$ について暫定的な値を設定して検討した。その結果、以下の知見を得た。

多結晶微視組織の引張変形では、局所的に高密度に原子空孔が蓄積する領域が生ずる。本解析の場合、局所化の要因は多重すべりによるらせん転位の切りあいによる空孔形成であった。

## 文献

1) T.Ohashi and Y.Okuyama: *Philos. Mag.*, 99(2019), 3032.

2) Cuitiño AM, Ortiz M.: *Acta Mater.* 1996, 44(2), 427-436.

3) U. Essmann and H. Mughrabi: *Philos. Mag. A*, 40(1979), 731.

4) Johnston WG, Gilman JJ.: *J Appl Phys.* 1960, 31(4), 632-643.

5) Balluffi RW.: *Phys. Status Solidi B.* 1969, 31(2), 443-452.

6) Li Y, et al.: *Acta Mater.* 2023, 244, 118546.

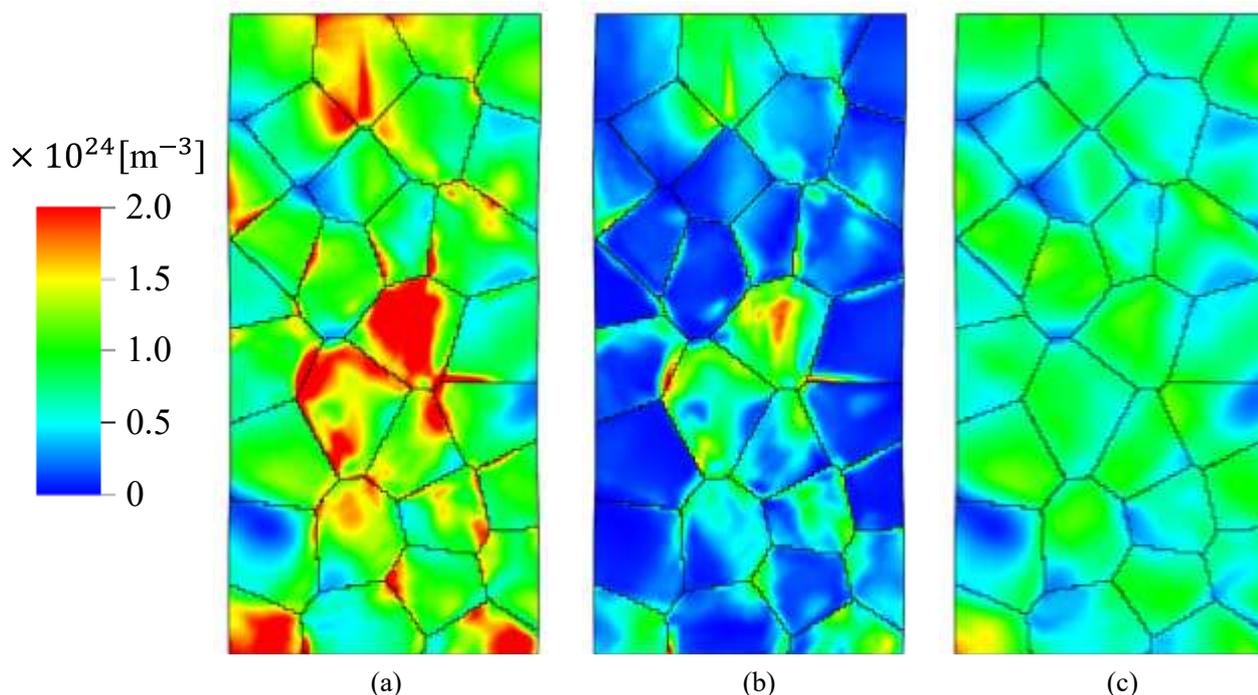


Fig. 3 Distribution of atomic vacancy density at a nominal strain of 0.03. (a) is total atomic vacancy density. (b) is atomic vacancy density generated by the dragging of jogs formed by the screw dislocation interactions. (c) is atomic vacancy density generated by the dragging of jogs formed by double-cross slip.

# ポテンシャルエネルギーに基づく非局所延性破壊構成モデル とそのロバスタルゴリズム

渡邊育夢<sup>a)</sup>

a) 物質・材料研究機構 マテリアル基盤研究センター

## 1. はじめに

有限要素法に基づく数値シミュレーションは、製品設計やプロセス設計において不可欠な役割を担っている。近年、計算機性能の飛躍的向上と洗練されたソフトウェアの開発・普及により、複雑な三次元非線形問題の解析も実用レベルで行われている。材料研究開発の分野では、材料の不均一性を幾何構造に基づき明示的にモデル化することで、そのマクロ応答およびマイクロ挙動を詳細に捉えることが可能となり、マイクロメカニクス研究に対して新たな知見を提供している<sup>1)</sup>。

破壊現象は不連続面の形成を伴うため、連続体近似に基づく有限要素法において取り扱いが困難な事象の一つであり、これまで多くの研究がなされてきた<sup>2)</sup>。主要な課題として、破壊の発生・進展に伴う局所的な変形の集中により、解析結果がメッシュサイズに強く依存する「メッシュ依存性」の問題が挙げられる。これに対し、剛性低下を表現する連続体損傷構成モデルに非局所変数を導入してエネルギー散逸を正則化するアプローチ<sup>3,4)</sup>が提案されており、現在では商用ソフトウェアのユーザーサブルーチンなどを介して利用可能となっている<sup>5)</sup>。また、構成モデルの数理的な収束性も極めて重要な課題である。特に、延性破壊を対象とする場合、有限ひずみ弾塑性理論と破壊を表現する数理モデルを統合して計算する必要があるため、静的陰解法を用いたシミュレーションへの実装および安定した収束の確保は容易ではない。

本稿では、著者らがこれまでに提案したポテンシャルエネルギーに基づく延性破壊モデル<sup>6)</sup>を対象とし、複雑系における数値解析を安定的に遂行するためのアルゴリズムの拡張について報告する。

## 2. 弾塑性・連続体損傷構成モデル

有限ひずみ弾塑性論に基づき、変形勾配の乗算分解  $\mathbf{F} = \mathbf{F}^e \mathbf{F}^p$  を用いる。ここで、 $\mathbf{F}^e$  は弾性変形勾配、 $\mathbf{F}^p$  は塑性変形勾配である。この乗算分解によって、基準配置、中間配置、現配置の3つの配置が定義される。応力はポテンシャルエネルギー  $\Psi$  を中間配置における弾性ひずみ尺度  $\mathbf{U}^e$  で微分することで得られる。

$$\hat{\mathbf{S}} = \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{U}^e} \approx 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}^e}$$

ここで、 $\mathbf{C}^e = \mathbf{F}^{eT} \mathbf{F}^e = (\mathbf{U}^e)^2$  は弾性右 Cauchy-Green 変形テンソルである。

ポテンシャルエネルギーを弾性、塑性、および損傷の各内部変数  $\mathbf{F}^e$ ,  $\boldsymbol{\xi}$ ,  $\zeta$  に依存する項の和として構成する<sup>7)</sup>。また、損傷変数  $D$  による減衰関数をそれぞれ  $f, g \in (0, 1]$  とすると、ポテンシャルエネルギーは次式となる。

$$\Psi = f(D)\Psi^e(\mathbf{F}^e) + g(D)\Psi^p(\boldsymbol{\xi}) + \Psi^d(\zeta)$$

減衰関数は、塑性ポテンシャルエネルギーの寄与を表現するモデルの制御パラメータ  $a \in [0, 1]$  を用いて下記のように定義する。

$$f = \exp[-D]; g = 1 - a(1 - f);$$

すなわち、 $a = 0$  のとき、塑性ポテンシャルエネルギーの寄与はなく、 $a = 1$  のときに最大となる。既報<sup>6)</sup>は  $a = 0$  に相当する。

また、応力と同様に、ポテンシャルエネルギーを塑性・損傷内部変数で微分することで、それぞれのエネルギー共役な変数との関係式を次のように導出できる。

$$\mathbf{q} = \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\xi}}; \chi = \frac{\partial \Psi}{\partial \zeta}; \Pi = \frac{\partial \Psi}{\partial D} = -f(\Psi^e + a\Psi^p);$$

上式に基づき、応力およびエネルギーの拘束条件（降伏関数および損傷関数）を次式で定義する。

$$\phi = \Sigma(\hat{T}) - q \leq 0;$$

$$\psi = -\Pi - \chi \leq 0;$$

ここで、 $\Sigma$ は応力ノルムであり、von Mises 応力や Schmid 応力などで定義される。また、 $\hat{T} = C^e \hat{S}$  は中間配置における Mandel 応力であり、真応力とのエネルギー共役の関係を保つために導入される。したがって、加工硬化モデルなどに併せて、ポテンシャルエネルギーを定義することとなる。

内部変数の発展方程式を導出するため、最大エネルギー散逸の原理を適用する。すなわち、

$$\max [\hat{T} : \hat{L} - \dot{\Psi}] \quad \text{s.t. } \phi \leq 0, \psi \leq 0$$

ここで、 $\hat{L} = F^{e-1} \dot{F}^e + \dot{F}^p F^{p-1}$  は中間配置における速度勾配である。この制約条件付き最適化問題を Lagrange 未定乗数法を用いて解くことで、内部変数の発展方程式と負荷・除荷条件が得られる。

$$\dot{F}^p F^{p-1} = \gamma \cdot \frac{\partial \Sigma}{\partial \hat{T}} = \gamma \cdot N;$$

$$\dot{\xi} = \gamma; \dot{\zeta} = \lambda; \dot{D} = \lambda;$$

$$\gamma \geq 0; \lambda \geq 0; \phi \leq 0; \psi \leq 0; \gamma \cdot \phi = 0; \lambda \psi = 0;$$

ここで、 $\gamma, \lambda$  は未定乗数であり、内部変数の増分に対応する。また、 $N$  は塑性流動方向である。上式から損傷内部変数  $\zeta, D$  は初期値が同一であれば一致する。

応力積分アルゴリズムでは、つり合い状態を基に更新された変形勾配に対して降伏関数および損傷関数を満たすように未定乗数を決定する。Newton 法などの勾配法を用いる場合、内部変数を更新しながら次式の連立方程式を反復的に解く。

$$\begin{bmatrix} \phi_k \\ \psi_k \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \frac{\partial \phi}{\partial \gamma} & \frac{\partial \phi}{\partial \lambda} \\ \frac{\partial \psi}{\partial \gamma} & \frac{\partial \psi}{\partial \lambda} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \delta \gamma \\ \delta \lambda \end{bmatrix} = 0$$

ここで、 $k$  は反復回数であり、 $\delta \gamma, \delta \lambda$  は反復計算時の未定乗数の増分である。この構成モデルでは上式のヤコビ行列が対称となり、良好な数学的性質を有するものの、塑性と損傷という2つの異なるメカニズムが連成する問題を安定に解析することは容易ではない。そこで、損傷ポテンシャルエネルギーを次式のように定義する。

$$\Psi^d = \Psi_{\max} (1 - \exp[-\zeta]) - \frac{\Delta}{b+1} \{1 - \exp[-(b+1)\zeta]\}$$

ここで、 $\Delta, b$  は材料定数である。ポテンシャルエネルギーを内部変数で微分し、次式を得る。

$$\chi = \exp[-\zeta] (\Psi_{\max} - \delta \Psi \exp[-k\zeta])$$

損傷内部変数を  $D = \zeta$  と考慮すると、損傷基準は  $\psi = f \{(\Psi^e + a\Psi^p) - (\Psi_{\max} - \Delta \exp[-bD])\} \leq 0$  となるため、損傷変数は反復計算を介せず解析的に次式で決定可能となる。

$$D = \frac{1}{b} \ln \left[ \frac{\Delta}{\Psi_{\max} - (\Psi^e + a\Psi^p)} \right]$$

以上の構成モデルにより、従来の弾塑性構成モデルと同等のロバスト性で損傷連成問題を扱うことが可能となった。本手法は結晶塑性構成モデルとの連成においても、静的陰解法を用いた安定な延性破壊シミュレーションを実現する<sup>7)</sup>。また、ポテンシャルエネルギーなどの定義には任意性があり、既存の構成モデルとの整合性に関する議論や、複雑な現象への適用が期待される。

### 3. 非局所損傷構成モデルへの拡張

Micromorphic 理論は材料微視構造の影響を巨視的な構成モデルへ取り入れるために体系化された Micropolar 理論などを包括する非局所アプローチである<sup>9)</sup>。エネルギー原理に基づいて定式化されるため、前節の構成モデルの定式化と相性が良い。損傷変数  $\zeta$  に対応する非局所変数  $\tilde{\zeta}$  を導入し、この変数に関するポテンシャルエネルギーを次式のように定義する。

$$\Psi^m = H (1 - \exp[\zeta - \tilde{\zeta}] - (\zeta - \tilde{\zeta}) \exp[\zeta - \tilde{\zeta}]) + \frac{1}{2} \nabla_{\mathbf{X}} \tilde{\zeta} \cdot \mathbf{A} \cdot \nabla_{\mathbf{X}} \tilde{\zeta}$$

ここで、 $H, \mathbf{A}$  は材料定数である。上式は損傷変数を含むため、エネルギー共役な変数  $\chi$  は前述の式に非局所変数に関する項が追加される。

$$\chi = \exp[-\zeta] (\Psi_{\max} - \delta \Psi \exp[-k\zeta]) + \exp[-\zeta] H (\zeta - \tilde{\zeta}) \exp[\tilde{\zeta}]$$

また、このポテンシャルエネルギーを非局所変数  $\tilde{\zeta}$  で微分することで非局所条件式が導出される。

$$\frac{\partial \Psi^m}{\partial \tilde{\zeta}} = -H (\zeta - \tilde{\zeta}) \exp[\tilde{\zeta} - \zeta] + \nabla_{\mathbf{X}} \cdot (\mathbf{A} \cdot \nabla_{\mathbf{X}} \tilde{\zeta}) = 0$$

グローバル (構造) レベルにおいて、この条件式を満たすように、非局所変数  $\tilde{\zeta}$  が求められる。2つの材料定数  $H, \mathbf{A}$  で定義される  $l_c = \sqrt{|\mathbf{A}|/H}$  が特徴長となり、損傷のメッシュ依存性の抑制に寄与する。また、特性長さが微小の場合、Phase-field 損

傷モデルと一致する<sup>4,8)</sup>。

非局所損傷変数 $\tilde{\xi}$ を導入した構成モデルによって、延性破壊シミュレーションにおけるメッシュ依存性を回避し、定量的な議論が可能となる。具体的な数値解析例は既報を参照されたい<sup>4,8)</sup>。

#### 4. おわりに

本稿では、延性破壊シミュレーションを対象とし、ポテンシャルエネルギーに基づく損傷構成モデルの定式化および、解析の安定性と客観性を確保するためのアルゴリズムの拡張について述べた。これにより、塑性と損傷の連成問題においても、従来の弾塑性構成モデルと同等のロバスト性を維持したまま、静的陰解法による安定的な数値解析が可能となる。また、破壊現象に特有の課題であるメッシュ依存性を回避するため、Micromorphic理論に基づく非局所損傷モデルへ拡張した。これにより、エネルギー散逸を正則化し、特性長さを介した客観的な破壊進展解析の基盤を提示した。

今後の展望として、提案手法と既存の構成モデルとの整合性を議論するとともに、画像ベースモデリングを用いた実際の材料微視組織や水素脆化のような複雑な現象への適用を進める予定である。

#### 謝辞

本研究の一部は JST CREST (課題番号 JPMJCR1995) の支援を受けた。

#### 文献

- 1) I. Watanabe and R. Ueji: *Tetsu-to-Hagané*, **98** (2012), 283 (in Japanese).
- 2) I. Watanabe: *Tetsu-to-Hagané*, **101** (2015), 465 (in Japanese).
- 3) C. Miehe, F. Welschinger, and M. Hofacker: *Int. J. Numer. Methods Eng.* **83** (2010) 1273.
- 4) T. Tan and I. Watanabe: *J. Mech. Phys. Solids* **196** (2025) 106025.
- 5) Y. Navidtehrani, C. Betegón, and E. Martínez-Pañeda: *Theor. Appl. Fract. Mech.* **121** (2022) 103555.
- 6) I. Watanabe, K. Terada, E. A. de Souza Neto, and D. Peric: *J. Mech. Phys. Solids* **56** (2008) 1105.
- 7) I. Watanabe, N. Iwata, and K. Nakanishi: *Trans. Jpn. Soc. Comput. Eng. Sci.*, **2010** (2010), 20100005 (in Japanese).
- 8) T. Tan and I. Watanabe: *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.* **448** (2026) 118500.
- 9) S. Forest: *J. Eng. Mech.* **135** (2009) 117.

## 第三章

# マルテンサイト鋼における塑性損傷

# マルテンサイト鋼における塑性損傷

## 1. はじめに

鉄鋼材料において、重要かつ複雑な組織形態として挙げられる組織の一つはマルテンサイトである。せん断型無拡散相変態により形成した組織には、格子不変変形のために転位や双晶などの格子欠陥が多量に導入されており、また母相の化学組成を引き継ぐために平衡状態図からは想像されない機能性や力学特性が発現する。特に多くの炭素鋼で一般的に形成するラスマルテンサイトはラス、ブロック、パケット、旧オーステナイト粒で構成される階層的組織構造を有しており、それらの境界であるラス境界、ブロック境界、パケット境界、ならびに旧オーステナイト粒界の変形抵抗への影響は未解明課題が多いものの、それらの間隔や形態の制御により材料改質が可能であるとされ、鉄鋼研究では多くの研究が積み重ねられている。

我が国の鉄鋼研究では、結晶学および形態学的特徴の解析の深化が著しく、ラスマルテンサイトの組織形成に対する化学組成や（加工）熱処理の影響が種々に調べられ、理解されている。特に、変形抵抗と変形不均一性に対するラスマルテンサイト組織の影響が多くの洗練された研究にて報告されている。より具体的には、画像相関法（DIC）を用いた微視的ひずみ解析やマイクロ試験片を用いた力学試験のラスマルテンサイトへの応用が理解の飛躍につながっており、従来の結晶学・形態学的な知見とリンクさせることで、ラスマルテンサイト組織における応力ひずみ応答や局所損傷のシミュレーションに貢献している。

き裂発生基礎やき裂進展基礎の項で述べたように、特に塑性誘起損傷に関する課題は組織が単純（単相）であっても不明な点がそもそも多い。実用組織であるラスマルテンサイトは、未解明現象を複雑組織で研究させる、酷な金属組織であるが、実用的な最終到達点をトップとして、単純組織からのボトムアップと複雑組織からのトップダウン

の両面から知見を共有し、ラスマルテンサイトの開発、特性予測を加速させる必要がある。

## 2. マルテンサイト鋼グループにおける研究展開

マルテンサイト鋼グループでは、対象現象は、不均一塑性変形、水素脆化、金属疲労、延性破壊と様々な複雑組織における複雑現象を一つの現象に絞ることなく、様々な手法でマルチスケールに解析することを方針とした。マルチスケールもこの場合、複数の意味がある。いわゆる様々な空間分解能・視野スケールを有する解析手法を複数組み合わせるのみならず、試験片サイズの観点から、一般的な cm オーダーの試験片の他、サブ mm の試験片、そして  $\mu\text{m}$  オーダーの試験片を対象に同一試験片にて疲労試験を行い、評価、比較したような試みも実行した。計算的手法も組み合わせつつ、日本におけるマルテンサイト研究の様々な手法が一同に会し、ラスマルテンサイトの一点に絞った結果共有、議論がされた。これら知見は、き裂発生およびき裂進展基礎グループの知見を土台とすることで、より一層重厚な塑性損傷研究の礎になると期待する。加えて、マルテンサイト鋼は実用鋼であるために企業委員の研究にも多大な期待が寄せられた。これに応えていただく形で、Cu 添加鋼の特性を不均一塑性変形の簡単から炙り出す試みなど、素晴らしい成果が挙げられていることにも注目されたい。次ページより、マルテンサイト鋼グループの成果を紹介する。

### き裂発生基礎グループメンバー（五十音順）

植木翔平（九州大学） 小川祐平（NIMS）、川崎由康（JFE スチール）、古賀紀光（金沢大学）、柴田曉伸（NIMS）、千葉隆弘（日本製鉄）、戸畑潤也（JFE スチール）、南部将一（東京大学）、西川嗣彬（NIMS）、早川守（日本製鉄）、松原和輝（JFE スチール）、眞山剛（熊本大学）、山口尚記（JFE スチール）

# マルテンサイト鋼における水素脆性破壊とその抑制指針

柴田暁伸<sup>a)</sup>、Lan Xiaodong<sup>a)</sup>、Ivan Gutierrez-Urrutia<sup>a)</sup>、岡田和歩<sup>a)</sup>、  
中村晶子<sup>b)</sup>、諸永拓<sup>b)</sup>、原徹<sup>a)</sup>、上路林太郎<sup>a)</sup>

a) 物質・材料研究機構 構造材料研究センター

b) 物質・材料研究機構 技術開発・共用部門

## 1. はじめに

カーボンニュートラル社会の実現には、構造用金属材料の高強度化による輸送機器の車体重量軽量化・燃費向上・CO<sub>2</sub>削減が喫緊の課題であり、鉄鋼材料の高強度化を目指した研究が盛んに行われている。高強度鋼を広く社会実装していく上での最大の障害が「水素脆性」である。材料の強度が上昇するにつれて水素脆性が発生する水素濃度が低下していき、引張強度 1.5 GPa を超える高強度鋼では大気環境下でも水素脆性が発現する危険性が高まる。高強度を維持しつつ、耐水素脆性特性にも優れた材料開発を行っていくためには、水素脆性におけるクラック発生・伝播挙動とマイクロ組織の相関といったような破壊メカニズムの本質を理解し、そのクラック伝播挙動とマクロ破壊特性の相関を明らかにしていくことが重要となる。水素脆性における典型的な破壊様式として、粒界破壊と擬へき開破壊の2つが報告されている。粒界破壊は結晶粒界に沿った破壊である。代表的な高強度鋼であるマルテンサイト鋼の場合、水素脆性粒界破壊は基本的に旧オーステナイト粒界に沿って生じる。一方、擬へき開破壊は、低温脆性などで生じるへき開破壊と同様に粒内破壊であり、平坦な破面が形成されるが、へき開破面上のリバーパターンとは異なる形態の *tear ridge* もしくは *serrated marking* と呼ばれる模様が存在する。本研究では、主にマルテンサイト鋼の水素脆性粒界破壊を対象とし、クラック発生・伝播挙動を X 線 CT・FIB-SEM シリアルセクションング・STEM・ACOM-TEM を用いたマルチスケール解析により明らかにするとともに、そのクラック伝播挙動とマクロ破壊特性の相関を有限要素シミュレーションにより調べた。さらにその知見に基づき、加工熱処理に

よる旧オーステナイト粒界特徴の制御によって、水素脆性特性の向上を試みた。

## 2. 実験方法

本研究では、試料としてモデル鋼である 8Ni-0.1C (wt. %) 鋼の焼入れままマルテンサイトを用いた。本材料 (未チャージ) の降伏強度および引張強度はそれぞれ 920 MPa、1191 MPa である。陰極電界チャージ (チャージ液: 3 % NaCl + 3 g L<sup>-1</sup> NH<sub>4</sub>SCN 水溶液、チャージ電流密度: 0.625 ~ 3 A m<sup>-2</sup>、チャージ時間: 3 days) により種々の濃度の水素を導入した。昇温脱離分析により測定した拡散性水素濃度は、0.28 wt. ppm ~ 4.00 wt. ppm であった。疲労予き裂とサイドグループを導入したコンパクトテンション試験片 (W = 25 mm, B = 12.5 mm, B<sub>N</sub> = 10 mm) を用いた除荷コンプライアンス試験を行うことによって水素脆性特性を評価した。また、クラック伝播挙動を X 線 CT、FIB-SEM シリアルセクションング、STEM、ACOM-TEM により解析した。そして、*Cohesive zone model* を用いた有限要素シミュレーションにより、クラック伝播挙動とマクロ力学特性の相関を調べた。

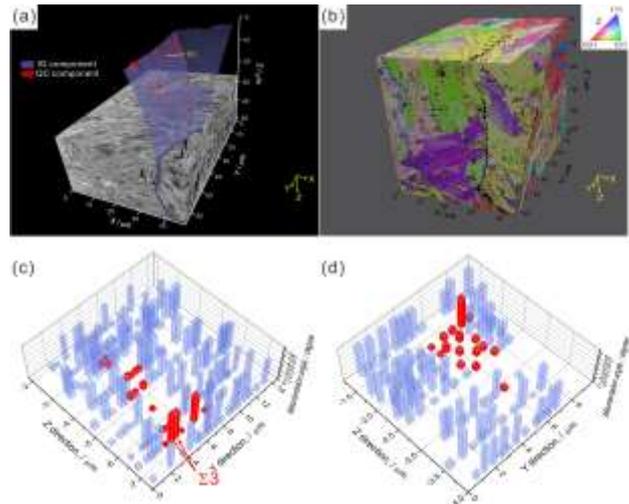
また加工熱処理については、3Mn-0.2C (wt. %) 鋼および 5Mn-0.2C (wt. %) 鋼を用いた。円柱試験片 (φ = 16 mm × H = 24 mm) を放電加工機により作製し、900 °C で 300 ~ 600 s のオーステナイト化処理後、15 °C / s の冷却速度で種々の温度まで N<sub>2</sub> ガス冷却し、ひずみ速度 0.01 ~ 1 s<sup>-1</sup> で一軸圧縮加工を施した。5Mn-0.2C 鋼の一部の試料は、圧縮荷重を保持したまま (一定変位で圧縮・保持した状態) で N<sub>2</sub> ガスによる焼入れを行った。加工熱処理後の試験片から小型の引張試験片を切り出し (ゲージ長さ = 3 mm、ゲージ厚さ = 1 mm)、陰極電界チャージ (チャージ液: 3 % NaCl + 3 g L<sup>-1</sup> NH<sub>4</sub>SCN 水溶液、チャー

ジ電流密度：3 A m<sup>-2</sup>、チャージ時間：24 hours) により水素を導入した。水素脆性特性はひずみ速度：8.3 × 10<sup>-6</sup> s<sup>-1</sup>の低ひずみ速度引張試験により評価した。

### 3. 結果および考察

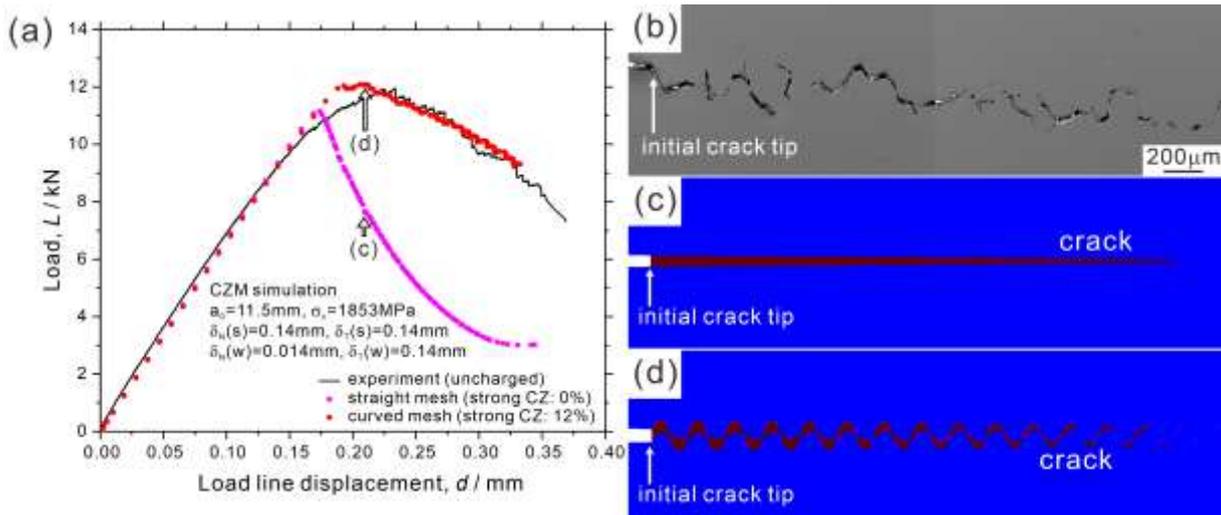
#### 3.1 水素脆性粒界破壊挙動

除荷コンプライアンス試験結果を解析することによってクラック進展抵抗曲線 (J - da 曲線) を作成したところ、水素チャージ材は非常に小さな J 積分値でクラックが進展し始めるが、クラック進展開始後に不安定破壊はすぐには生じず、クラックが巨視的に一種の安定成長していることがわかった。またクラック進展抵抗の大きさを表すパラメータであるティアリングモデュラスは、水素濃度の低下とともに減少するが、水素濃度が 4.00 wt. ppm と非常に高い場合であっても、依然として一定のクラック進展抵抗が確認された。これはマイクロ組織に依存した intrinsic なクラック進展抵抗であると考えられる。X 線 CT 解析によってマクロな 3 次元クラック伝播形態を評価したところ、クラックは一様に伝播しているわけではなく、巨視的な非破壊リガメントを多く残すような形で不連続・断続的に伝播していることが明らかとなった<sup>2, 3)</sup>。Fig. 1 に



**Fig. 1** (a) 3D crack morphology (blue: intergranular crack component and red: quasi-cleavage crack component), (b) 3D-EBSD orientation map, and (c, d) misorientation of the prior austenite grain boundary segments at the regions indicated in (c) of the hydrogen-charged specimen with  $H_D = 0.42$  wt ppm<sup>4)</sup>.

FIB-SEM シリアルセクションングにより水素脆性粒界クラックの 3 次元形態を調べた結果を示す。主にクラックは旧オーステナイト粒界に沿って伝播するが、小角の方位差を有する粒界セグメント (小角粒界セグメント) において、クラックが旧オーステナイト粒界から外れ、粒内へ擬へき開クラックとして伝播している領域が存在しており、一部の粒界クラック伝播が停止している領域では、超微細粒組織が形成されるほどの大きな塑性変形が生



**Fig. 2** (a) An example of FE simulation results (black line: experimental result, pink plots: simulation result using a straight cohesive zone mesh with strong cohesive zone of 0 %, and red plots: simulation result using a curved cohesive zone mesh with strong cohesive zone of 12 %). (b) SEM image of the mid-thickness section after the test. (c, d) FE simulation results of crack propagation at the timings indicated in (a).

じていた<sup>4)</sup>。旧オーステナイト粒界から外れて粒内を擬へき開クラックとして伝播している領域をSTEMおよびACOM-TEMにより解析したところ、高密度の転位および低エネルギー転位組織が観察された。また、クラック先端から1 μm以内の領域で10°程度の大きな方位変化が確認された。そのため、粒内を伝播する擬へき開クラックでは局所塑性変形を伴うことが明らかとなった。この粒界クラックの停止および擬へき開クラック伝播にともなう塑性仕事が、マイクロ組織に依存したintrinsicなクラック進展抵抗であると言える。

Fig. 2にCohesive zone modelを用いた有限要素シミュレーション結果の一例を示す。有限要素シミュレーションにおいて、直線的なcohesive zoneを配置した場合、クラック進展開始後に荷重が急激に低下してしまい、パラメータをどれだけ変化させても、除荷コンプライアンス試験における荷重-変位曲線を再現することができなかった。一方、旧オーステナイト粒界の配置を模擬した湾曲したcohesive zoneを配置し、かつ粒界凝集エネルギーの高いstrong cohesive zoneを導入すると、除荷コンプライアンス試験にて観察された荷重-変位曲線を再現することができた。つまり、クラックのマク

ロな伝播形態および粒界凝集エネルギーの高い粒界セグメントの存在が、マクロな破壊特性に大きな影響をおよぼしていることが明らかとなった。

粒界凝集エネルギーが高い小角粒界セグメント(strong cohesive zone)が増加した場合の力学応答を有限要素シミュレーションしたところ、破壊靱性を向上させるためには、小角粒界セグメントは40%以上必要であるが、少量の小角粒界セグメントであっても、クラック進展抵抗には有効に働くことが明らかになった。つまり、加工熱処理などによって旧オーステナイト粒界における小角粒界セグメントの割合を増加させることができれば、水素脆性特性、特にクラック進展抵抗値を大きく改善できると考えられる。

### 3.2 加工熱処理による水素脆性特性の向上

Fig. 3に示すように、3Mn-0.2C鋼において775°C~700°Cでの圧縮加工により、オーステナイト粒界近傍にて動的フェライト変態が生じるため、その後の焼入れによって、旧オーステナイトが微細な動的フェライト粒により被覆されたマルテンサイト組織を得ることができた<sup>5)</sup>。Fig. 4に圧縮加工材の低ひずみ速度引張試験結果および水素脆性特性

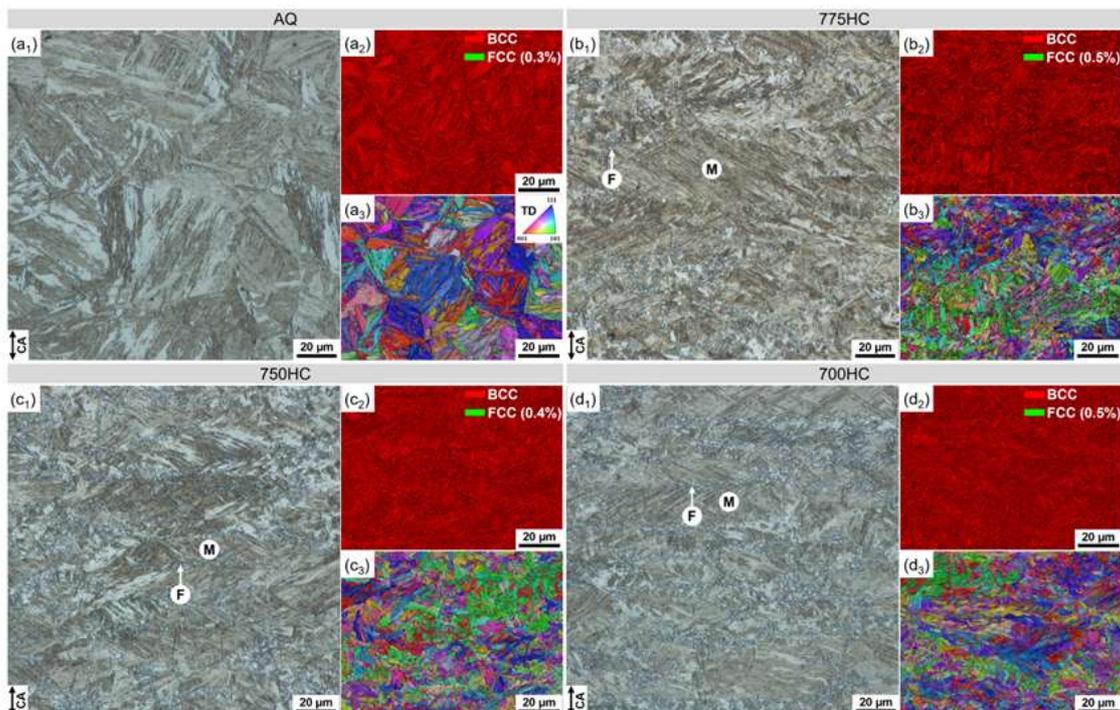
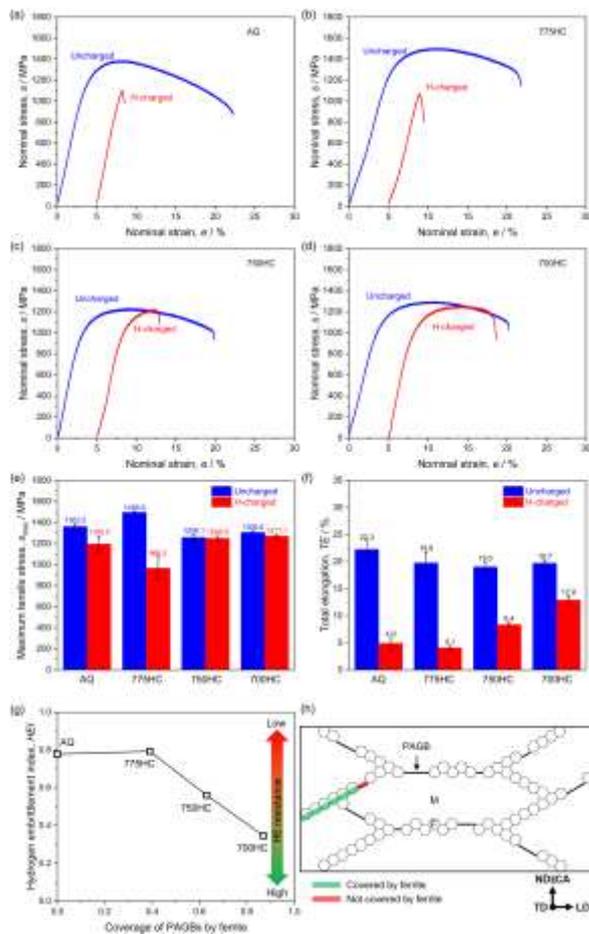


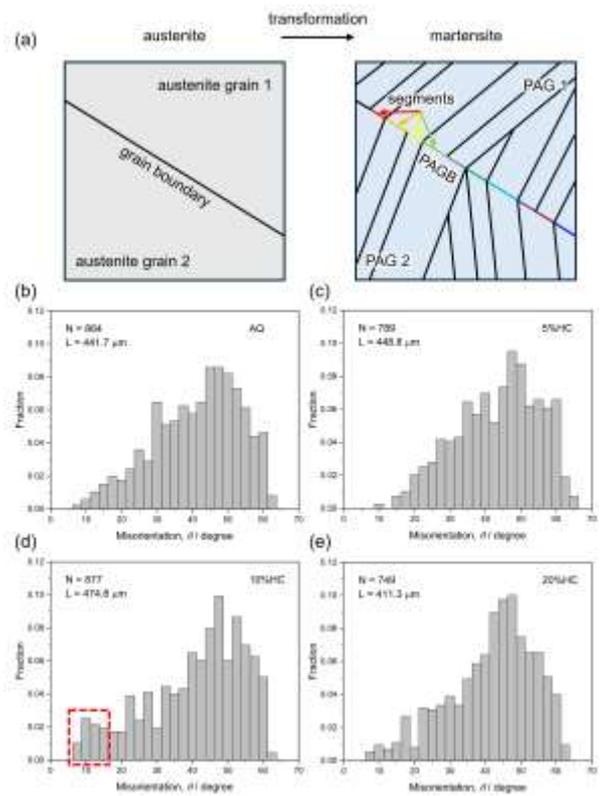
Fig. 3 (a1, b1, c1, d1) OM images, (a2, b2, c2, d2) IQ + phase maps, and (a3, b3, c3, d3) IQ + IPF maps of the AQ (a1-a3), 775HC (b1-b3), 750HC (c1-c3), and 700HC (d1-d3) specimens. The colors in the IPF map express the orientation parallel to the transverse direction (TD) of the specimen according to the stereographic triangle.<sup>5)</sup>



**Fig. 4** (a–d) Nominal stress–nominal strain curves for the uncharged and hydrogen-charged specimens; (e) Maximum tensile stress comparison between specimens with and without hydrogen; (f) Total elongation comparison between specimens with and without hydrogen; (g) HEI as a function of PAGB coverage by ferrite grains; (h) Schematic of the microstructure after thermomechanical processing<sup>5)</sup>.

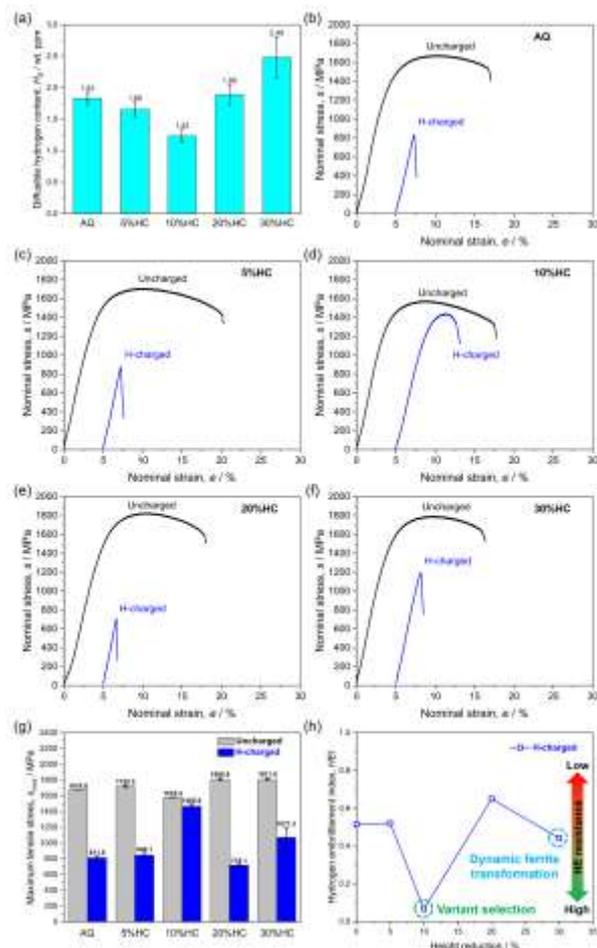
を示す。750 °C および 700 °C 圧縮材は未チャージ材と水素チャージ材の最大応力がほぼ同じであり、良好な水素脆性特性を有することがわかる<sup>5)</sup>。動的フェライト粒による旧オーステナイト粒界被覆率と水素脆性特性に明瞭な相関が確認できるため、旧オーステナイト粒界を動的フェライト粒によって被覆した結果、水素脆性粒界破壊を抑制され、水素脆性特性が大きく向上したと考えることができる。

5Mn-0.2C 鋼において 700 °C で 5 ~ 30 % の圧縮加工を施し、圧縮荷重を保持したまま焼入れ処理を行った試料における旧オーステナイト粒界の方位差プロファイルを図 5 に示す<sup>6)</sup>。10 % 圧縮材にお



**Fig. 5** (a) Schematic of a PAGB; (b–e) Misorientation profiles for the PAGBs in the AQ, 5%HC, 10%HC, and 20%HC specimens<sup>6)</sup>.

いて、方位差 15 ° 以下の小角粒界の割合が顕著に多くなっていることがわかる。Fig. 6 はこれらの試料の低ひずみ速度引張試験結果および水素脆性特性をまとめたものである<sup>6)</sup>。旧オーステナイト粒界における小角粒界の割合が顕著に増加していた 10 % 圧縮材が特異的に水素脆性特性が高いことがわかる。これは 10 % 程度のひずみ量では、マルテンサイト変態時の応力誘起バリエーションによって、お互いの方位差が小さなバリエーションもしくは整合性のよいバリエーションが粒界を挟んだ両側のオーステナイトで形成されたために、旧オーステナイト粒界において小角粒界セグメントの割合が顕著に増加し、その結果水素脆性特性が向上したと考えられる。一方で、10 % 以上のひずみを施すと、加工硬化したオーステナイト中で変態ひずみの self-accommodation が促進され、種々のバリエーションが生成した結果、旧オーステナイト粒界における小角粒界セグメントの割合が減少し、その応力誘起バリエーション選択の有益効果があまり発現しなかったと推測される。



**Fig. 6** (a) Diffusible hydrogen content of the hydrogen-charged AQ, 5%HC, 10%HC, 20%HC, and 30%HC specimens; (b–f) Nominal stress–nominal strain curves for each condition; (g) Maximum tensile stress for each condition; (h) HEI plotted against hot-compression reductions<sup>6)</sup>.

#### 4. おわりに

マルテンサイト鋼の水素脆性クラック伝播挙動の

X線CTおよびFIB-SEM 3次元解析から、クラックは旧オーステナイト粒界に沿って不連続・断続的に伝播し、粒界クラックの停止や粒内擬へき開伝播に伴う局所塑性変形が抵抗発現に寄与することが示された。さらに、湾曲した cohesive zone と strong cohesive zone を導入した有限要素解析により、クラック形態と高凝集エネルギー粒界セグメント(小角粒界セグメント)の存在がマクロ破壊特性を支配することが示唆された。これらの知見に基づき、動的フェライトによる旧オーステナイト粒界の被覆や、応力誘起バリエーション選択による小角粒界セグメントの増加は、水素脆性特性を大きく改善する有効な組織設計指針であることを実証した。

#### 文献

- 1) A. Shibata, Y. Madi, K. Okada, N. Tsuji, and J. Besson: *Int. J. Hydro Energy*, **44** (2019) 29034.
- 2) A. Shibata, I. Gutierrez-Urrutia, A. Nakamura, K. Okada, G. Miyamoto, Y. Madi, J. Besson, T. Hara, and K. Tsuzaki: *Int. J. Hydro. Energy*, **48** (2023), 34565.
- 3) A. Shibata, Y. Madi, J. Besson, A. Nakamura, T. Moronaga, K. Okada, I. Gutierrez-Urrutia, and T. Hara: *ISIJ Int*, **64** (2024), 660.
- 4) A. Shibata, I. Gutierrez-Urrutia, A. Nakamura, T. Moronaga, K. Okada, Y. Madi, J. Besson, and T. Hara: *Corros. Sci*, **233** (2024), 112092.
- 5) X. Lan, K. Okada, R. Ueji, and A. Shibata: *Scripta Mater*, **264** (2025) 116711.
- 6) X. Lan, K. Okada, R. Ueji, and A. Shibata: *Scripta Mater*, **274** (2026) 117157.

# レプリカーデジタル画像相関法によるマルテンサイト鋼の引張変形中の破壊起点の観察に関する検討

古賀紀光<sup>a)</sup>、安達柊慈<sup>b)</sup>

b) 金沢大学、理工研究域 機械工学系

c) 金沢大学、自然科学研究科 機械科学専攻

## 1. はじめに

マルテンサイト( $\alpha'$ )鋼は、旧オーステナイト( $\gamma$ )粒、パケット、ブロック、ラスから成る階層組織を有している<sup>(1)</sup>。石元ら<sup>(2)</sup>は、 $\alpha'$ 鋼/SUS304 ステンレス鋼の積層材を用いて  $\alpha'$ 組織の変形挙動を調査し、ブロック単位でひずみが不均一に分布することを報告している。一方、 $\alpha'$ 鋼の破壊挙動については、実用上重要となる低温脆化や水素脆化、疲労破壊などについての研究は多くあるが<sup>(3-8)</sup>、単純な引張試験における破壊挙動についての研究例は意外にも少ない。

著者は、2019年-2022年に行われた「鉄鋼材料の不均一変形組織と力学特性」研究会において、レプリカ法とデジタル画像相関(DIC)法を組み合わせたレプリカ-DIC法<sup>(9)</sup>を用いて $\alpha'$ 鋼の破壊挙動について調査を行った。本手法では、レプリカフィルムを変形中の試料表面から連続的に取得するため、最終破壊領域の変形初期から破壊直前までの組織を観察可能である。よって、変形前後のデジタル画像からひずみ解析を行う DIC 解析をレプリカフィルムに適用することで、最終破壊領域の初期からのひずみ分布状態を可視化することが出来る。解析の結果、 $\alpha'$ 鋼では、高ひずみ領域からクラックが形成する傾向にあることがわかった<sup>(10)</sup>。一方で、クラックの起点を調査したところ、パケット境界と旧 $\gamma$ 粒界に優先的にクラックが出やすい傾向にあることも分かった。この理由については、 $\alpha'$ 鋼中に内在する変態時に生じた残留応力<sup>(11)</sup>が関与する可能性などが考えられたが電子線後方散乱回折(EBSD)法による結晶方位の取得を破断直前の試料で実施したために、詳細な結晶学的な解析ができなかった。

本研究では、レプリカ-DIC法を用いて $\alpha'$ 鋼の最終ネッキング領域でのポイドおよびクラックの観察、ひずみ分布の取得、ネッキング開始直前でネッキング部のEBSDを測定することによる広範囲の結晶方位の取得を試みた。この測定の際に、試料が長時間室温にて保持されることでひずみ時効が発現した。そこで、ひずみ時効前後での変形に伴い形成するひずみ分布の差について検討を行った。

## 2. 実験方法

試料には、共通試料である Fe-0.2mass%C-2mass%Mnを用いた。本試料を1223 Kで0.6 ks保持後に氷食塩水中に焼入れることで $\alpha'$ 組織を得た。Fig. 1に水冷材の光学顕微鏡像を示す。旧 $\gamma$ 粒径は100  $\mu\text{m}$ 程度と比較的粗大であった。

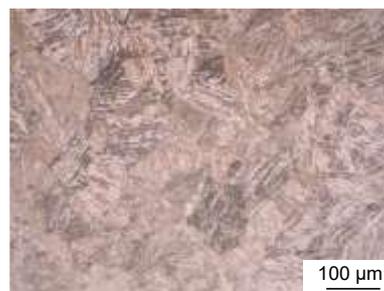


Fig. 1 Optical microscopy image of as-quenched specimen

レプリカ-DIC解析は、Fig. 2に示す形状の引張試験片を用いて実施した。引張試験は、初期ひずみ速度  $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  で実施した。レプリカフィルム(Bioden R.F.A.)を酢酸メチルに浸漬し、3%ナイトール液で腐食した引張試験片の表面に貼り付け、60 s乾燥させた後、剥がした。レプリカフィルム取得はクロスヘッドを停止して行った。この際に、リラクゼーションによる応力低下が生じるため、応力低下が緩やかになる1.8 ks保持後にレプリカフィ

ルムを取得した。レプリカフィルム取得の際には、試験片片部であり、変形が生じていない領域も含まれるようにした。片部には、圧痕を打っており、これらの圧痕間の長さを取得することで、後述するようにレプリカフィルムの収縮量の違いや走査型電子顕微鏡(SEM)観察によるひずみの誤差を補正した。得られたレプリカフィルムに白金-パラジウム蒸着し、レプリカフィルムへのダメージを抑えるため、加速電圧 2 kV で観察を行った。デジタル画像相関法は、VIC-2D を用いてサブセット 61 pixels、ステップ 3 pixels の条件で実施した。参照画像は、一つ前のひずみにおいて取得したレプリカフィルムより得られた SEM 像とした。例えば、5% 引張ひずみ付与時のひずみ分布は、3% 引張ひずみ時の SEM 像を参照画像として解析した。

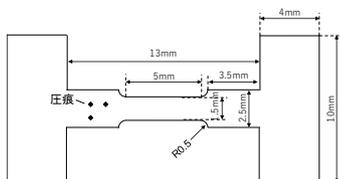


Fig. 2 Shape of tensile test specimen for replica-DIC analysis

ひずみ時効による変形挙動の変化を検討するために、SEM 試料室内引張その場観察を行った。引張試験は、TSL 社製の引張ステージを用いて行った。初期ひずみ速度は、 $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  である。試験片形状を Fig. 3 に示す。引張試験を中断し、クロスヘッドを停止した状態で、種々の時間時効した後、試験を再開した。SEM 像は、応力低下の落ち着く 30 分後に取得した。試験片の平行部の長さ方向全域の SEM 像を取得し、DIC 解析を行った。解析条件は、レプリカ-DIC 法と同様である。参照画像は、後述するように直前の条件で取得した画像である。

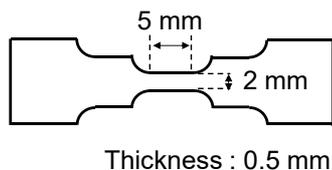


Fig. 3 Shape of tensile test specimen for *in-situ* tensile test.

### 3. 結果および考察

#### 3.1 レプリカ法による破壊起点領域のボイド・クラック観察

Fig. 3 にレプリカフィルムを取得した際の公称応力-公称ひずみ曲線を示す。各中断の時間は、およそ 1 時間程度と比較的長時間であった。その結果として、各中断後の試験再開時には、応力の増加が見られ、明瞭なひずみ時効が生じていることがわかる。このようなひずみ時効が変形挙動に与える影響には、3.3 にて検討を行う。レプリカフィルムは、図中赤○のひずみで取得を行った。なお、ネッキング直後の 3 回目の中断時には、レプリカフィルム取得後に応力を除荷し、EBSD にてネッキング部の広範囲の結晶方位の取得を行った。その試験再開までの時間はおよそ 24 時間程度である。

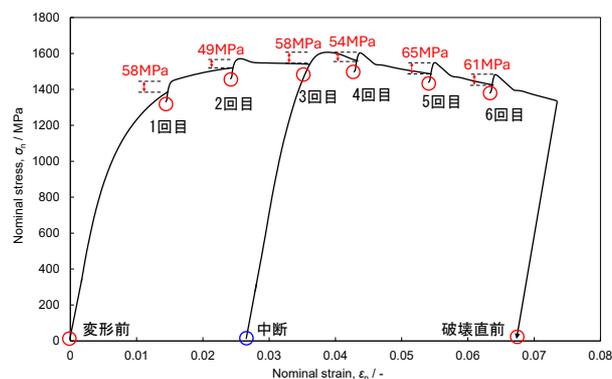


Fig. 3 Nominal stress-nominal strain curve during interrupted tensile tests for taking replica films.

Fig. 4 は、破断直前で試験を中断した試料のネッキング部の SEM 像を示している。高倍率で観察したところ、図中黒矢印で例示するように、ボイドやクラックが観察された。ネッキングは、左右対称には生じておらず、最もくびれている個所は図中赤矢印で示すように両端でわずかにずれている。これは、後述するようにひずみ時効の影響と思われる。

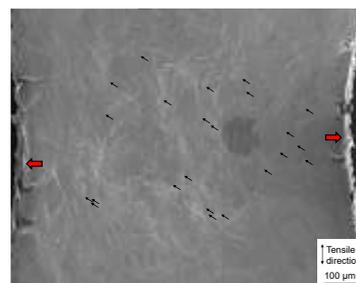


Fig. 4 SEM image just before fracture in the specimen.

Fig. 5 は、Fig. 4 中で観察されたボイドとクラックを示している。ボイドは、(a)に示すように母相中に形成するものと(b)に示すように介在物を起点として形成するものがあった。一方で、ボイドとは異なる(c)に示すクラックも観察された。これらのボイドとクラックについて、Fig. 4 の観察範囲についてその数を確認したところ、Table 1 に示すように、母相から形成したボイドの数が最も多くなった。

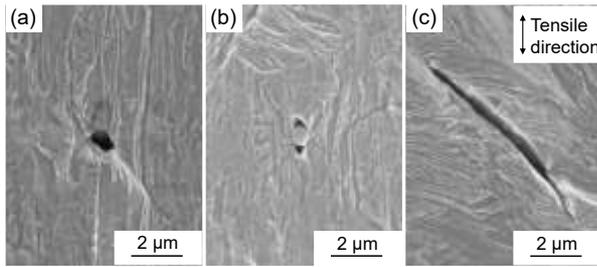


Fig. 5 SEM images of voids nucleated from (a) matrix and (b) inclusion, and (c) crack.

Table 1 Number of voids and cracks observed in Fig. 4.

ボイド	介在物起点ボイド	クラック
18個	8個	6個

Fig. 6 は、破断直前の試料から取得したレプリカフィルムの SEM 像を示している。レプリカフィルムでは腐食痕まで明瞭に転写できていることがわかる。図中赤矢印で示すボイドやクラックについて、初期からの発達挙動を観察した。

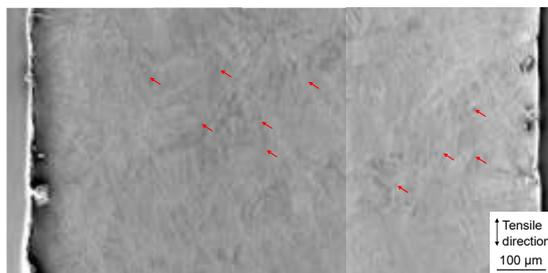


Fig. 6 SEM images of replica film taken from the specimen just before fracture.

Fig. 7 は、試料表面観察から母相から形成したボイドと判定したボイドの(a)破断直前の試料表面、(b)3 回目(ネッキング直後)のレプリカフィルム、(c)変形前のレプリカフィルムの SEM 像をそれぞれ示す。(a)からボイド部には介在物がおらず、また(b)

のネッキング直後でも同領域は、凸部(試料表面では凹部)となっており、ネッキング直後の段階でボイドが形成していることがわかる。一方で、変形前の同領域を観察したところ凹部となっていた。つまり、介在物が本領域に存在していたことを意味する。変形の進行に伴い介在物周りでボイドが発生し、さらに何度もレプリカフィルムの取得を行っているために、介在物がレプリカに付着して脱落したと考えるのが妥当である。このような試料表面観察では母相から形成したボイドと判定され、レプリカ観察から実際は介在物起点であったボイドは、調べた範囲で7個中3個であった。Table 1 で示したボイド数について、同程度の割合で実際は介在物起点のボイドが存在しているならば、その数は、母相から形成するボイドよりも多くなる。よって、本試料では、ボイドは主として介在物を起点として生じていると考えられる。疲労試験においてはこのような介在物を起点として破壊が生じる可能性があり、注意が必要である。

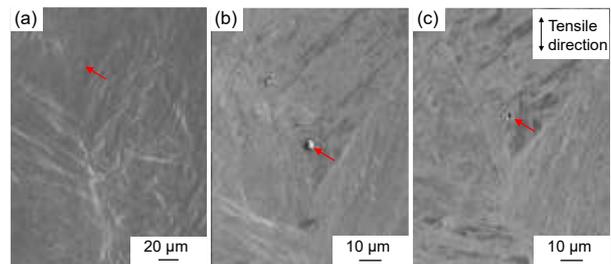


Fig. 7 SEM image on (a) specimen surface just before fracture and replica film at (b) 3<sup>rd</sup> interruption (just after necking) and (c) before deformation.

Table 2 は、レプリカフィルムで発達挙動を追跡した 10 個のボイドとクラックの破断直前でのサイズを示している。介在物起点のボイドは介在物の脱落もあり、母相から形成したボイドよりも大きい。一方で、クラックは、ボイドよりも大きなサイズを示しており、数は少ないものの破壊に寄与している可能性が高い。そこで、以降では、クラック形成領域の詳細な観察を行った。

Table 2 Size of voids and cracks tracking their development behaviour from replica films.

	サイズ (μm)				平均 (μm)
	2.0	4.0	5.0	3.6	
ボイド	2.0	4.0	5.0	3.6	3.7
介在物起点ボイド	7.2	5.2	11.4	-	7.9
クラック	30.0	32.8	24.0	-	28.9

Fig. 8 は、クラック発生領域の変形前から 6 回目 (Fig. 3 参照) の中断時までのレプリカフィルムの SEM 像を示している。図中赤矢印がクラックの起点である。変形前には、同領域に介在物などはなく、本クラックが母相から形成したことがわかる。均一変形段階である 2 回目とネッキング直後の 3 回目では、クラック起点に特に変化はない。4 回目では、左上のクラック起点においてわずかにコントラストが変化しており、微小なクラックが形成していると考えられる。5 回目には明瞭なクラックがいずれの起点においても観察され、6 回目ではこれらのクラックが合体することで大きなクラックに発達している。以上のように、レプリカ法では、微小なクラックの発達挙動を詳細に観察ができる利点がある。

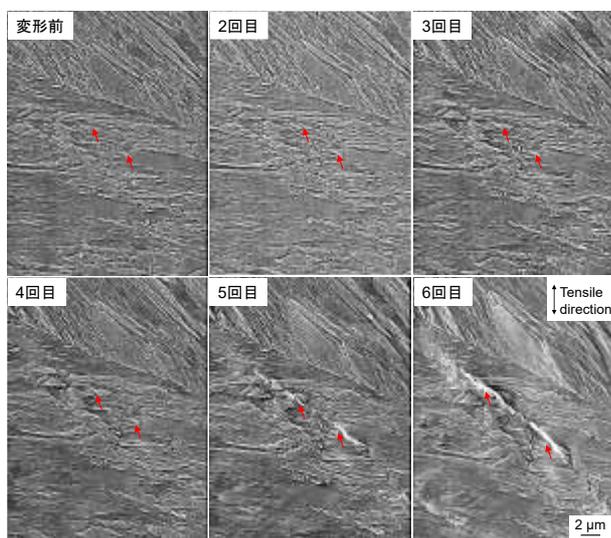


Fig. 8 Serial SEM images on the replica films from before deformation to at 6<sup>th</sup> interruption.

### 3.2 レプリカ-DIC 法によるクラック形成領域のひずみ分布解析とひずみの定量評価

Fig. 9 は、レプリカ-DIC 解析より得られた 6 回目の中断材のひずみ分布を示している。なお、参照画像は、直前の 5 回目の SEM 像とし、ひずみは引張軸方向のひずみ( $\epsilon_{xx}$ )を示している。図中の白領域は、ひずみが平均ひずみの 1.75 倍以上の領域を、黒領域はそれ以下のひずみの領域をそれぞれ示している。平均ひずみの 1.75 倍以上の高ひずみ領域が散見されるが、このようなひずみの不均一分布は種々の金属材料の変形で観察されている<sup>(12, 13)</sup>。また、マルテンサイト鋼においては、ブロック毎

に変形能が異なるために、このようなひずみの不均一分布が形成すると指摘されている<sup>(2)</sup>。Koga らは、Cu/マルテンサイト鋼積層材とマルテンサイト鋼単層材で、高ひずみが約 45° に連続する”ひずみ帯”<sup>(14)</sup>の交差部でボイドが形成しやすい傾向にあることを報告している<sup>(15)</sup>。しかし、Fig. 9 においては、明瞭なひずみ帯は観察されず、またボイドとクラックが形成した領域にも巨視的なひずみ分布の特徴は見取れなかった。本マルテンサイト鋼では、旧  $\gamma$  粒径が 100  $\mu\text{m}$  以上と粗大なのに対して、Koga らのマルテンサイト鋼は、旧  $\gamma$  粒径が 10  $\mu\text{m}$  程度と微細であった。つまり、本試料のブロックサイズは Koga らの試料よりも大きく、結果として、ブロックごとの変形能が巨視的なひずみの分布状態にも影響を及ぼしている可能性がある。本点については、今後より系統的な調査が必要である。

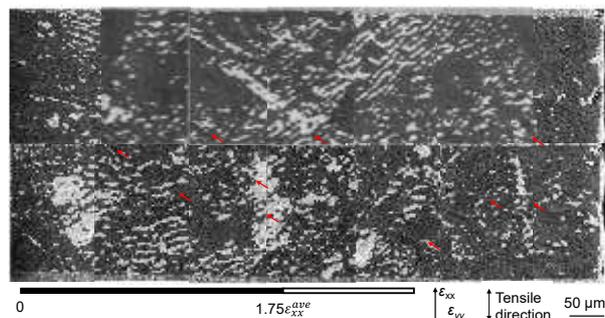


Fig. 9  $\epsilon_{xx}$  strain distribution in the replica film at 6<sup>th</sup> interruption. Reference images for DIC analysis were SEM images at 5<sup>th</sup> interruption.

Fig. 10 は、Fig. 8 で示したクラック発生領域の  $\epsilon_{xx}$  ひずみ分布を示している。カラーバーに示す色がひずみに対応している。参照画像は、各中断回数の一つ前の SEM 像であるため、各中断の間に生じたひずみが可視化されている。いずれの中断回数においてもひずみは不均一に分布しており、ほぼひずみが 0 の領域と 0.09 を超えるひずみが発生している領域が混在している。Fig. 10 からミクロスケールにおいてもひずみが不均一に分布していることがわかる。図中白破線で示すクラック形成領域は、高ひずみの傾向にあることがわかる。4 回目までは粗大なクラックは形成していなかったことを考量すると (Fig. 8)、クラック形成に伴うひずみ集中ではなく、高ひずみ域にクラックが形成すると結論付けるのが妥当である。本結果は、先行研究<sup>(10)</sup>とも合致する。後述するように本領域の詳細な結晶方

位情報が取得できなかったため、このようなひずみ分布がブロックを単位とするかは不明である。

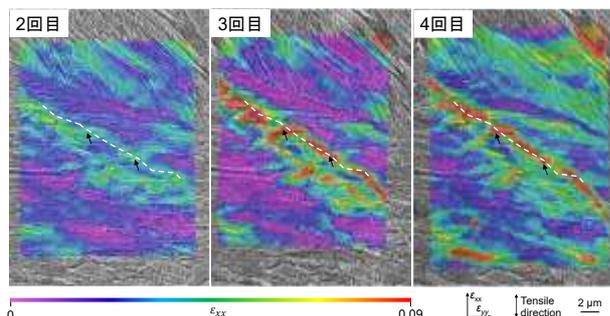


Fig. 10  $\epsilon_{xx}$  strain distribution in the replica film at 2<sup>nd</sup>, 3<sup>rd</sup>, and 4<sup>th</sup> interruptions. Reference images for DIC analysis were SEM images at before deformation, 2<sup>nd</sup>, and 3<sup>rd</sup> interruptions. The analysis region is identical with the region in Fig. 8.

Fig. 11 は、変形前と 2 回目の中断時のレプリカフィルムの引張試験片の片部の圧痕(Fig. 2)を示している。なお、レプリカフィルムは Fig. 10 のひずみ分布の解析に用いたレプリカフィルムと同一である。圧痕間の距離は変化しており、2 回目には長くなっている。この長さの変化から算出されるひずみは、0.009 である。形状と 2 回目の中断時の応力から 870 MPa 程度の応力が片部には付加されている。塑性変形が開始していないとするとその弾性ひずみは 0.00435 となる。つまり、弾性ひずみ以上のひずみが発生している。これは、レプリカ-DIC 解析におけるレプリカフィルム毎の収縮量の違いによる誤差<sup>(9)</sup>や SEM 観察<sup>(10)</sup>による誤差と考えられる。同様に、2 回目と 3 回目、3 回目と 4 回目の圧痕間の距離からこれらの誤差を算出したところ、-0.045、0.000 であった。レプリカフィルムの収縮は、酢酸メチルへの浸漬時間やその後の乾燥時間などを調整することで軽減することが可能であるが、本実験では、それらを厳密に管理することなくレプリカフィルムの取得を行った。その結果、レプリカフィルム毎でかなりの誤差が生じてしまった。ここで、レプリカフィルムの収縮は、フィルム内で均一に生じていると仮定して、得られた誤差を補正し、Fig. 8 で示したクラック起点部のひずみの定量評価を行った。クラックが発生する直前の 4 回目までの蓄積ひずみ量は、左上のクラックでは、0.34、右下のクラックで 0.3 となり、かなりのひずみが集中していることがわかった。ひずみの定量評価の

信頼性については、今後より詳細に検討予定であるが、このように変形が生じない領域をレプリカフィルムに含むことで、誤差を補正し、定量的なひずみの評価を行う方法は、有効と思われる

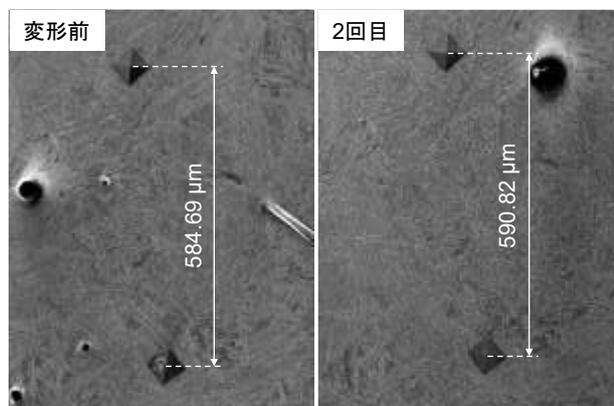


Fig. 11 SEM image of indents before deformation and at 2<sup>nd</sup> interruption.

Fig. 12 は、Fig. 8 と同じクラックの(a)SEM 像、(b)結晶方位マップ(引張方向)、(c)赤矢印の点の極点図と(d)シュミット因子をそれぞれ示している。EBSD は、ネック領域のほぼ全域を取得したために、ステップが荒くなり、ブロックやパケットの解析は困難であった。ただし、クラック起点と推定される点から得られた結晶方位からクラックの二次元トレースを行うと(1-12)に対応しており、さらに、そのシュミット因子も高いことがわかる。マルテンサイト鋼では、変態時の晶癖面内のすべり系(In-lath slip system)が優先的に活動することが知られており<sup>(2)</sup>、解析の結果、シュミット因子の高い(1-12)[-111]もこのような In-lath slip system に該当する。よって、Fig. 10 における高ひずみの形成は、In-lath slip system のシュミット因子の高さで理解できるが、クラック発生がブロック内で起きているのか、あるいはブロック境界またはパケット境界で生じているかは、結晶方位マップの分解能の低さから解析できなかった。そこで、結晶方位マップの分解能を上げるために、EBSD 測定時間を倍以上にして解析を行ったが、後述するひずみ時効の影響で解析が行えなかった。

以上からレプリカ-DIC 法と EBSD 法を併用することで、クラック発生領域のひずみ分布の可視化と定量評価、結晶学的な特徴を解析できることが示された。しかし、結晶方位マップの低分解能によって、詳細な解析が行えなかったため、今後、

引張試験片の幅を小さくすることやノッチを入れるなどの工夫により高分解能の結晶方位マップを取得しながら室温での保持時間を短くし、ひずみ時効を抑えて実験を実施する必要がある。

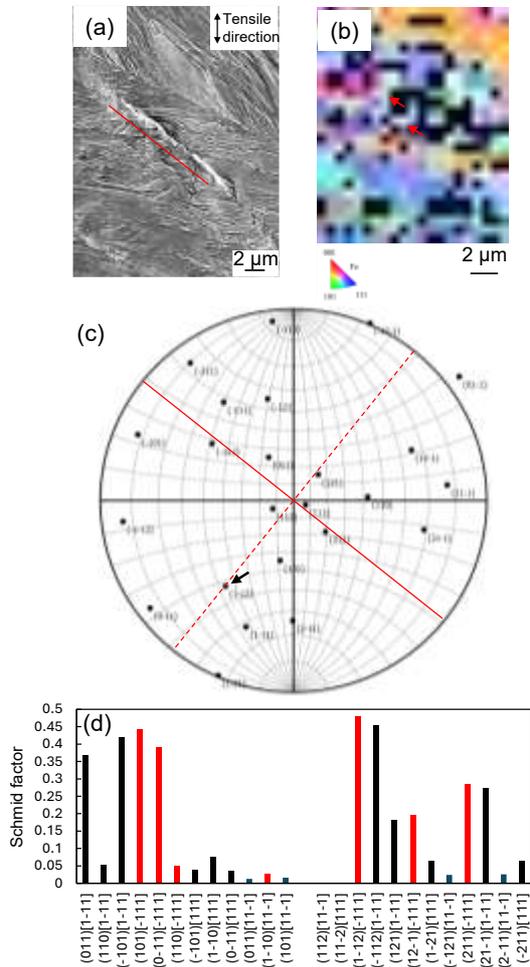


Fig. 12 SEM image and orientation map around the crack observed in Fig. 8, and pole figure and Schmid factor at the point indicated by red arrows. Red bars in (d) denote the In-lath slip system.

### 3.3 ひずみ時効が変形挙動に与える影響

3.2 で述べたように EBSD の解像度不足によって詳細な結晶方位解析が Fig. 12 では行えなかった。そこで、Fig. 13 に示すようにネッキング直後に除荷した試料について、48 時間程度の EBSD 解析を行い高分解能の結晶方位マップを得るレプリカ-DIC 解析実験を行った。引張試験を再開するとひずみ時効により強度が増加し、さらに、応力低下後においても、長時間保持前から推定される応力-ひずみ曲線よりも応力が高くなっていた。Fig. 14 は、同試

料の破断直前の SEM 像を示しているが、初期にネッキングが生じた領域(白破線内)と別の領域(黄色破線内)で変形が進行しているのが確認された。ネッキング領域は、試験片平行部全長を DIC 解析することで決定しており、初期ネッキングの位置の精度は十分に高かった。本結果は、ネッキング領域では、ひずみ時効による強度増加量がネッキングによる断面減少よりも大きくなり、ネッキング部以外で変形が生じたことを意味する。つまりは、長時間の保持を行うとひずみ時効によって変形領域が変化してしまうことを意味する。

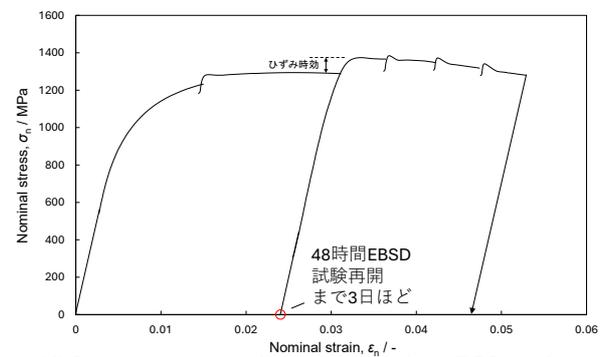


Fig. 13 Interruption tensile test for replica-DIC analysis. The interruption time exceeded 3 days.

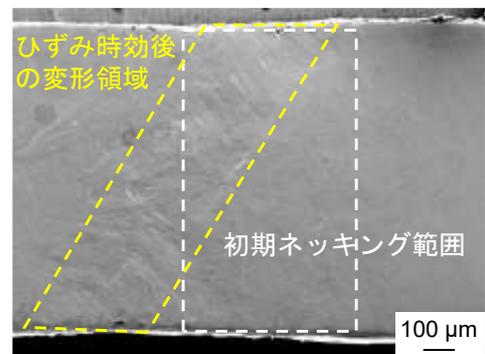


Fig. 14 SEM image just before fracture in Fig. 13.

ひずみ時効が変形領域に与える影響を検討するために、SEM 試料室内引張その場観察を行った。Fig. 15 に SEM 試料室内引張試験より得られた公称応力と工学ひずみの関係を示す。まず、降伏後に中断を行い 18 h の室温時効を行った(1 回目)。中断はクロスヘッドを停止させるひずみ一定であったため、リラクセーションに応力が低下した。なお、DIC 解析用の SEM 像はリラクセーションによる応力低下が緩やかになる 30 分保持後に取得した。試験を再開したところ、約 100 MPa の明瞭な応力の増

加が見られた。再度、中断を行い 30 分保持後に SEM 像を取得した(2 回目)。その後、幾度か停止と時効を繰り返し、ネッキングが生じた時点(3 回目)で応力を除荷して、168 時間の時効を行った。時効後に再度引張試験を行うと 3 回目の中断時よりも降伏応力は低下した。降伏後に試験を中断して SEM 観察を行った(4 回目)。その後、1 時間後に再び試験を開始し、降伏後にまた試験を中断して、SEM 観察を行った(5 回目)。

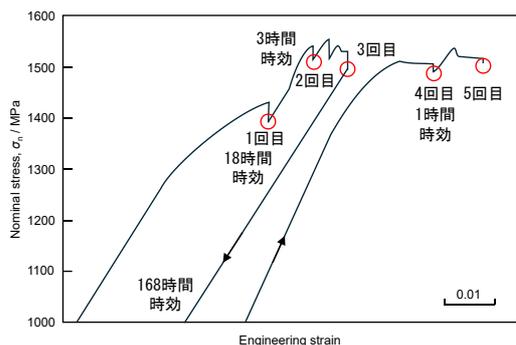


Fig. 15 Nominal stress – Engineering strain curve during *in-situ* tensile test.

Fig. 16 は、Fig. 15 の実験より得られた SEM 像から解析された試験片平行部全長の  $\epsilon_{xx}$  ひずみ分布である。なお、参照画像は 1 つ前の中断から得られた SEM 像であり、各中断の間に生じたひずみが可視化されている。1 回目に着目するとひずみ分布は巨視的にある程度不均一に分布しており、平行部中心付近のひずみは小さく、端部でひずみが大きい傾向にある。これは、試験機や試験片形状、側面の研磨状態などにより生じた不均一な分布と思われる。次いで、ひずみ時効後の 2 回目に着目すると、1 回目で変形があまり生じていなかった平行部中央付近でひずみが高くなっていった。よって、1 回目までに変形していた領域よりも他の領域で変形が進行したことを意味する。3 回目のひずみ分布では、

ネッキングが生じたことによるひずみ集中が明瞭に表れている。そして、168 時間の長時間時効後に再度引張試験を行うと 3 回目でネッキングした領域と全く異なる領域でひずみが集中し、ネッキングが再度生じた。これはつまり、Figs. 13、14 と同様にネッキングによる断面減少を上回るひずみ時効による強度増加が生じたことを意味する。1 時間の時効後に試験を再開しても応力の増加は見られたがネッキング部に変化はなく、長時間保持した場合のみ、変形領域が大きく変化した。

ひずみ時効による強度増加の要因としては、炭素が転位を固着するコトレル固着や炭素クラスターあるいは炭化物の析出が考えられる。Maruyama らの同程度の炭素量を有する焼入れマルテンサイト鋼の室温時効実験では、10 時間保持後から徐々に強度が増加し、1 年間保持においても強度増加量は 20HV 程度であることを報告している<sup>(17)</sup>。本実験で得られたひずみ時効による強度増加は、100 MPa であり、焼入れ時効よりも強度増加量が高い。また、極短時間の保持でもひずみ時効により強度は増加したため、炭素の転位への偏析が主たる強度増加の要因と考えられる。しかし、巨視的に 1 回目とは異なる領域が 2 回目のひずみ時効後で優先的に変形した結果は、転位がコトレル固着から離脱するために、ひずみ時効が生じるという一般的に考えられているメカニズムとは反する。3 回目と 4 回目のネッキング位置の変化も長時間時効によりクラスターや炭化物が形成しているかもしれないが、いずれにしても時効前に変形していた領域以外で変形が進行した。以上から、コトレル固着やその後の炭化物析出は、それまで変形を担っていた転位を安定化させると考えるのが妥当であり、ひずみ時効による強度増加は、固着された転位の代わりに、新たに転位を生み出すために過剰な応

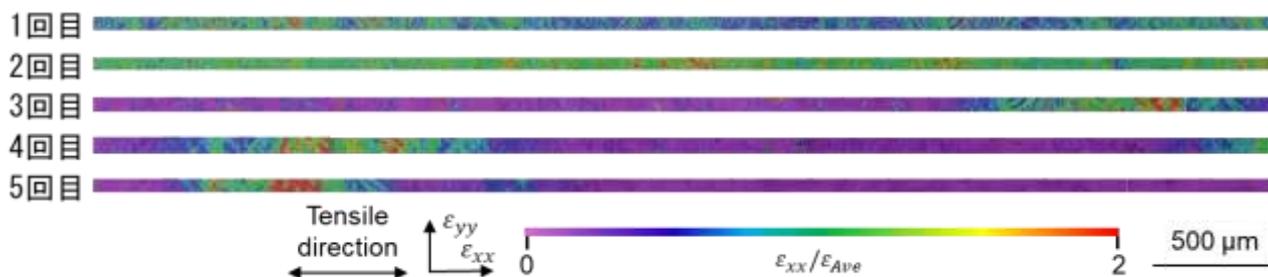


Fig. 16  $\epsilon_{xx}$  strain distribution during *in-situ* tensile test at 1<sup>st</sup>, 2<sup>nd</sup>, 3<sup>rd</sup>, 4<sup>th</sup> and 5<sup>th</sup> interruptions in Fig. 15. Reference images for DIC analysis were SEM images of the specimen at previous interruption.

力が必要になるためと推察される。Fig. 17に示す1回目と2回目(ひずみ時効前後)のマイクロ領域でのひずみ分布の比較においても、変形領域が異なる傾向が見てとれる。著者らのこれまでの研究では、レプリカフィルムの取得前後でひずみ分布の傾向は変化していなかったが<sup>10)</sup>、それらは、1時間以内の短時間のひずみ時効であった。本研究では、10時間以上の長時間のひずみ時効を施したために、このような変形領域の明瞭な変化が起きたと思われる。短時間の時効においても、変形領域が変化するかについては今後の課題であり、DIC解析に加えて、引張その場電子線チャネリングコントラスト観察により、変形中に運動する転位の直接観察とその後の時効と応力の再負荷で、これらの転位が再び活動するか否かを詳細に観察する予定である。

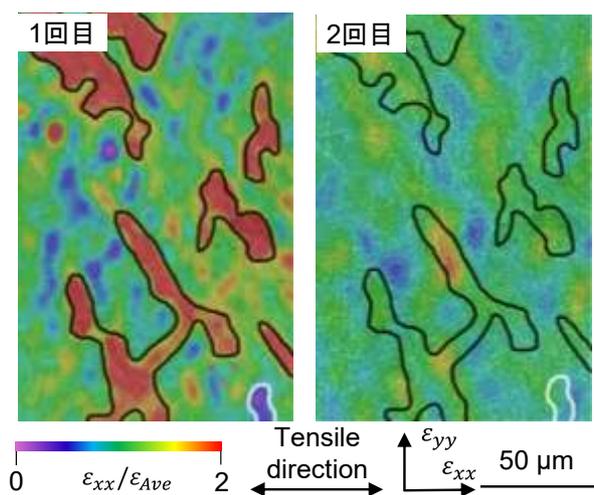


Fig. 17 Enlarged  $\epsilon_{xx}$  strain distribution in a portion of Fig. 16 at 1<sup>st</sup> and 2<sup>nd</sup> interruptions.

#### 4. おわりに

レプリカ法により介在物起点のボイドと母相から生じたボイドを判別することができ、本マルテンサイト鋼では、介在物起点のボイドが多かった。一方で、クラックは、数はボイドよりも少ないが、サイズは大きく、破壊に関与していると思われる。

レプリカ-DIC解析の結果からクラック発生領域は、高ひずみ域に対応していた。EBSDから得られた結晶方位マップは解像度が低く、詳細な組織解析は行えなかったが、クラックは、In-lath slip systemのシュミット因子が高い面に一致していた。

ひずみ時効前後では、巨視的にひずみが集中する範囲が変化した。また、ネッキング後に、長時間保持した場合には、中断時のネッキング部では変形は進行せずに、別の領域でネッキングが生じた。1時間程度の短時間時効では、試験を再開させてもネッキング領域は変化しなかった。マイクロなひずみ分布においても、変形領域の変化が生じていた。

以上からレプリカ-DIC法およびEBSD法を用いた結晶方位解析を行う際には、ひずみ時効に注意する必要がある、保持時間を長くすると実際の引張変形中に生じている変形や破壊挙動を正しく評価できていない可能性がある。マルテンサイト鋼では特にひずみ時効による強度増加が顕著であるため、注意が必要である。EBSDの広範囲かつ高解像度取得とレプリカ-DIC法によるひずみ解析を行うには、試験片形状を工夫するなどが求められる。

#### 文献

- 1) T. Maki: *Materia Jap.*, 54(2015) 626-632.
- 2) Y. Ishimoto, M. Michiuchi, S. Nambu, K. Asakura, J. Inoue, T. Koseki: *J. Jpn. Inst. Metals*, 73(2009) 720-727.
- 3) T. Inoue, S. Matsuda, Y. Okamura, K. Aoki: *Trans. Jpn. Inst. Met.*, 11(1970) 36-43.
- 4) S. Matsuda, T. Inoue, H. Mimura, Y. Okamura: *Trans. iron. steel. inst. Jpn.*, 12(1972) 325-333.
- 5) A. Shibata, Y. Madi, K. Okada, N. Tsuji, J. Besson: *Int. J. Hydro- gen Energy*, 44(2019) 29034-29046.
- 6) A. Shibata, T. Yonemura, Y. Momotani, M. Park, S. Takagi, Y. Madi, J. Besson, N. Tsuji: *Acta Mater.*, 210(2021) 116828.
- 7) S. Ueki, Y. Mine, K. Takashima: *Mater. Sci. Eng. A.*, 773(2020) 138830.
- 8) K. Okada, A. Shibata, Y. Takeda, N. Tsuji: *Inter. J. Fatigue*, 143(2021) 105921.
- 9) S. Hamada, T. Fujisawa, M. Koyama, N. Koga, N. Nakada, T. Tsuchiyama, M. Ueda, H. Noguchi: *Mater. Charact.*, 98(2014) 140-146.
- 10) N. Koga, M. Fujita, K. Shibata, S. Nanba: *ISIJ Int.*, 64(2024) 491-496.
- 11) D. Fukui, Y. Kawahito, N. Miyazawa, N. Nakada: *Mater. Char.*, 191(2022) 112157.
- 12) N. Koga, Y. Yajima, C. Watanabe: *ISIJ Int.*, 62(2022)

2025-2035

13) N.Koga, S. Kumon, C. Watanabe: ISIJ Int., 64(2024) 430-438.

14) Y. Kai, T. Ogawa, Z. Wang and Y. Adachi: ISIJ Int., 61(2021) 481-486.

15) R. Kato, N. Koga, C. Watanabe: Metall. Mater. Trans.

A, 56(2025) 1327-1338.

16) M. A. Sutton, J. J. Ortu, H.Schreier, Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements, Springer US, New York, 7 (2009).

17) N. Maruyama, S. Tabata: ISIJ Int., 64(2024) 235-244.

# 高解像度デジタル画像相関法を用いたラスマルテンサイト鋼の不均一変形挙動の解析

南部将一<sup>a)</sup>

d) 東京大学 大学院 工学系研究科 マテリアル工学専攻

## 1. はじめに

鉄鋼材料の更なる高性能化に向けて、強度と延性の高いレベルでの両立は不可欠である。低炭素鋼におけるラスマルテンサイトは非常に高強度を示すが延性に乏しいことが知られており、延性向上のためにはその変形挙動を理解することが重要である。ラスマルテンサイトは階層構造を有しており、一つの旧オーステナイト粒の内部にラス、ブロック、パケットといったサブ組織を有する。これら組織が強度や破壊に影響することが知られており、変形挙動においてもこれら組織の影響を理解しなければならない。

著者らはこれまでにラスマルテンサイトの異方的な組織に起因すると考えられるすべり系の活動

しやすさに違いがあることを見出しており、すべり方向がラス面内に存在するすべり系（ラス面内すべり系）が、すべり方向がラス面外に存在するすべり系（ラス面外すべり系）よりも活動しやすく、変形が集中することを報告している[1-4]。

変形中のひずみ分布を評価する方法として広くデジタル画像相関（DIC）法が使用されてきているが、近年、より高解像度でひずみ分布を評価できる高解像度 DIC 法（HR-DIC）が知られるようになり、従来の DIC では取得できなかった変形最初期における微小な変形を評価できるようになっている[5]。本研究では、このHR-DICを用いてラスマルテンサイトの変形についてより詳細に解析し、変形箇所や活動すべり系について理解することを目的とした。

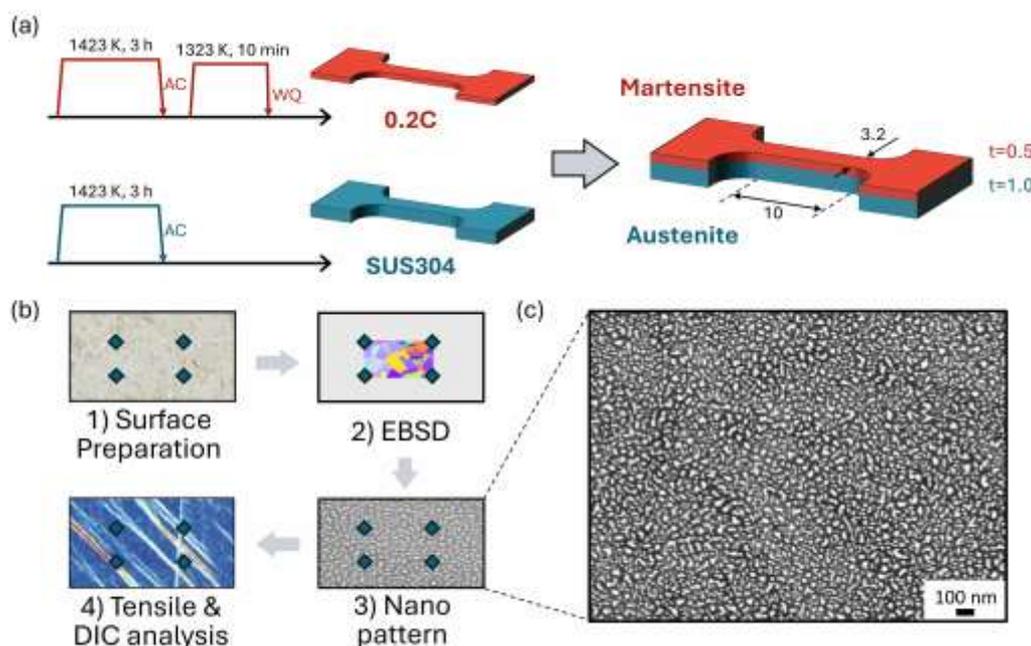


Fig. 1 Sample preparation procedures of the specimens. (a) the fabrication process of the two-layer specimens. (b) the preparation procedures for both EBSD and HR-DIC analyses. (c) an example of the nano pattern used for DIC characterization. The average pattern size is about 20 nm.

## 2. 実験方法

本研究では、延性に乏しいマルテンサイトを比較的大きなひずみ領域まで変形させることを目的に、低炭素鋼 (0.2C steel: Fe-0.2C-3Mn, wt%) とオーステナイト系ステンレス鋼 (SUS304) を複層化させた。低炭素鋼の板厚は 0.5 mm、SUS304 の板厚は 1.0 mm である。それぞれ 1200°C で 3 h 保持後空冷する溶体化の熱処理を施し、低炭素鋼についてはマルテンサイト組織を得るため、1100°C で 10 min 保持後水冷の焼入れ処理を施した。これら試験片を接着剤で重ね合わせて複層化させた (Fig. 1a)。

変形中のひずみ分布の変化を評価するために HR-DIC を実施した (Fig. 1b)。まず低炭素鋼表面に金を蒸着し、水蒸気雰囲気中にさらすことで金をナノ粒子として凝集させ、非常に微細なランダムパターンを作成した。引張試験を途中止めし SEM/BSE 観察によりランダムパターンの変化を取得し、MATLAB の Ncorr toolbox によりひずみを評価した。また、変形挙動を評価する領域についてはあらかじめ SEM/EBSD によって組織を取得した。

## 3. 結果および考察

引張変形中の HR-DIC によるその場観察の結果を

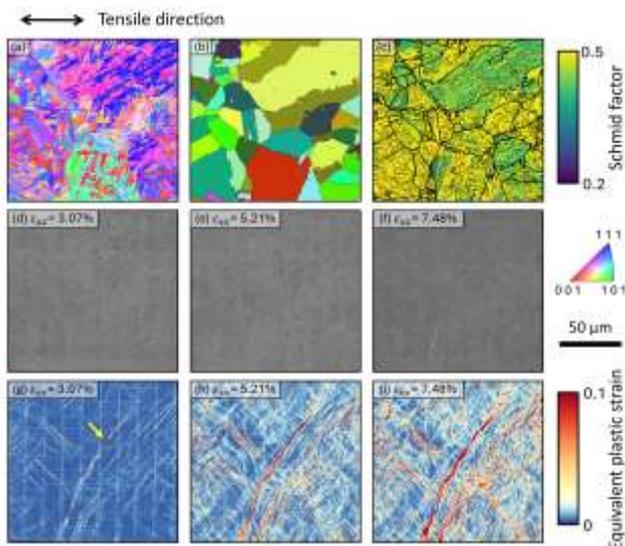


Fig. 2 The overall microstructure and DIC results of the ROI. (a) the IPF map of the ROI. (b) reconstructed parent austenite grain map. (c) maximum SF map of the ROI. (d-f) the stitched SEM images of the overall ROI at three different tensile strain values. (g-i) equivalent plastic strain maps at various stages of the tensile deformation.

Fig. 2 に示す。ここでは、観察した範囲における初期組織の IPF マップ、旧オーステナイト粒再構築結果、BCC のすべり系すべてを考慮したシュミット因子、そしてその場観察したひずみにおける SEM 像ならびに HR-DIC によるひずみ分布マップを示している。図からわかるように変形初期 (Figs. 2d, 2g) において SEM 観察ではほとんど認識できていない変形を HR-DIC を用いることでより明確に認識できる。変形が進行するに伴い、SEM 像においてもすべり変形した箇所が見られるが、HR-DIC はより顕著に観察されるうえに、旧オーステナイト粒内のブロックにおけるひずみ分布も捉えることができる。

次に特徴的な旧オーステナイト粒に着目して変形挙動を解析した。Fig. 3 に IPF マップや HR-DIC によるひずみ分布等を示す。ここでは、特定の方向にひずみの集中が見られている旧オーステナイト粒の代表的な例を示している。変形初期 (Fig. 3d) に見られたひずみのプロフィールがそのまま変形に伴いさらに発達している様子が見られた (Fig.

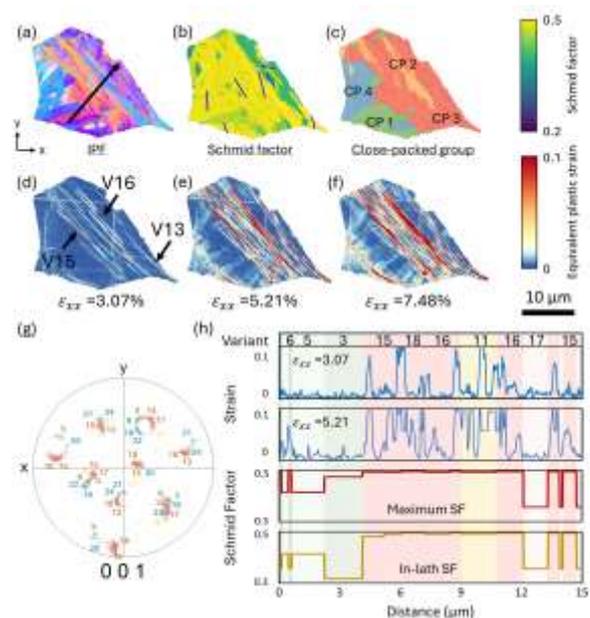


Fig. 3 A selected PAG where in-lath-plane slip systems were predominantly observed. (a) the IPF map of the selected PAG. (b) maximum SF map of the PAG. The traces of the in-lath slip planes are labelled by blue lines in some main blocks. (c) packet map of the PAG. (d-f) shows the strain maps of the PAG at various deformation stages. (g) the {001} pole figure with labels of the variants. (h) the strain profiles, maximum SF and maximum in-lath SF values of the line profile in Fig. (a).

3h)。BCC すべてのシュミット因子を考慮した場合、ひずみの集中箇所の分布を説明することは困難であるが、これまで報告してきたラス面内すべり系のシュミット因子で評価するとひずみの集中が見られたブロックについて良い整合となることが示された。

次に複雑なひずみの局所化が見られた旧オーステナイト粒の例を Fig. 4 に示す。先ほどの Fig. 3 と比較してより等方的なブロックで構成されている。またひずみの集中している箇所がブロックの長手方向に沿ったものではなく、比較的分散するようなものやブロックを横切るようなものが観察され、変形に伴い、発達していく様子が観察できた。分散するようなすべり帯が見られた箇所のひずみプロフィールとブロック境界の関係を調査した結果、ひずみの集中は主にブロック境界付近で発生していることが示された。

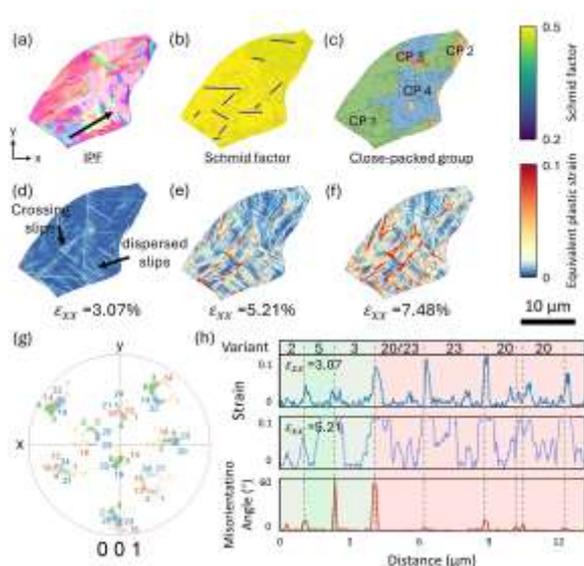


Fig. 4 A selected PAG showing complicated deformation behaviour. (a) the IPF map of the selected PAG. (b) maximum SF map of the PAG. The traces of the in-lath slip planes are labelled by blue lines in some main blocks. (c) packet map of the PAG. (d-f) shows the strain maps of the PAG at various deformation stages. (g) the {001} pole figure with labels of the variants. (h) the strain profiles, maximum SF and point-to-point misorientation angle of the line profile in Fig. (a).

全体的なひずみ分布の観察から大きなひずみ集中は旧オーステナイト粒界、とくに引張方向に対して  $40\sim 65^\circ$  に近い粒界において発生していること

が示された。次いで、ブロック境界に沿うようなひずみの集中が見られた。ブロック内におけるひずみ集中については、より等方的な形態をしたブロック内においてラス面外すべり系が活動したと想定されるひずみ集中も見られた。

#### 4. おわりに

本研究では、HR-DIC 法を用いて、ラスマルテンサイトの塑性変形機構を複層化試験片に対してその場観察することで詳細に観察した結果、以下の結論が得られた。

1. ひずみの集中帯は境界における変形とブロック内部における変形の2種類に分類できる。
2. 境界近傍におけるすべり系の活動は引張方向に対する傾斜角度と粒界（境界）方位差角に起因することが示唆された。特に引張方向に対して  $40\sim 65^\circ$  となる境界において大きなひずみの集中が見られた。
3. ブロック内部の塑性変形は一般的にシュミット因子の大小に従う。ラス面内すべり系のシュミット因子が大きい場合、そのすべり系が活動しやすい。一方、ラス面外すべり系の活動にはラス面外すべり系のシュミット因子がラス面内すべり系のシュミット因子よりも比較的大きな値を有することが必要である。
4. ブロック形態はマルテンサイトのすべり系の活動に影響を与えることが示唆された。アスペクト比が大きいブロックでは、ラス面内すべり系の活動が優先されるが、ラス面外すべり系による変形は等方的な形態を有するブロックで観察された。

#### 文献

- 1) M. Michiuchi, S. Nambu, Y. Ishimoto, J. Inoue and T. Koseki: Acta Mater., 57 (2009), 5283.
- 2) S. Nambu, M. Michiuchi, Y. Ishimoto, K. Asakura, J. Inoue and T. Koseki: Scr. Mater., 60 (2009), 221.
- 3) 石元良武, 道内真人, 南部将一, 朝倉健太郎, 井上純哉, 小関敏彦, 日本金属学会誌, 73 (2009) 720.
- 4) K.H. Ryou, S. Nambu and T. Koseki: Materials Science

and Engineering: A, 777 (2020), 139090

5) F. Briffod, T. Shiraiwa, K. Yamazaki and M. Enoki:

Materials Science and Engineering: A, 876 (2023),  
145148.

# マイクロ試験によるマルテンサイト鋼の変形解析

植木 翔平<sup>a)</sup>

a) 九州大学大学院 工学研究院

## 1. はじめに

先進高強度鋼の主要組織であるラスマルテンサイトは、低炭素鋼の場合、旧オーステナイト粒、パケット、ブロック、サブブロックおよびラスからなる階層的な微視構造を有している<sup>1)</sup>。特に、ブロック境界は高強度化への寄与が大きいことが知られている<sup>2)</sup>。しかし、ブロック下部組織であるサブブロックやラスの境界は低角粒界であり、強化因子としては注目されてこなかった<sup>3)</sup>。一方で、サブブロック境界も転位運動の障害として働き、ブロック境界には劣るものの高強度化に寄与すると指摘がなされている<sup>4)</sup>。このように、ブロック下部組織の強化機構について統一的な見解は得られていない。また、ブロック内の塑性変形については、晶へき面に平行なすべりが晶へき面と交差するすべりに比べて低応力で起こることが知られている<sup>5)</sup>。この塑性異方性のメカニズムを理解するためには、ブロック下部組織の変形挙動を詳細に調査する必要がある。

晶へき面方位に依存する塑性異方性は疲労特性にも影響を及ぼす。先行研究では、ミニチュアサイズのコンパクトテンション試験片を用いた単一パケットの疲労き裂進展試験が実施されており、き裂進展挙動に及ぼす晶へき面方位の影響が調査されている<sup>6)</sup>。荷重負荷方向と晶へき面法線方向のなす角( $\phi$ )が約 $45^\circ$ の場合は、き裂は切欠き方向から逸れて晶へき面に平行に進展し、一方で $\phi$ が $90^\circ$ の場合は、き裂は晶へき面に垂直に進展する。また、晶へき面に垂直なき裂進展の方が高いき裂進展抵抗を示すことが明らかにされている。しかしながら、この異方的疲労き裂進展のメカニズムについては未だ不明な点が残されている。

疲労き裂進展は、き裂先端の局所的な塑性変形の繰返しによって生じる。したがって、繰返し転

位運動によって発達する変形組織と疲労き裂進展メカニズムの間には密接な関係があると考えられる。そこで本研究では、ラスマルテンサイトにおける塑性異方性と繰返し損傷発達との関係性を明らかにするべく、単一ブロックならびに単一パケットを対象としたマイクロ力学試験を実施し、発達した変形組織を解析した。

## 2. 実験方法

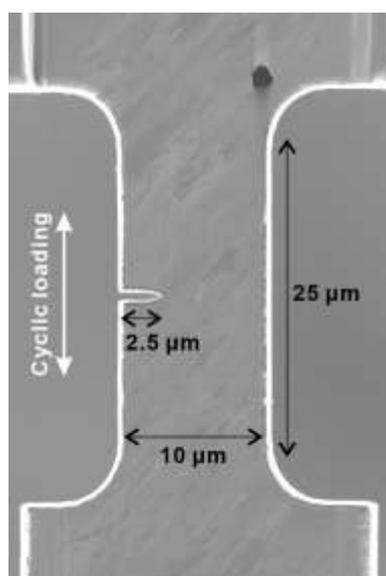
### 2.1 マイクロ試験片を用いた引張試験

供試材には、炭素含有量が $0.002 \text{ mass\%}$ の極低炭素鋼を用いた。 $1473 \text{ K}$ に加熱し、 $600 \text{ s}$ 保持した後、氷食塩水中へ焼入れすることでラスマルテンサイト組織を得た。熱処理後に小片を切り出し、エメリー紙を用いて研磨することで試料形状を整えた。Ar イオン研磨により試料表面を鏡面に仕上げ、電子線後方散乱回折 (EBSD) を用いて結晶方位を同定した。集束イオンビーム (FIB) 加工機を用いて、平行部寸法が $5 \times 5 \times 12.5 \mu\text{m}^3$ となるマイクロ試験片を作製した。その際、試験片平行部が単一のブロックからなり、晶へき面法線方向が引張方向に対して $45^\circ$ の I-T 試験片ならびに $0^\circ$ の N-T 試験片をそれぞれ用意した。引張試験は、FemtoTools社製のナノインデント (FT-NMT04) を用いて、走査型電子顕微鏡 (SEM) 内にて初期ひずみ速度 $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で行った。降伏後に除荷し、再度 EBSD 解析を実施することで、変形組織を調査した。

### 2.2 切欠き付きマイクロ試験片を用いた疲労試験

供試材には、ラスマルテンサイト組織を有する Fe-3Mn-0.2C (wt%) 合金 (研究会共通試料) を用いた。試験片加工手順は 2.1 と同様である。本試料においては、FIB 加工機を用いて Fig. 1 に示すような SECT (Single Edge Cracked Plate Tension) 試験片

を作製した。その際、試験片平行部が単一の PACKET からなり、晶へき面法線方向が引張方向に対して  $45^\circ$  の I-F 試験片ならびに  $90^\circ$  の N-F 試験片をそれぞれ用意した。疲労試験は 2.1 で示した装置を用いて、SEM 内にて繰返し速度 1 Hz、応力比  $R = 0.1$  で行った。両試験片に対して応力拡大係数  $\Delta K = 3 \text{ MPa m}^{1/2}$  にて 500 cycle 負荷した後、EBSD 解析を



実施し、変形組織を調査した。

Fig. 1 FIB image showing shape and dimensions for gauge section of the SECT specimen.

### 3. 結果および考察

#### 3.1 単一ブロック試験片の引張挙動

I-T 試験片では晶へき面に平行なすべりにより、N-T 試験片では晶へき面と交差するすべりにより降伏した。得られた応力-ひずみ曲線と各すべりのシュミット因子をもとに 0.2%耐力における分解せん断応力を算出した結果、晶へき面に平行なすべりでは 190 MPa、晶へき面と交差するすべりでは 260 MPa であった。また、両試験片においてすべりはサブブロック境界を横切って活動したが、晶へき面に平行なすべりに比べて晶へき面と交差するすべりの方が境界を横切るために必要な応力は高かった。これらのことは、サブブロック境界が晶へき面に平行か否かで、すべりの伝播に対する抵抗力が異なることを示している。

変形組織の EBSD 解析を実施したところ、晶へき面に平行なすべりが活動したサブブロック内では結晶方位差の変化は小さかった。一方で、晶へき面と交差するすべりが活動したサブブロック内では結晶方位差の顕著な変化が観察され、その分布はサブブロック境界やラス境界と関連していた。以上のことは、晶へき面に平行な低角粒界は交差する転位運動の障害となり高強度化へ寄与するが、晶へき面に平行でない低角粒界は容易に転位を通過させるため強化因子として作用しないことを示唆している<sup>7)</sup>。

#### 3.2 切欠き付き単一パケット試験片の繰返し塑性変形挙動

I-F 試験片では、 $\Delta K = 3 \text{ MPa m}^{1/2}$  にて 500 cycle 負荷したところ、切欠き方向から約  $45^\circ$  の角度をなす方向に、晶へき面に平行なすべり帯が発達した。繰返し負荷後の EBSD 解析により、すべり帯は切欠き先端に位置するブロック内部に形成されていることが明らかとなった。一方で、N-F 試験片に I-F 試験片と同じ負荷を与えても、切欠き周辺に明瞭なすべり帯の発達を確認されなかった。I-F 試験片では晶へき面に平行なすべりが、N-F 試験片では晶へき面と交差するすべりがそれぞれ優先的に活動する結晶方位である。これらのことは、塑性変形による切欠き先端の繰返し損傷挙動が活動すべり系によって異なることを示している。

繰返し負荷後の EBSD 解析の結果、I-F 試験片のすべり帯が発達したブロック内における GOS (Grain Orientation Spread) 値は繰返し負荷前と同等であったが、GROD (Grain reference Orientation Deviation) 値の分布は繰返し負荷前に比べて大きく変化していた。このことは、晶へき面内すべりが生じたブロックでは、塑性ひずみの増加はほとんどないものの、塑性ひずみ分布は顕著に変化したことを意味している。これには、マルテンサイト変態時に導入された多量の可動転位の再配列が関与していると考えられる。

### 4. おわりに

ラスマルテンサイトの異方的すべり変形挙動を評価可能なマイクロ引張試験法を確立し、切欠き

付き単一パッケージ試験片を対象とした繰返し塑性変形解析に適用した。EBSD 解析を併用することで、活動すべり系と切欠き周辺の変形組織との対応付けを行い、ラスマルテンサイト特有の繰返し損傷発達の評価に成功した。

## 文献

- 1) S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi and T. Maki: *Acta Mater.*, **51** (2003), 1789.
- 2) A. Shibata, T. Nagoshi, M. Sone, S. Morito and Y. Higo: *Mater. Sci. Eng. A*, **527** (2010), 7538.
- 3) T. Fischer, T. Zhou, C.F.O. Dahlberg and P. Hedström: *Int. J. Plast.*, **174** (2024), 103917.
- 4) C. Du, J.P.M. Hoefnagels, R. Vaes and M.G.D. Geers: *Scr. Mater.*, **116** (2016), 117.
- 5) K. Kwak, Y. Mine, S. Morito, T. Ohmura and K. Takashima: *Mater. Sci. Eng. A*, **856** (2022), 144007.
- 6) S. Ueki, Y. Mine and K. Takashima: *Mater. Sci. Eng. A*, **773** (2020), 138830.
- 7) S. Ueki and S. Morito: *Scr. Mater.*, **255** (2025), 116389.

# メゾスケール試験片によるマルテンサイト鋼の変形・破壊挙動の解析

千葉隆弘<sup>a)</sup>

a) 日本製鉄

## 1. 緒言

マルテンサイト組織は、鋼の強化機構の中で最も基盤となる組織であり、複雑な階層組織を有している。低・中炭素鋼で形成されるラスマルテンサイト組織<sup>1,2)</sup>は、旧オーステナイト結晶粒の中に複数のパケットが存在し、パケットは結晶方位が同程度のラスの集団であるブロックから構成される。さらに、ブロックの内部には相対方位差が約10°のラスの集団から成るサブブロックが存在する。マクロな力学特性は、これらの構成組織における力学特性の影響を強く反映する<sup>3-5)</sup>ことが知られており、ラスマルテンサイト組織の各組織要素における力学特性を把握することが重要である。

近年、マイクロ材料試験技術<sup>6,7)</sup>の飛躍的な発展により、材料の微小領域における力学特性の評価が可能となった。とくに、集束イオンビーム (FIB) 加工を用いたマイクロ引張試験では、ラスマルテンサイトの階層的な微視組織要素の変形挙動および機械的特性が評価され、単一パケットおよび単一ブロックの降伏挙動が晶癖面方位に強く依存する<sup>8-12)</sup>ことが明らかになった。しかし、ラスマルテンサイトの構成組織と疲労特性を関連付けた研究はほとんど見当たらない。この要因として、疲労試験には多数の試験片が必要である一方で、FIB 加工を用いた試験片作製には時間が掛かること、試験片サイズが極めて小さく、圧縮負荷時に座屈しやすいことなどが挙げられる。

そこで本研究では、結晶粒をサブミリサイズまで粗大化させた低炭素鋼ラスマルテンサイトを対象に、評価部が単一パケットで構成されたメゾスケール試験片を用いて疲労試験を実施した。まず、引張試験を行うことでメゾスケール試験片においても晶癖面方位性が発現するかを検証した。続いて、同試験片を用いて疲労試験を行い、晶癖面方位性と疲労特性の定量的な関係を調査した。さら

に、破断後の試験片表面を電子線後方散乱回折 (EBSD) 解析および電子チャネリングコントラストイメージング (ECCI) 観察し、晶癖面方位に依存したすべり挙動およびき裂発生・進展の違いから力学特性の差異を考察した。

## 2. 供試材および実験方法

本研究では、「局所塑性に由来する損傷発達および破壊」研究会の共通試料である Fe-3Mn-0.2C (wt.%) 鋼を用いた。受取り材は、1100 °C で 1.8 ks のオーステナイト化処理後、氷食塩水で焼入れを施すことで、旧オーステナイト粒を粗大化させたラスマルテンサイト組織を有している<sup>13,14)</sup>。これをエメリー紙、ダイヤモンドサスペンション、およびコロイダルシリカを用いて研磨し、厚さ 100 μm 程度の箔状試料とした。続いて、EBSD 検出器を搭載した走査電子顕微鏡 (SEM) を用いて結晶方位を同定し、試験片採取位置を選択後、放電加工機を用いて、Fig. 1 に示すメゾスケール試験片を作製した。この際、晶癖面法線が荷重軸に対し、0° (以下、N 試験片)、45° (以下、I 試験片)、90° (以下、P 試験片) となる単一パケットが評価部に配置されるように試験片を切り出した。また、評価部の側面は、ダイヤモンドヤスリおよびコロイダルシリカで研磨し、さらに両表面も再研磨することで加工層の影響を完全に除去した。

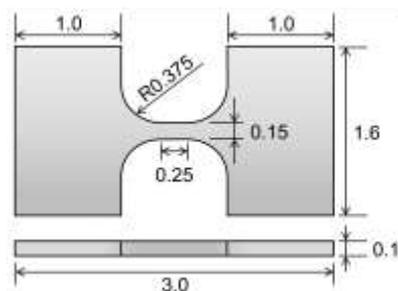


Fig. 1. Geometry and dimensions of the mesoscale specimen (unit: mm).

力学試験には、MTS 社製 Tytron250 を用いた。引張試験は、室温、大気中にて、変位速度  $1.0 \mu\text{m s}^{-1}$  で実施した。疲労試験は、軸荷重制御により、室温、大気中にて、応力比-1、周波数 10 Hz で実施した。疲労限度は、 $10^6$  回まで耐久した応力振幅の最大値と定義した。

引張試験および疲労試験後、SEM による破面観察を行った。また、試験片表面を EBSD 解析および ECCI 観察し、晶癖面方位に依存したすべり挙動およびき裂発生・進展の違いを調査した。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 晶癖面方位が引張特性に及ぼす影響

引張試験により得られた応力-ひずみ曲線を Fig. 2 に示す。荷重軸と晶癖面方位によって引張特性は大きく変化した。I 試験片は 1016 MPa で降伏後、引張強度 1243 MPa に達し、約 32% の高い破断ひずみを示した。一方で、N 試験片の降伏強度および引張強度は、それぞれ 1221 MPa、1598 MPa と高い値を示したが、破断ひずみは 11% と低かった。同様に、P 試験片の降伏強度と引張強度は 1254 MPa、1614 MPa と高い値を示したが、破断ひずみは 21% と高く、N 試験片と P 試験片の間で顕著な違いが認められた。

引張試験後の試験片表面を SEM 観察した結果を示す。また、破面から離れた評価部の ECC 像、ならびに EBSD 解析で取得した評価部の極点図も併せて示す。極点図は、約  $10^\circ$  の方位差を有する 3 組のサブブロックごとに色付けしている<sup>15)</sup>。I 試験片で

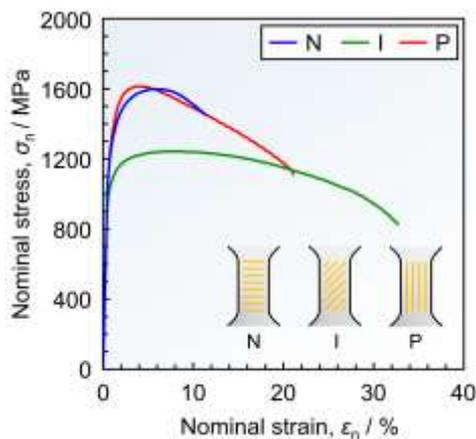


Fig. 2. Stress-strain curves for the N, I and P specimens.

は、荷重軸に対して約  $45^\circ$  の方向に破断し、明確なくびれが観察された。引張変形による結晶方位回転の影響が小さいと考えられる破面から離れた評価部の ECC 像では、試験前に取得した (110) 極点図から抽出した晶癖面方位と一致するすべり痕が観察された。一方で、N 試験片では、荷重軸に対してほぼ垂直に破断し、くびれはほとんど観察されなかった。破面から離れた評価部の ECC 像では、晶癖面を横切るすべり痕が観察され、その方向はシュミット因子が比較的大きい (110) 面と一致していた。同様に、P 試験片も荷重軸に対して垂直に破断していたが、N 試験片よりもくびれが大きかった。破面から離れた評価部の ECC 像では、晶癖面を横切るすべり痕が観察され、シュミット因子が比較的大きい (112) 面と一致していた。

引張破面を SEM 観察した結果を Fig. 4 に示す。I 試験片では、最大せん断応力方向に沿って伸長したディンプルが観察された。これに対し、N 試験片では浅くフラットなディンプル、P 試験片では深く微細なディンプルが観察された。

先行研究<sup>8-11)</sup>において、ラスマルテンサイト組織の降伏挙動は晶癖面方位に強く依存することが明

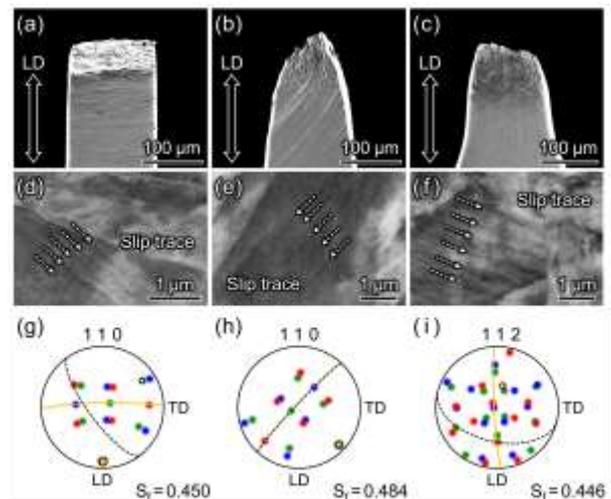


Fig. 3. SEM images of the side surfaces of the specimens after tensile fracture of the (a) N, (b) I, and (c) P specimens. (d-f) ECC images of the same specimens obtained from regions away from the fracture surface. (g, h) (110) pole figures for the N and I specimens and (i) (112) pole figure for the P specimen.  $S_f$  represents the Schmid factor corresponding to the observed slip traces in (d-f).

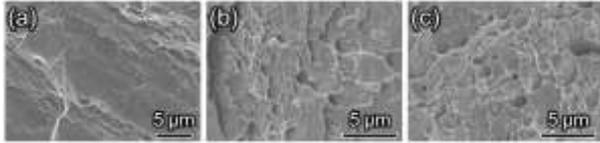


Fig. 4. SEM images of tensile fracture surfaces of the (a) N, (b) I, and (c) P specimens.

らかになっている。具体的には、ラスマルテンサイト的活動すべり系には異方性があり、晶癖面に対してすべり方向が平行なラス面内すべりと、平行でないラス面外すべりが存在する。この2つの活動すべり系は臨界分解せん断応力 (CRSS) が異なり、ラス面内すべりと比較して、ラス面外すべりの方が CRSS は高い<sup>8,9)</sup>ことが報告されている。この異方性を考慮すると、I 試験片では、すべり痕は晶癖面と一致しており、ラス面内すべりが活動したことで引張変形の早期段階で降伏し、引張強度が低下したのに対し、N および P 試験片では、すべり痕は晶癖面を横切ったラス面外すべりが活動したため、降伏強度と引張強度が高くなったと考えられる。ただし、N および P 試験片の降伏強度および引張強度が同程度であったにもかかわらず、破断ひずみに顕著な差が認められた。これは、降伏後の変形挙動が、すべり伝達の違いに加えて、その後のボイド成長および合体とも関係していることに起因すると考えられる。Fig. 4 で示した N および P 試験片の破面形態の差異は、ボイド成長・合体過程の違いを直接反映している。N 試験片では、破面は浅く平坦なディンプルから構成されており、引張方向へのボイド成長がほとんど進行しない状態で破断に至ったのに対し、P 試験片では、深く微細なディンプルが観察されたことから、引張方向へのボイド成長が抑制されることなく進行し、破断に至ったことを示唆される。これは、N 試験片では、ブロックが引張方向に対して垂直に配置されており、幾何学的拘束を受けることで引張方向へのボイドの成長が十分に経られなかったのに対し、P 試験片では、ブロックが引張方向に対して平行に配置されており、引張方向へのボイド成長が抑制されなかったため、N 試験片よりも破断ひずみが増加したと考えられる。

### 3.2 晶癖面方位が疲労特性に及ぼす影響

疲労試験によって得られた応力振幅-疲労寿命

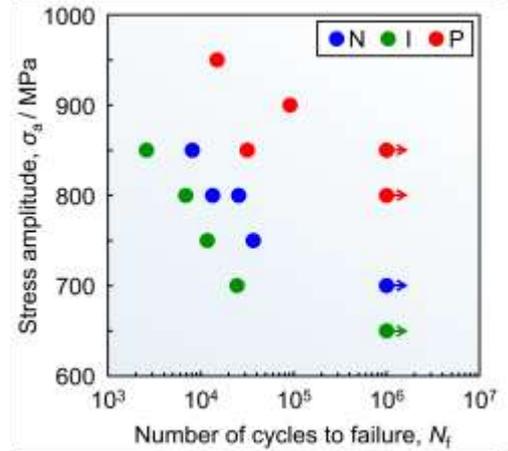


Fig. 5. Stress amplitude versus number of cycles to failure (S-N) curves for the N, I, and P specimens.

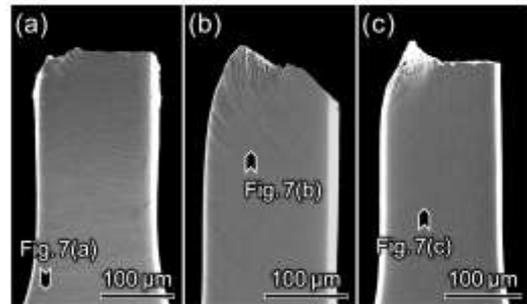


Fig. 6. SEM images of the side surfaces of the specimens after tensile fracture of the (a) N, (b) I, and (c) P specimens.

(S-N) 曲線を Fig. 5 に示す。引張試験と同様に、荷重軸と晶癖面方位によって疲労特性に有意差が認められた。I 試験片では疲労強度が最も低くなり、N 試験片では、I 試験片よりも僅かに疲労強度が高くなった。これに対し、P 試験片では顕著に高い疲労強度を示した。N、I、P 試験片の疲労限度は、それぞれ 650 MPa、700 MPa、850 MPa であった。

疲労試験後の試験片表面を SEM 観察した結果を Fig. 6 に示す。巨視的には、N および I 試験片は晶癖面に平行に破断したのに対し、P 試験片では晶癖面に垂直に破断した。一方で、すべての試験片において、破面とは離れた位置で微小き裂が観察された。Fig. 7 に、微小き裂周辺で観察された ECC 像、ならびに同一領域から得られた EBSD カラーマップおよび極点図を示す。N 試験片では、晶癖面に平行なブロック境界でき裂が発生・進展しており、そのブロックは、対称的に配置された晶癖面を横切るすべり系が活動していた。I 試験片では、晶癖

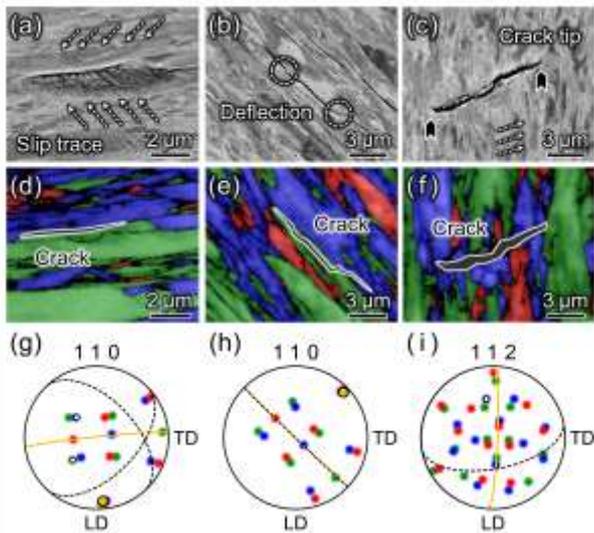


Fig. 7. (a–c) ECC images of microcracks observed in regions away from the fatigue fracture surface. (d–f) Colour-coded EBSD maps of the same regions. (g, h) (110) pole figures for the N and I specimens and (i) (112) pole figure for the P specimen, corresponding to the crack profiles.

面に平行なき裂がブロック内部で発生し、僅かに偏向しながら進展していた。P 試験片では、(112) 面に対応するラス面外すべりに沿ったき裂が発生しており、ブロックあるいはサブブロック境界で停留していた。

疲労破面を SEM 観察した結果を Fig. 8 に示す。いずれの試験片においても、引張破面とは明確に異なっており、破面はストライエーション状の模様で覆われていた。しかし、晶癖面方位によって破面形態に明確な違いが認められた。N 試験片では、段階状の起伏と平坦な領域が混在する破面を呈しており、平坦な領域には不明瞭なすべり痕が残存していた。これは、Fig. 7 で観察された晶癖面を横切るすべり系に対応していた。I 試験片では、晶癖面にほぼ平行に破面は傾斜していたが、比較的平坦な領域では N 試験片と類似の不明瞭なすべり痕が観察された。これは、最大せん断応力を受けるラス面内すべり系と、もう 1 つの最大せん断応力方向に活動するラス面外すべり系に対応していた。一方で、P 試験片では、線状の段差が連続的に配列した特徴的な破面を呈しており、き裂が停留した痕跡や二次き裂も観察された。

晶癖面方位に依存したすべり挙動およびき裂発



Fig. 8. SEM images of fatigue fracture surfaces of the (a) N, (b) I, and (c) P specimens.

生・進展の違いから力学特性の違いを考察する。N 試験片では、対称的に配置された晶癖面を横切るすべり系が交互に活動することで、ブロック境界に沿ったき裂の発生・進展が生じていた。これに対し、I 試験片では、晶癖面にほぼ平行で活動しやすいラス面内すべり系が最大せん断応力を受けて活動しており、き裂が発生・進展しやすい状況にあつたため、N 試験片よりも疲労強度が低下したと考えられる。なお、Fig. 7 で示したように、き裂は僅かに偏向しながら進展していたことから、I 試験片では、ラス面内すべりの連続的なせん断変形によってき裂が進展するだけでなく、必要に応じてラス面外すべりが生じる<sup>16,17)</sup>ことでき裂偏向が生じたと考えられる。一方で、P 試験片は、N 試験片と同様に、ラス面外すべり系が高い分解せん断応力を受けて活動し、き裂が発生・進展していたが、N 試験片と比較して顕著に高い疲労強度を示した。この疲労強度の差異は、晶癖面方位に起因するき裂進展抵抗の違いによるものと考えられる。ラスマルテンサイト組織では、き裂先端におけるラス面内すべりとラス面外すべりの活動様式の違いによってき裂進展抵抗が大きく変化する<sup>16-18)</sup>ことが報告されているが、とくにき裂が晶癖面を横断する方向に進展する場合には、ラス面外すべりに起因する損傷蓄積が支配的となり、き裂進展抵抗が顕著に高くなる傾向がある。本研究において、Fig. 7 に示したように、P 試験片ではき裂がブロック境界あるいはサブブロック境界で停留する挙動が確認された。このようにき裂進展が一時的に抑制されると、き裂は単純な開口あるいはせん断によって直接的に進展するのではなく、ラス面外すべりの活性化を伴う損傷蓄積を経て進展する必要がある。実際に、Fig. 8 に示すように、P 試験片の破面上には二次き裂が形成されており、これはラス面外すべりに支配された損傷蓄積型のき裂進展を反映したものと考えられる。すなわち、P 試験片では、き裂進展抵抗の増大に起因して疲労強度が著しく上

昇したと考えられる。

#### 4. 結言

本研究では、低炭素鋼ラスマルテンサイトを対象に、評価部が単一パケットで構成されたメゾスケール試験片を用いて、晶癖面方位が引張特性および疲労特性に及ぼす影響を調査した。得られた主な知見を以下に示す。

1. 引張特性は晶癖面方位に強く依存した。晶癖面法線が荷重軸となす角が  $45^\circ$  の場合には、ラス面内すべりが優先的に活動し、早期降伏により引張強度が低下した。一方、晶癖面法線が荷重軸となす角が  $0^\circ$  および  $90^\circ$  の場合には、ラス面外すべりが支配的となり、高い降伏強度および引張強度を示した。これらの試験片間で認められた破断ひずみの差異は、ブロック配向に起因するボイド成長・合体挙動の違いに対応していた。
2. 疲労特性においても、晶癖面方位に起因する顕著な異方性が認められた。晶癖面法線が荷重軸となす角が  $45^\circ$  の場合には、ラス面内すべりが容易に活動し、ブロック内部でき裂が発生・進展しやすく、低い疲労強度を示した。晶癖面法線が荷重軸となす角が  $0^\circ$  の場合には、ラス面外すべりが支配的となり、き裂は晶癖面に平行なブロック境界に沿って進展した。一方、晶癖面法線が荷重軸となす角が  $90^\circ$  の場合には、晶癖面を横断する方向へのき裂進展が生じ、ブロックあるいはサブブロック境界における停留を伴いながら進展した。このような進展過程では、ラス面外すべりに起因する損傷蓄積が進行し、き裂進展抵抗が増大した結果、著しく高い疲労強度を示した。

#### 文献

1) G. Krauss and A.R. Marder: *Metall. Trans. A*, **2** (1971), 2343–2357.

- 2) H. Kitahara, R. Ueji, N. Tsuji and Y. Minamino: *Acta Mater.*, **54** (2006), 1279–1288.
- 3) S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi and T. Maki: *Acta Mater.*, **51** (2003), 1789–1799.
- 4) S. Morito, X. Huang, T. Furuhashi, T. Maki and N. Hansen: *Acta Mater.*, **54** (2006), 5323–5331.
- 5) C.C. Kinney, K.R. Pytlewski, A.G. Khachaturyan and J.W. Morris Jr.: *Acta Mater.*, **69** (2014), 372–385.
- 6) G. Dehm, B.N. Jaya, R. Raghavan and C. Kirchlechner: *Acta Mater.*, **142** (2018), 248–282.
- 7) J. Ast, M. Ghidelli, K. Durst, M. Göken, M. Sebastiani and A.M. Korsunsky: *Mater. Des.*, **173** (2019), 107762.
- 8) Y. Mine, K. Hirashita, H. Takashima, M. Matsuda and K. Takashima: *Mater. Sci. Eng. A*, **560** (2013), 535–544.
- 9) C. Du, J.P.M. Hoefnagels, R. Vaes and M.G.D. Geers: *Scr. Mater.*, **116** (2016), 117–121.
- 10) K. Kwak, Y. Mine and K. Takashima: *Mater. Sci. Eng. A*, **674** (2016), 105–116.
- 11) K. Kwak, Y. Mine, S. Morito, T. Ohmura and Kazuki Takashima: *Mater. Sci. Eng. A*, **856** (2022), 144007–144007.
- 12) S. Ueki and S. Morito: *Scr. Mater.*, **255** (2025), 116389.
- 13) K. Okada, A. Shibata, T. Sasaki, H. Matsumiya, K. Hono and N. Tsujii: *Scr. Mater.*, **224** (2023), 115043.
- 14) K. Okada, Y. Watase, M.-h. Park, K. Tsuzaki and A. Shibata: *Acta Mater.*, **303** (2026), 121683.
- 15) Y. Ishimoto, M. Michiuchi, S. Nambu, K. Asakura, J. Inoue and T. Koseki: *J. Jpn. Inst. Met.*, **73** (2009), 720–727.
- 16) S. Ueki, T. Matsumura, Y. Mine, S. Morito and K. Takashima: *Scr. Mater.*, **173** (2019), 80–85.
- 17) S. Ueki, T. Matsumura, Y. Mine and K. Takashima: *Mater. Sci. Eng. A*, **773** (2020), 144007.
- 18) S. Ueki, T. Matsumura, Y. Mine, X. Lu, Y.L. Chiu, P. Bowen and K. Takashima: *Scr. Mater.*, **203** (2021), 114045.

## 第四章

# 複相鋼における塑性損傷

# 複相鋼における塑性損傷

## 1. はじめに

複相組織において最も特徴的に現れる損傷、それは各相の強度差に由来する不均一塑性変形と異相境界での損傷発達である。複相鋼では、①異相境界があることで、単相組織に比べて微視的なひずみ適合性が悪くなる、②軟質相に囲まれた硬質相は、単相のときとは異なり、その形状に依存した応力集中ならびに塑性ひずみの集中が起こる、といった塑性損傷に直接的に関わる二つの特徴が内包されている。例えば、実用的に使用されているフェライト-マルテンサイト二相鋼ではフェライトに塑性変形が集中し、特にフェライト-マルテンサイト境界のフェライト側に変形が集中する。これに関連して境界部だけではなく、マルテンサイトのくびれ部などでも変形が集中し、組織境界やマルテンサイトの応力集中部にてポイドや微小き裂などの損傷が発生する。それら損傷の数密度やサイズは変形とともに増大し、最終的には延性破壊へとつながるため、塑性加工限界（引張試験では局部伸び）の改善のためには複相鋼ならではの損傷発達を理解することが不可欠である。

複相組織の塑性誘起損傷には不明点が多いものの、上述の微視的損傷発達を抑制するためには、基本的に以下の3つのどれかを制御する必要がある。①隣接する異なる二相間の強度差を小さくし、変形の適合性をよくする。②硬質相の形態を制御し、塑性変形の不均一性を低減する。③発生した損傷を隣接する軟質相でアレストする。①と②は硬質相に関連する損傷発生を抑制する指針であり、③は発生した微小損傷がその後延性破壊に直結しないようにする組織設計指針であり、特に水素脆化や低温脆性など硬質相における損傷発生が避けられないときに重要である。これら3種の制御指針を精緻化するためには、不均一変形の解析手法の発展、微視的損傷の形状および体積率のひずみに対する変化量の定量解析法の検討、な

らびにそれら不均一変形や損傷発達の定量データを再現するシミュレーション法の開発が要求される。特に、損傷発達挙動は応力場依存性が大きく、計算と実験の両面から三次元的な損傷発達の本性を明らかにすることが希求されている。

## 2. 複相鋼グループにおける研究展開

複相鋼グループでは、主にフェライト-マルテンサイト二相鋼を対象とし、(1)微視的な局所変形解析、(2)断面観察による二次元的損傷（ポイド）解析と Computed tomography による三次元損傷解析、(3)結晶塑性有限要素法（CP-FEM）に基づく塑性由来の損傷シミュレーション、の三つを当初主軸として研究を進めた。(1)は損傷の前駆現象の実態解明、(2)は損傷発達の定量的な三次元情報の抽出および二次元情報との相違の議論、(3)は(2)との比較・検討を見込んだ解析、を期待した。また、これからの発展が大きく期待される機械学習にも着目し、「FEM 解析結果」と「微視的三次元観察像」の同化・学習による変形の逆解析にも取り組んだ。さらに、今後の発展も見込み残留オーステナイトなどのフェライト、マルテンサイト以外の相も含む複相鋼も一部解析対象とした。複相鋼はラスマルテンサイトを含む複相組織であるので、本研究会の中で最も複雑な組織を取り扱っているため、メカニズムの直接的な解明という方向を目指して舵を切っていない。しかし、実用問題により直接かかわる成果が諸々得られておりその情報の共有は基礎的研究分野も多大にインスパイアしたものと考える。次ページより複相鋼グループの成果を紹介する。

### 複相鋼グループメンバー（五十音順）

興津貴隆（本田技研）、小貫祐介（東京電機大）、清水一行（鳥取大学）、白岩隆行（東京大学）、北條智彦（東北学院大）、平出隆志（JFE スチール）、松野崇（鳥取大学）、森川龍哉（九州大学）

# 4D analysis of damage mechanisms in ductile fracture of quenched and tempered DP steels using synchrotron X-ray microtomography

清水一行<sup>a)</sup>、石田響揮<sup>b)</sup>、鎌田康寛<sup>b)</sup>、北條智彦<sup>c)</sup>、小山元道<sup>d)</sup>、上相真之<sup>e)</sup>、竹内晃久<sup>e)</sup>、松野崇<sup>a)</sup>

- a) 鳥取大学 工学部
- b) 岩手大学 理工学部
- c) 東北学院大学 工学部
- d) 東北大学 金属材料研究所
- e) 高輝度光科学研究センター

## 1. Introduction

In modern industries, high-strength steels have become indispensable materials, finding extensive applications from the automotive sector to energy due to their exceptional mechanical properties<sup>1,2)</sup>. Ensuring the structural integrity of these steel s necessitates a profound understanding of ductile fracture mechanisms. Ductile fracture typically progresses through three stages: the initiation (nucleation), growth, and coalescence of voids<sup>3-5)</sup>. Although advanced high-strength steels like dual-phase (DP) and TRIP steels offer a favorable balance of high strength and ductility<sup>6,7)</sup>, their complex microstructures make it difficult to predict fracture behavior by strongly influencing damage evolution<sup>8,9)</sup>. Conventional two-dimensional observation techniques have proven insufficient for comprehensively capturing the three-dimensional behavior of voids propagating within the material or the intricate interactions between stress states and microstructures. The interior of a material is typically under a triaxial stress state close to plane strain, which is significantly different from the plane stress state at the free surface<sup>5,10)</sup>. Relying exclusively on surface examination is inadequate for a correct evaluation of the bulk damage, because the differing stress state fundamentally alters the way voids nucleate and develop.

Recent advancements in X-ray computed tomography (CT) have provided novel insights for damage assessment in materials science<sup>11-13)</sup>. This non-destructive, three-dimensional observation technique has the unique capability to track the dynamic processes of void nucleation, growth, and coalescence in-situ during tensile deformation,

providing quantitative information on the spatiotemporal evolution of damage<sup>14)</sup>. By utilizing X-ray CT, internal damage behavior can be directly visualized, enabling exploration of damage mechanisms from various perspectives, such as strain distribution and microstructural heterogeneity.

Previous tomographic studies have extensively investigated the damage behavior of various heterogeneous microstructure steels. For instance, Chen et al. reported that in DP800 dual-phase steel, voids primarily nucleated within the martensite phase, and while individual voids grew significantly (by a factor of 10), the average void size of the population only doubled due to continuous nucleation of new, smaller voids<sup>15)</sup>. They also noted that voids elongated under low stress triaxiality but dilated more isotropically as necking increased triaxiality. Toda et al. observed that void nucleation in dual-phase stainless steel and ferrite/martensite DP steel occurred at various sites, including martensitic cracking and ferrite/martensite interfaces, with voids originating from martensitic cracking exhibiting characteristic shear-dominated growth under macroscopic loading<sup>16,17)18)</sup>. Azizi et al. utilized ex-situ X-ray CT to reveal a unique form of multiple cup-and-cone fracture features and damage evolution along shear bands in architected ultra-high strength DP steels with composition and deformation gradients<sup>19)</sup>. Furthermore, Toda et al. explored the influence of mechanically induced martensitic transformation on damage in TRIP steels using multimodal X-ray nanotomography, demonstrating that the strong influence of complex martensite grain shapes on damage susceptibility<sup>20)</sup>.

The literature, however, lacks a comprehensive in-situ 3D comparison of martensite microstructure and ductile damage mechanisms between as-quenched (As-Q) and quenched-and-tempered (Q-T)

conditions. This study provides a quantitative 4D in-situ synchrotron X-ray computed tomography comparison of DP steels under As-Q and Q-T heat treatments. From the CT datasets we extract the initiation strain and spatial coordinates of every void and perform statistical 3D analyses to link these events quantitatively with local mechanical parameters. By relating heat-treatment-induced changes in the ferrite–martensite hardness mismatch to void nucleation timing, spatial distribution, and growth anisotropy, we discuss the driving forces that control void formation and subsequent damage evolution.

## 2. Experimental Procedure

### 2.1 Specimens

The material used in this study was a ferrite–martensite DP steel. Its chemical composition was 0.2% C, 1.48% Si, 1.5% Mn, 0.042% Al, 0.0022% S, 0.0015% N, and P < 0.005%, in mass percent. The material was subjected to two different heat treatments. The first condition was the as-quenched (As-Q) state, achieved by austenitizing specimens in a salt bath at 780 °C for 1200 s and subsequent oil-quenching. The second condition was the quenched-and-tempered (Q-T) state, where the As-Q specimens were tempered at 500°C for 3600 s, followed by air cooling. To evaluate the microstructure after the heat treatment, microstructural observations were conducted using the electron backscattered diffraction (EBSD) technique. A field-emission scanning electron microscope (SEM) was used to acquire crystal orientation data at an accelerating voltage of 20 kV and with a step size of 0.1 μm. The data obtained were analyzed to generate inverse pole ure (IPF) maps and phase distributions.

Miniature tensile specimens with the geometry shown in Fig. 1 were machined from the As-Q and Q-T steel plates. The gauge section of the specimens had a diameter of 0.5 mm and a length of 0.8 mm.

### 2.2 Experiments and image analysis

The 4D in-situ tomographic observation of the internal damage process was performed at BL20XU of the SPring-8<sup>21)</sup>. The experimental setup consisted of a monochromatic X-ray beam (energy: 37.7 keV), a X-ray image detector, and a tensile testing stage capable of displacement control. A specimen was mounted on the tensile stage and loaded intermittently from an unloaded state until fracture. At each strain level, the tensile deformation

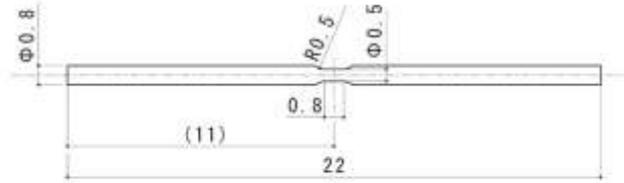


Fig. 1 Geometry of the specimen used for the in-situ tensile test with synchrotron radiation X-ray CT. The gauge length is 0.8 mm, and the diameter is 0.5 mm.

was paused, and a series of 1800 projection X-ray images were acquired while rotating the specimen over 180 degrees. The spatial resolution of the reconstructed CT images was 1.0 μm, which was similar to that reported previously<sup>22)</sup>. The series of projection images obtained from the experiment were reconstructed using a filtered back-projection algorithm to create 3D CT volume data for each strain step<sup>23)</sup>. After in-situ experiments, the fracture surfaces of specimens were observed by using a SEM at the acceleration voltage of 15 kV, and the cross-section near the fracture surface was also observed by SEM at an acceleration voltage of 30 kV.

Image analyses were performed on obtained 4D CT dataset. First, for void visualization and quantification, the reconstructed CT images were processed with a noise-reduction filter, followed by a thresholding technique based on grayscale intensity to segment the void regions from the matrix. For each segmented void, 3D morphological parameters such as volume, centroid coordinates, and surface area were calculated. Second, to identify the nucleation stage of voids, a microstructural feature tracking technique<sup>24,25)</sup> and a reverse tracking method<sup>17)</sup> were employed. For every void identified in reconstructed CT data, its evolution was tracked backward through the preceding strain steps to pinpoint the strain of its nucleation,  $\epsilon_a^{ini}$ . This involves identifying the same void in a series of CT data and tracking it in reverse chronological order. This method allows the analysis to focus only on voids newly formed at specific strain levels. Third, to assess the growth anisotropy of the formed voids, the projection length along the tensile loading direction (Z-axis),  $L_z$ , and the projection length onto the perpendicular plane (XY-plane),  $L_{xy}$ , were computed for each void. Finally, to evaluate the relationship between local plasticity and void evolution, the 3D displacement field inside the material was calculated using a microstructural feature tracking technique<sup>24,25)</sup>. Inclusion particles, as visualized in CT images, were used as marker particles for calculating local strain components. The local equivalent strain,  $\epsilon_{eq}$ , was analyzed from their

physical displacement during deformation.

### 3. Results

#### 3.1. Initial Microstructure and Macroscopic Mechanical Behavior

Fig. 2 presents the IPF maps of the tensile direction in the initial microstructures of the (a) As-Q and (b) Q-T steels, obtained by EBSD. Both specimens exhibit a common DP steel structure<sup>26,27</sup>, characterized by a ductile ferrite matrix with dispersed, hard, blocky martensite islands. While no significant differences in the average grain sizes of ferrite and martensite were observed between the two conditions, the Q-T tended to have slightly finer ferrite grains compared to the As-Q.

Fig. 3(a) shows the nominal stress-nominal strain (applied strain) curves obtained from the in-situ tensile tests, clearly indicating the differences in the macroscopic mechanical response of the two specimens. The As-Q steel exhibited a high ultimate tensile strength (UTS) of 1208 MPa, but its fracture strain was limited to a relatively low value of 0.27 of applied strain,  $\epsilon_a$ . The stress-strain curve of As-Q is characterized by steep work hardening immediately after yielding, reaching the UTS at an early stage. In contrast, the Q-T steel had a lower UTS of 901 MPa, 25% lower than the As-Q steel, but it achieved a superior fracture strain of 0.44 of  $\epsilon_a$ , which is 1.6 times that of the As-Q steel. The curve for the Q-T

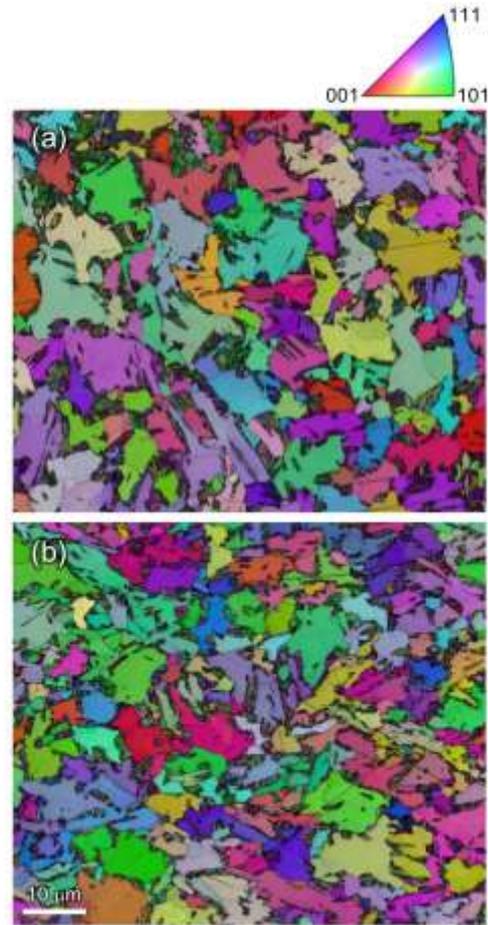


Fig. 2 IPF maps of the (a) As-Q and (b) Q-T materials, obtained via EBSD analysis. Both microstructures consist of micron-sized martensite islands dispersed within the ferrite matrix.

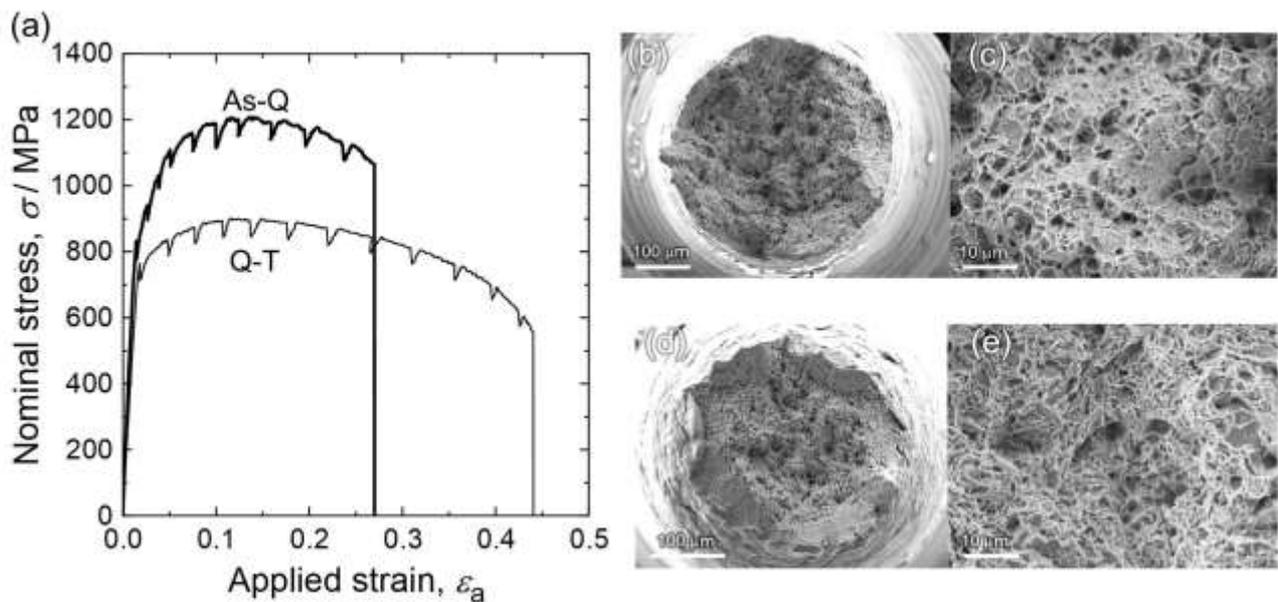


Fig. 3 Mechanical behavior and fractography of the As-Q and Q-T materials. (a) Nominal stress- applied strain curves from in-situ tensile tests. The periodic stress drops correspond to stress relaxation during holds for CT scanning. (b, c) Low and high magnification SEM images of the fracture surface of the As-Q material. (d, e) Corresponding fracture surface images for the Q-T material. Both materials exhibit a typical dimpled fracture surface, indicative of ductile fracture.

steel shows more gradual work hardening that persists over a wide strain range and is particularly notable for its significant elongation after reaching the UTS, i.e., after the onset of necking. Incidentally, the periodic drops in stress observed in the curves of Fig. 3(a) correspond to stress relaxation phenomena that occurred while the displacement was held for CT scanning.

The fractographs of the As-Q and Q-T steels using SEM are shown in Figs. 3(b-e). Both steels are covered with microscopic dimples, which is a typical feature of ductile fracture. However, there are differences in the morphology of these dimples. The fracture surface of the As-Q steel shows a uniform distribution of relatively small and shallow dimples (Figs. 3(b) and (c)), whereas the fracture surface of the Q-T specimen shows a mixture of larger and deeper dimples (Figs. 3(d) and (e)). This difference suggests a variation in the internal void growth behavior, which will be described later.

### 3.2. Void Nucleation Behavior

Prior to the 3D statistical analysis, a virtual cross-section corresponding to the mid-height of the gauge section was extracted from each CT dataset to qualitatively examine the early morphology and growth direction of voids, as shown in Fig. 4. In the As-Q steel, microvoids begin to appear over a wide region shortly after approaching the UTS ( $\varepsilon_a=0.124$ ), and these voids tend to open predominantly in the direction perpendicular to the loading axis. In contrast, the Q-T steel exhibits only limited void formation up to this stage, and the few voids that do appear are characteristically elongated along the tensile axis, reflecting their stable growth in concert with the surrounding plastic flow. These qualitative observations are consistent with the anisotropic growth tendencies and spatial localization trends revealed by the subsequent 3D analyses, providing direct visual evidence of the distinct damage mechanisms operating in the two heat-treated steels.

Figs. 5 (a) and (b) present a time-series of the 3D distribution of internal voids (displayed in red) at representative strain levels, as captured by the in-situ observation. This 4D data visually reveals that the damage evolution modes are dramatically different in the As-Q (Fig. 5(a)) and Q-T (Fig. 5(b)) steels. In the As-Q steel, the number of voids is small and sporadic from the initial deformation up to the UTS strain ( $\varepsilon_a = 0.124$ ). However, the damage tendency changes completely after the UTS is exceeded. As  $\varepsilon_a$  reaches 0.196, the number of voids increases significantly and begins to spread throughout the central region of the gauge section. Then, in the stage

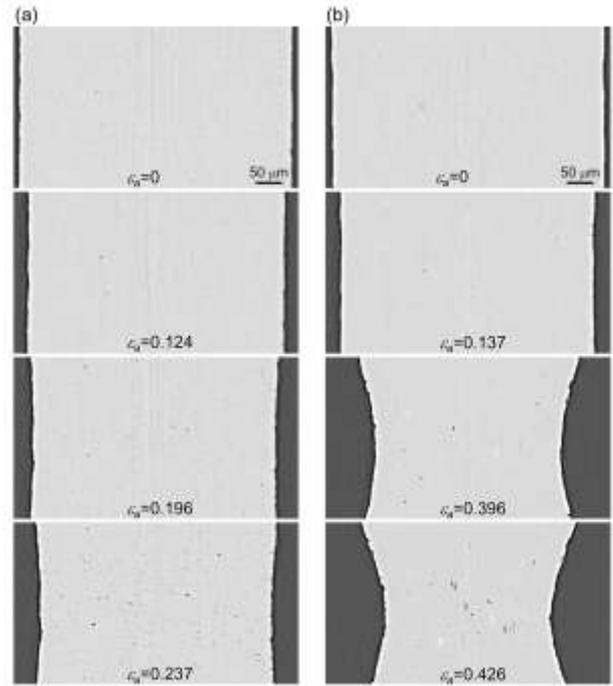


Fig. 4 Two-dimensional virtual cross-sectional images of the As-Q and Q-T steels at representative strain levels, reconstructed from the CT datasets. A consistent plane at the gauge-section mid-height is extracted to visualize the evolution of voids during deformation. The As-Q steel shows an increasing number of voids distributed over a broad region after exceeding the UTS ( $\varepsilon_a=0.124$ ), whereas the Q-T steel exhibits limited voiding until a rapid nucleation event localized within the neck just before fracture ( $\varepsilon_a=0.426$ ).

just before fracture ( $\varepsilon_a = 0.237$ ), these voids further multiply, forming a dense cloud-like distribution over a considerable volume in the gauge center. At this point, the specimen currently displays moderate necking.

A markedly different pattern of damage evolution is observed in the Q-T steel. Not only at the UTS strain ( $\varepsilon_a = 0.137$ ) but also at a much larger strain of 0.396, void formation remains limited. At the stage just before fracture ( $\varepsilon_a = 0.426$ ), voids suddenly form in the narrowest part of a developed neck, where they are highly concentrated. In stark contrast to the As-Q steel, damage occurs in a very localized region just prior to fracture.

To quantify this difference in the spatial distribution of voids, the profiles of the local void volume fraction,  $V_{lf}$ , of As-Q and Q-T steels along the tensile axis are shown in Figs. 5(c) and (d), respectively. It is mutual to both steels that the peak value of the profile increases with deformation and rises sharply just before fracture (red lines). The peak value itself just before fracture is not orders of magnitude different between the two: 0.92% for As-

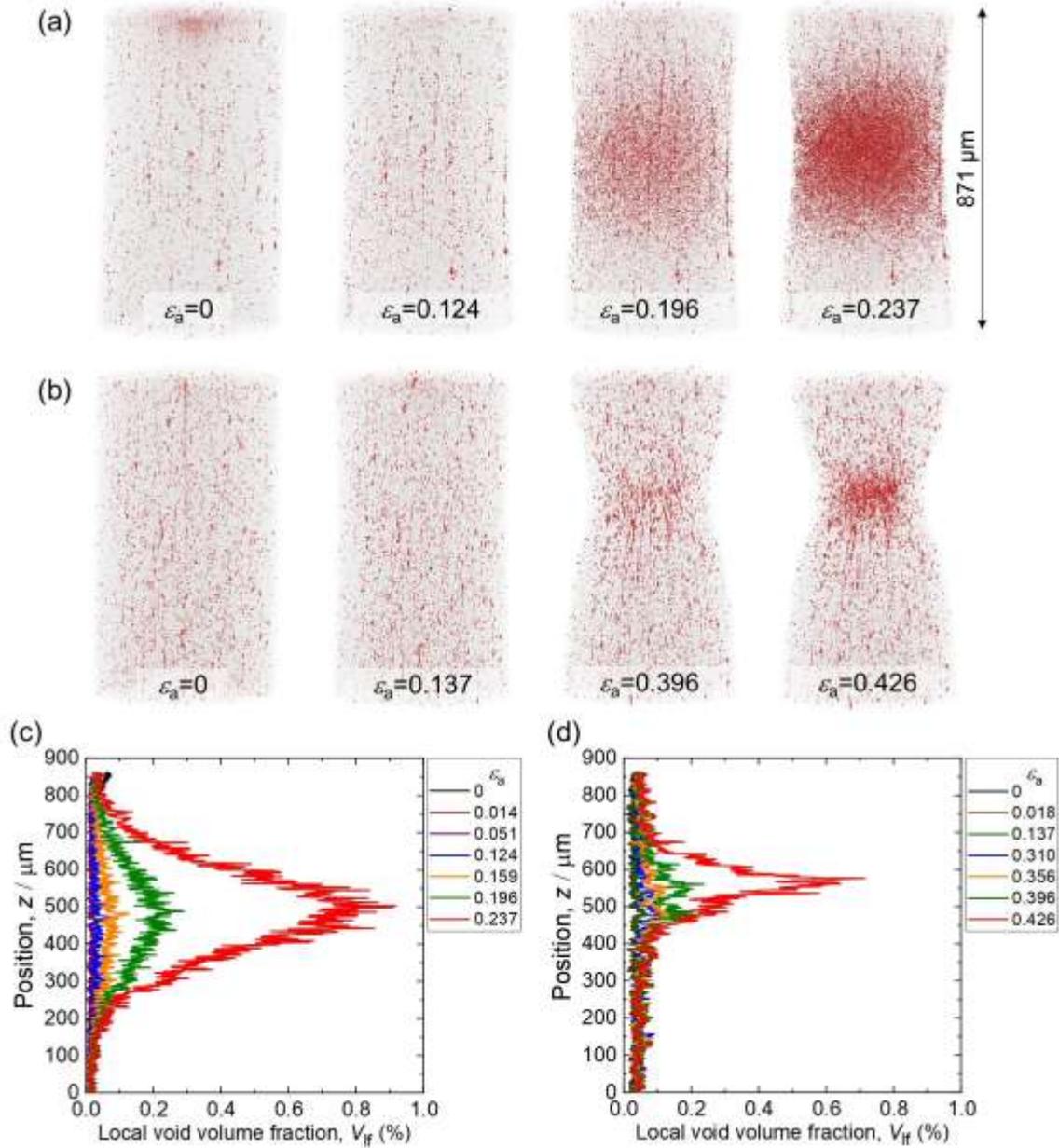


Fig. 5 3D rendered visualizations of internal voids from CT data for (a) As-Q and (b) Q-T materials at various applied strains ( $\epsilon_a$ ). Voids are shown in red. Note that features visible at  $\epsilon_a=0$  are pre-existing inclusions. (c, d) Local void volume fraction profiles along the tensile axis (Z-direction) for As-Q and Q-T, respectively. The blue and red lines denote the profiles at the ultimate tensile strength and just prior to fracture, respectively.

Q and 0.72% for Q-T. However, the difference in the profile shape is essential. The profile for the As-Q steel has a broad, almost trapezoidal shape, with the region of high  $V_{lf}$  extending over several hundred micrometers in the Z-direction. On the other hand, a very sharp peak was observed in the characteristic curve of the Q-T steel, indicating that the damage was concentrated in a narrow region with severe necking.

Note that the red features visualized in the no-load stage in Figs. 5(a) and (b) are presumed to be inclusions rather than voids. The difference in X-ray

absorption coefficients between voids and inclusions is much smaller than that of iron<sup>28,29)</sup>, so this X-ray imaging used in this study cannot separate inclusions and voids. It is obvious that inclusions do not grow under tensile deformation at room temperature, which does not affect the interpretation of Fig. 5.

Fig. 6 plots the evolution of the volume fraction for groups of voids, categorized by their nucleation strain,  $\epsilon_a^{ini}$ , using only the voids newly initiated during deformation as identified by the reverse tracking method<sup>17)</sup>. This analysis allows for a quantitative assessment of when and how many

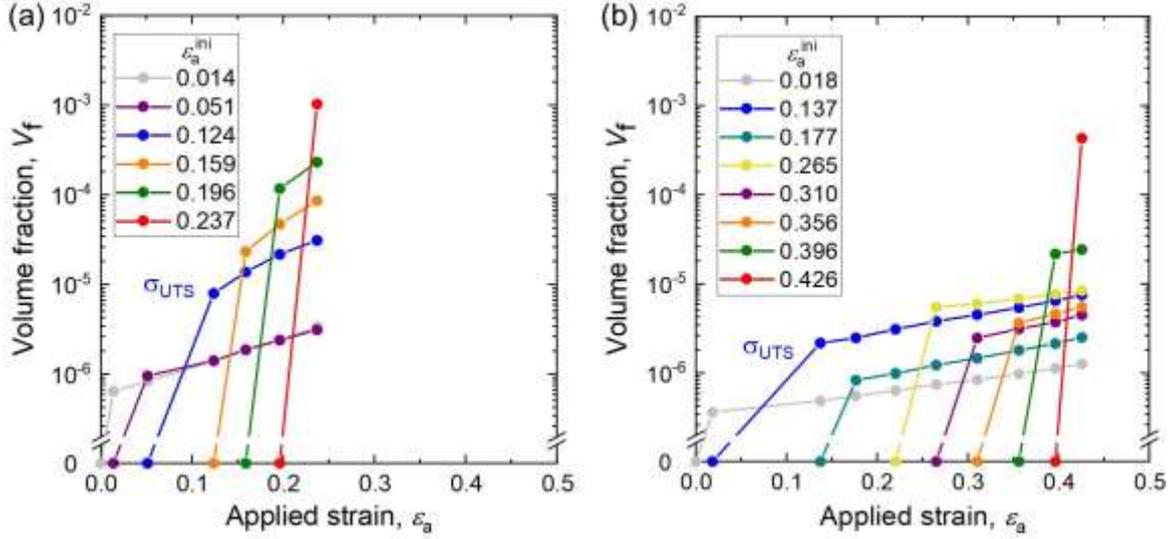


Fig. 6 Evolution of void volume fraction for voids in (a) As-Q and (b) Q-T, categorized by their nucleation strain,  $\epsilon_a^{ini}$ . The nucleation strain for each void was identified using a reverse tracking method<sup>(17)</sup>. Each curve shows the volume fraction evolution for a cohort of voids that nucleated at a specific applied strain,  $\epsilon_a^{ini}$ .

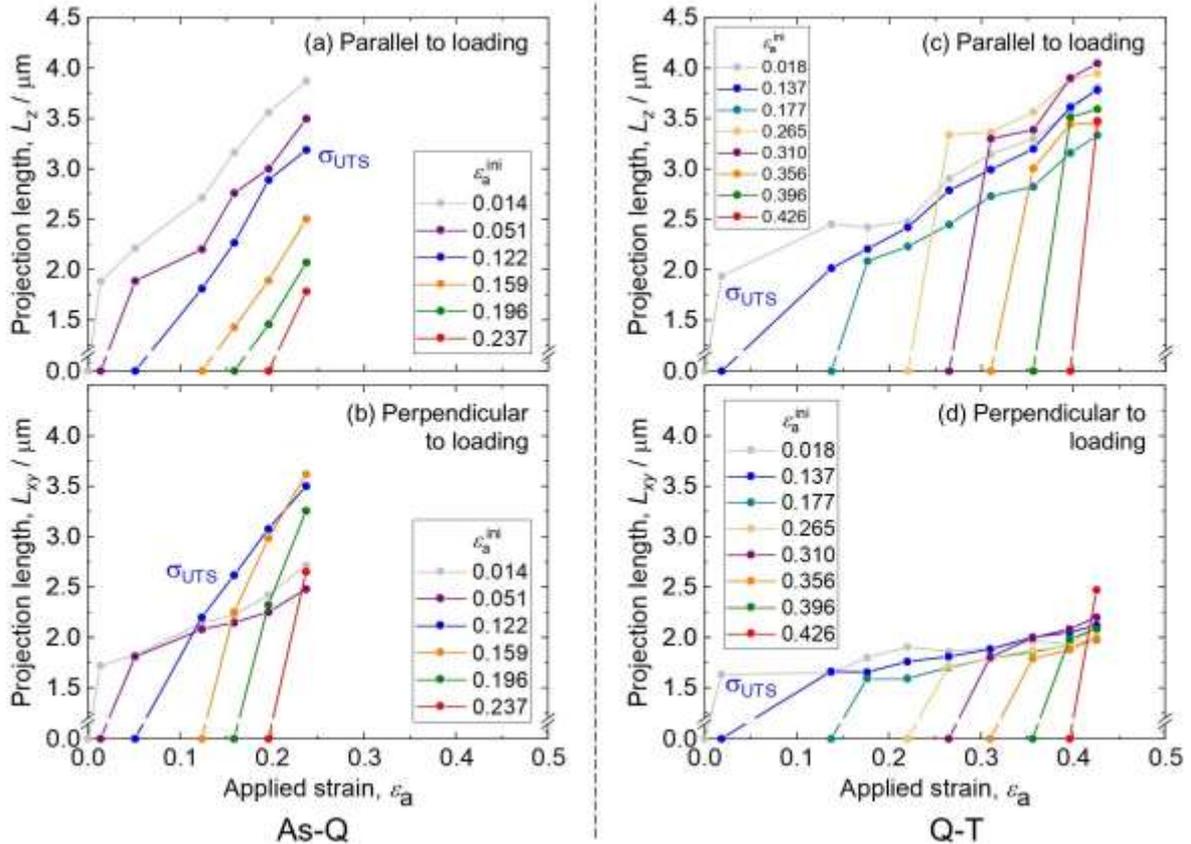


Fig. 7 Analysis of void growth anisotropy in (a, b) As-Q and (c, d) Q-T. The plots show the average void projection length versus applied strain, resolved (a, c) parallel ( $L_z$ ) and (b, d) perpendicular ( $L_{xy}$ ) to the tensile axis. Voids are grouped by their nucleation strain,  $\epsilon_a^{ini}$ , consistent with Fig. 5.

voids were formed.

The results for the As-Q steel, as shown in Fig. 6(a), clearly indicate that after reaching the UTS ( $\epsilon_a^{ini} = 0.124$ , blue line), new voids are continuously nucleated at almost all subsequent strain stages until

fracture. For example, the voids formed at  $\epsilon_a^{ini}$  of 0.159, 0.196, and 0.237 each account for a significant volume fraction, indicating that damage progresses as a continuous process. The volume fraction of each void group increases exponentially

with increasing strain, suggesting stable growth behavior.

The behavior of void nucleation in the Q-T steel is different from the As-Q steel, as shown in Fig. 6(b). Even after the UTS, the volume fraction of voids formed at each stage remains very low until  $\epsilon_a$  reaches 0.396, indicating that damage nucleation is suppressed. However, voids formed in the small strain interval just before final fracture (between  $\epsilon_a^{\text{ini}}=0.396$  and 0.426, red line) suddenly exhibits a volume fraction that far exceeds the total amount of all voids formed in all preceding stages. This strongly suggests that the final failure of the Q-T steel is triggered by a sudden and rapid nucleation of numerous voids just before fracture.

### 3.3. Anisotropy in Void Growth

We analyzed the growth behavior of the void cohorts, grouped by their nucleation strain as shown in Fig. 6, by examining their shape evolution and particularly their anisotropy. Fig. 7 shows the strain dependence of the average projection length of voids in the tensile direction,  $L_z$ , and in the perpendicular

direction,  $L_{xy}$ , for each nucleation group.

In the As-Q steel (Figs. 7(a), (b)), the growth curves for  $L_z$  and  $L_{xy}$  for any void cohort nucleated after the UTS follow remarkably similar trajectories, indicating that both dimensions grow at nearly the same rate. This strongly suggests that the voids expand while maintaining a relatively isotropic, near-spherical shape. That is, because numerous voids are nucleated in close proximity within the high-strain region, the stress field around each individual void may become homogenized, suppressing preferential growth in any specific direction. This behavior is consistent with the macroscopic observation, as shown in Fig. 3 and Fig. 4, that the steel cannot accommodate large plastic deformation and fails at a relatively low ductility.

In contrast, a different and more complex growth mode is observed in the Q-T steel (Figs. 7(c), (d)). For all void groups, the growth of  $L_{xy}$  remains relatively modest with increasing  $\epsilon_a$ , whereas  $L_z$  shows a clear tendency to increase significantly. In particular, the void groups formed in the UTS stage of deformation (e.g.,  $\epsilon_a^{\text{ini}}=0.137$ , blue line) are

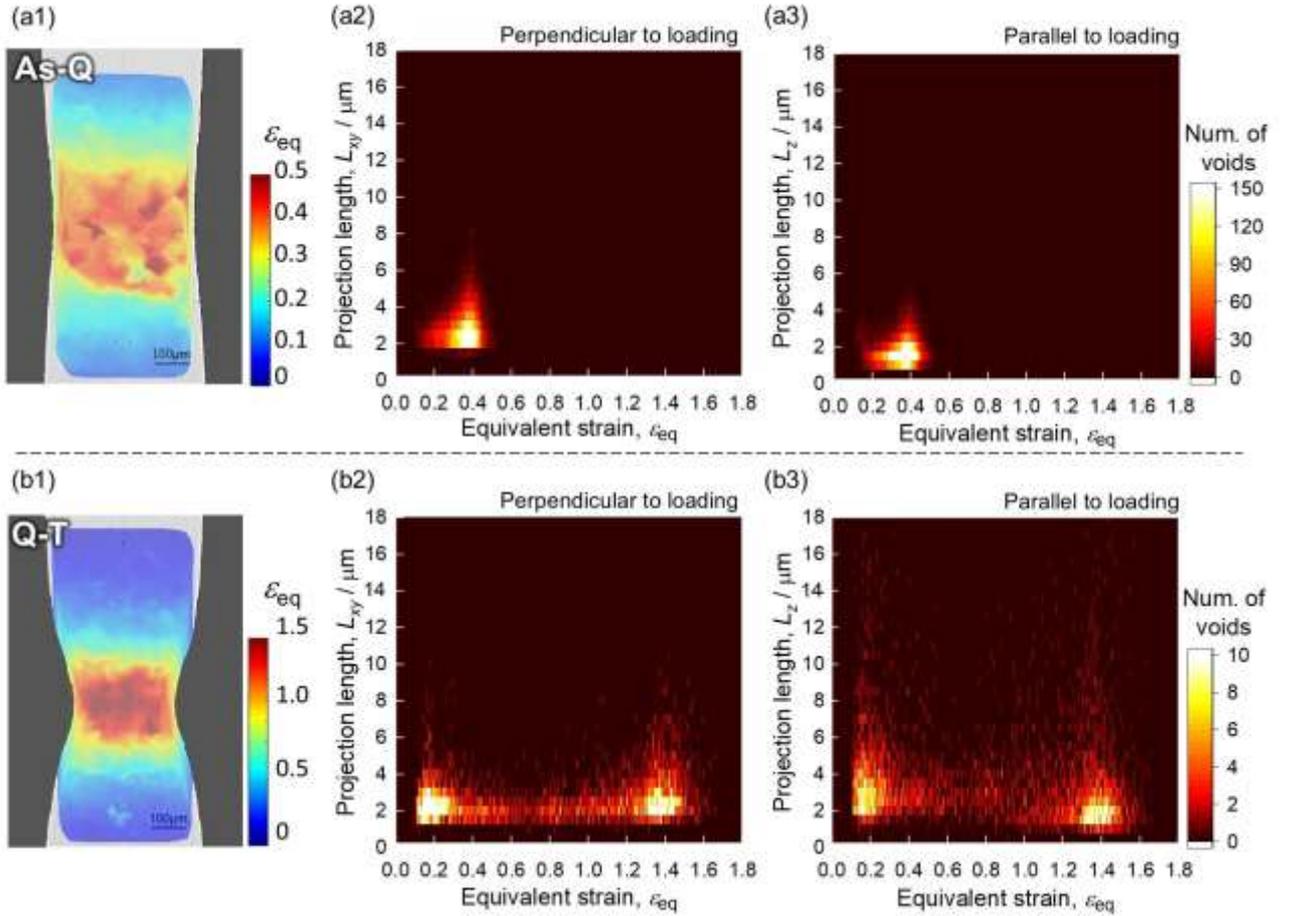


Fig. 8 Correlation between local equivalent plastic strain,  $\epsilon_{eq}$ , and void dimensions. (a1) Contour map of  $\epsilon_{eq}$  in the As-Q material just prior to fracture ( $\epsilon_a=0.237$ ). (a2, a3) 2D histograms correlating local  $\epsilon_{eq}$  with void size perpendicular ( $L_{xy}$ ) and parallel ( $L_z$ ) to the loading axis for As-Q. (b1-b3) Corresponding results for the Q-T material just prior to fracture ( $\epsilon_s=0.426$ ).

elongated along the tensile direction as the steel exhibit large global strain, transforming into prolate voids with a high aspect ratio. This pronounced anisotropy is the characteristic of void growth in Q-T steel. Within the ductile matrix, a few voids can stably elongate along with the plastic flow, allowing the steel to accommodate large deformation.

### 3.4. Correlation between Local Plastic Strain and Void Characteristics

Fig. 8 visualizes the relationship between the distribution of local equivalent plastic strain,  $\varepsilon_{eq}$ , inside the specimen just before fracture and the size and number of voids present in those regions, in the form of 2D histograms. This allows the analysis that how void nucleation-and-growth is related to the local plasticity. Here, we focus on the strain stage just before fracture where void formation was most active, as shown in Fig. 6.

Fig. 8 (a1) shows a map of the equivalent plastic strain just before fracture of the As-Q steel, while Figs. 8 (a2) and (a3) show 2D histograms of the projected length of voids,  $L_{xy}$  and  $L_z$ , respectively, and the local equivalent plastic strain at the location of the void. In the As-Q steel, the majority of voids are concentrated in a distinct high-strain region where  $\varepsilon_{eq} > 0.3$ . This suggests that void formation in the As-Q steel is a strain-driven process that occurs preferentially where plastic strain has locally accumulated. Furthermore, looking at the void size, the histograms for both  $L_{xy}$  and  $L_z$  have peaks around 1-3  $\mu\text{m}$  and their distribution shapes are similar. This is consistent that the isotropic nature of the void shape suggested in Fig. 7.

Figs. 8 (b1)-(b3) show the results of applying the same analysis, as shown in Figs. 8 (a1)- (a3) for As-Q steel, to Q-T steel. In the Q-T steel, the total number of voids was orders of magnitude lower than in the As-Q steel. These voids are not concentrated in a specific strain region but are scattered over a wide strain range from  $\varepsilon_{eq} = 0.2$  to over 1.6. The void shape also contrasts sharply with that of the As-Q steel. The distribution of  $L_z$  confirms this strong anisotropy, showing numerous voids elongated beyond 10  $\mu\text{m}$ . This indicates that the void size in the Q-T steel is not solely a function of the local strain magnitude. This observation is consistent with the significant influence of stress triaxiality<sup>30</sup>, a well-established parameter that governs void growth. Here, the peak observed around  $\varepsilon_{eq} = 0.2$  in Figs. 8(b2) and (b3) should be interpreted with caution, as it does not signify a unique void behavior. This apparent concentration is a sampling bias; because voids in the Q-T steel are scattered across a wide

strain range, more are naturally counted in the larger steel volume corresponding to  $\varepsilon_{eq} \approx 0.2$ , as shown in Fig. 8(b1).

Fig. 9 shows how the overall orientation trend of the void population changes with deformation, using the void orientation index ( $I_{voids}$ ).  $I_{voids}$  represents the fraction of voids that are perpendicular with respect to the loading axis and given as follows:

$$I_{voids} = \frac{N_{xy>z}}{N_{all}} \quad (1)$$

where  $N_{All}$  represents the total number of voids and  $N_{xy>z}$  denotes the count of voids satisfying the condition  $L_{xy} > L_z$  in a single CT dataset. In the As-Q steel,  $I_{voids}$  increases monotonically from the early stages of deformation, and its rate of increase accelerates after the UTS. This means that the fraction of voids that open and grow in the direction perpendicular to the loading axis continues to increase throughout the deformation, which is consistent with damage mechanisms such as martensite cracking<sup>17</sup>). Alternatively, the behavior of the Q-T steel has a characteristic V-shaped path. From the initial to the just before final stages of deformation (up to  $\varepsilon_a = 0.4$ ),  $I_{voids}$  continues to decrease. This corresponds to the fact that, as

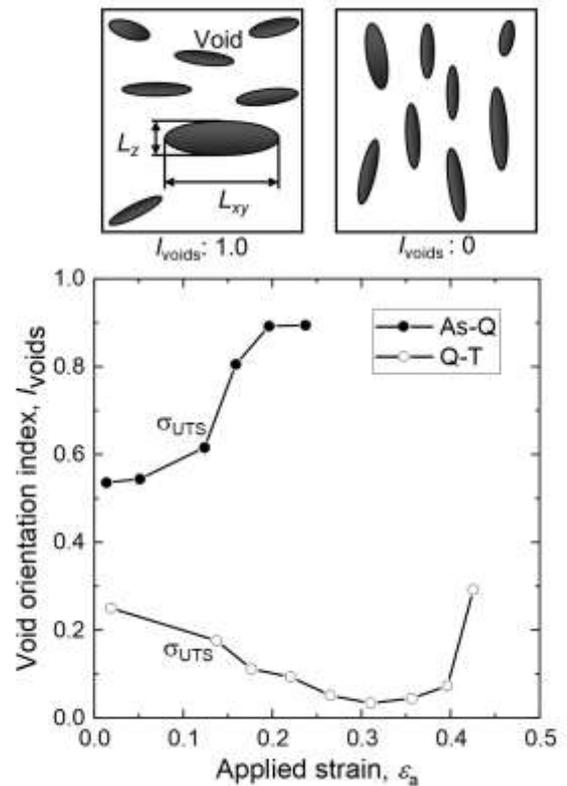


Fig. 9 Void orientation index ( $I_{voids}$ ) as a function of applied strain for the As-Q and Q-T specimens. The inset schematic defines the index, where  $I_{voids} = 1.0$  signifies that voids are preferentially aligned perpendicular to the tensile axis.

mentioned before, the anisotropic growth of existing voids by elongation in the tensile direction ( $L_z$  increasing) is dominant, so the relative fraction of oblate voids decreases. However, in the final stage just before fracture, this trend dramatically reverses:  $I_{\text{voids}}$  turns to a sharp increase. This sharp rise from the bottom of the V-curve indicates that the damage mechanism has qualitatively changed from a process dominated by elongation to one in which new voids, opening perpendicular to the loading axis, are suddenly and numerous generated. This change in void growth in the Q-T steel will be discussed in detail in the section of discussion.

In Fig. 9, the nearly isotropic void formation observed just before fracture in the Q-T steel can be clearly identified in the CT cross-sectional images (Fig. 4(b)). In contrast, the high  $I_{\text{voids}}$  value of the As-Q steel near fracture, which corresponds to voids elongated in the direction perpendicular to the loading axis, is not easily recognized in the series of CT images (Figs. 4(a) and 5(a)). Therefore, we examined the cross-section near the fracture surface of the As-Q steel using a backscattered electron image, as shown in Fig. 10. This image provides direct evidence supporting the increasing trend of  $I_{\text{voids}}$  presented in Fig. 9. In the As-Q steel immediately prior to fracture, voids nucleated within martensite or at martensite/ferrite interfaces preferentially developed in the direction perpendicular to the loading axis, and these void morphologies, which are difficult to distinguish in the CT datasets, are clearly resolved in the backscattered electron image. This observation confirms that the rise in  $I_{\text{voids}}$  reflects the actual damage evolution in the As-Q steel. Here, it should be noted that Fig. 10 also contains nearly isotropic

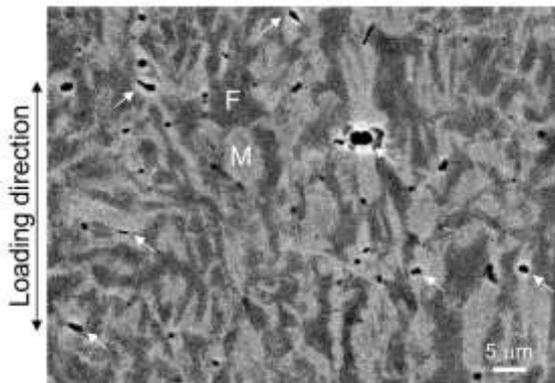


Fig. 10 Backscattered electron image of the cross-section near the fracture surface of the As-Q steel observed after fracture. Numerous voids formed within the martensite(M) phase or at the martensite/ferrite(F) interfaces. Most of these voids grew preferentially in the direction perpendicular to the loading axis, indicated as white arrows.

voids with diameters comparable to, or smaller than, the CT spatial resolution of approximately  $1\ \mu\text{m}$ . These voids, which fall below the CT resolution, are outside the scope of the analysis presented in Fig. 9.

#### 4. Discussion

The 4D data acquired in this study demonstrate that the differences in macroscopic mechanical properties between the As-Q and Q-T steels arise from fundamentally different damage evolutions operating at the micro-level. These mechanisms are primarily governed by the hardness mismatch between the ferrite and martensite phases, a factor widely recognized to influence strain partitioning, stress localization, and fracture initiation in multi-phase steels<sup>31–33</sup>.

As schematically summarized in Fig. 11, in the As-Q condition, rapid quenching produces untempered martensite with high hardness and brittleness, leading to a substantial hardness mismatch relative to the ferrite matrix<sup>33</sup>. Under tensile loading, strain is preferentially accommodated by ferrite, while martensite regions bear higher local stresses<sup>17,34</sup>. This mismatch induces pronounced strain partitioning<sup>8,9</sup>, producing intense stress concentrations at ferrite–martensite interfaces and within martensite islands. Such conditions promote early void nucleation via martensite cracking or interfacial decohesion, consistent with the monotonic increase of the  $I_{\text{voids}}$  in Fig. 9, indicating that newly formed voids preferentially open perpendicular to the tensile axis. The resulting high nucleation rate after the UTS is reached (Fig. 6(a)) agrees with previous observations in high-strength DP steels<sup>15,16</sup>. The near-isotropic void growth (Figs. 7(a) and (b)) can be interpreted in the Rice–Tracey model<sup>5</sup>, where a high local void density homogenizes the stress field, suppressing directional growth and accelerating coalescence. This explains the relatively low fracture strain ( $\sim 0.27$ ) despite the high UTS.

In contrast, the Q-T condition significantly reduces martensite hardness and relieves internal stresses. The decreased ferrite–martensite hardness gap results in more homogeneous plastic deformation and mitigates local stress concentrations, delaying martensite fracture. This two-stage damage process is also illustrated in Fig. 11. This suppression of early void nucleation is evident in Fig. 6(b), where significant nucleation occurs only in the final strain interval ( $\epsilon_a = 0.396–0.426$ ). The initial deformation stage is dominated by the elongation of a few voids (often inclusion-induced<sup>28,35</sup>) within ferrite, producing highly anisotropic growth ( $L_z > L_{xy}$ ) as

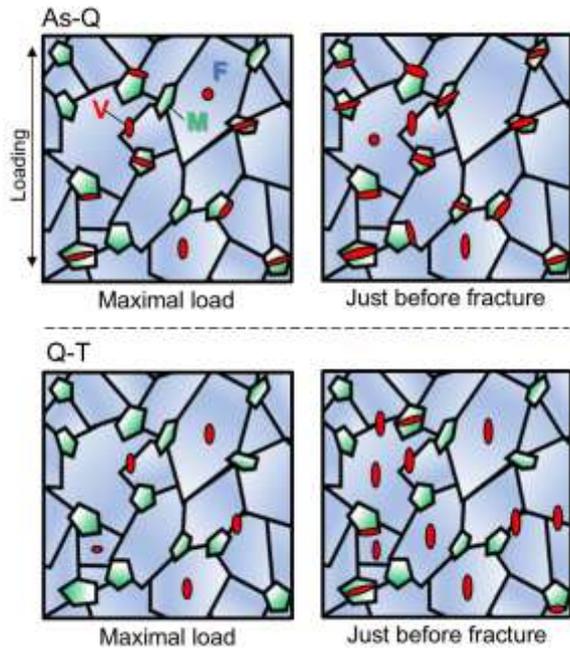


Fig. 11 Schematic illustrating the proposed mechanisms governing void nucleation and growth in the As-Q and Q-T microstructures, from the point of maximum load to just before fracture.

seen in Figs. 7(c) and (d). This is consistent with findings by Toda et al.<sup>17)</sup> and Chen et al.<sup>15)</sup> that, under low stress triaxiality, voids tend to elongate along the tensile axis. The gradual decrease in  $I_{\text{voids}}$  up to  $\epsilon_a \approx 0.40$  (Fig. 9) reflects this elongation-dominated regime.

The transition to the second stage of damage in Q-T steel is driven by a local rise in stress triaxiality within the necked region, in agreement with Gurson-type porous plasticity models<sup>4,36,37)</sup>. At this stage, as shown in Fig. 11, elevated triaxiality sharply accelerates void nucleation and promotes growth perpendicular to the loading axis. The sudden surge in void volume fraction in the last strain step (Fig. 6(b)) and the V-shaped evolution of  $I_{\text{voids}}$  (Fig. 9) capture this mechanism change. Given that the final-stage voids are largely associated with martensite damage, the fracture process in Q-T steel is governed by a localized, triaxiality-driven rapid nucleation. This contrasts with the spatially widespread, strain-driven damage observed in As-Q steel.

Overall, these findings establish that heat treatment controls fracture mode in DP steels by altering phase hardness mismatch and, consequently, the balance between strain partitioning, stress localization, and triaxiality effects. The As-Q steel follows a continuous nucleation–growth–coalescence pathway typical of high-strength but low-ductility DP steels, whereas the Q-T steel exhibits a two-stage fracture mechanism: initial stable elongation under

low triaxiality, followed by localized triaxiality-driven failure. This mechanistic distinction has important implications for tailoring mechanical performance through microstructural design and heat-treatment strategies.

## 5. Conclusions

This study employed in-situ synchrotron X-ray microtomography to conduct a 4D quantitative analysis of the ductile fracture mechanisms in As-Q and Q-T DP steels. The primary findings are summarized as follows:

1. The macroscopic mechanical properties of DP steel are directly governed by distinct internal damage mechanisms, which are fundamentally controlled by the heat treatment. The As-Q steel, characterized by a large hardness mismatch between ferrite and martensite, exhibited high strength but limited ductility. Its failure was driven by the continuous and widespread nucleation of voids from martensite cracking, followed by isotropic growth and rapid coalescence.
2. In the Q-T steel, with a reduced hardness mismatch, showed superior ductility at the cost of lower strength. Its fracture proceeded via a two-stage process: an initial stable phase dominated by the anisotropic elongation of a few pre-existing voids, followed by a sudden, localized burst of new void nucleation at the neck root just before failure, triggered by high stress triaxiality.
3. The 4D analysis provided direct, quantitative evidence linking the microscopic damage evolution (void nucleation rate, growth anisotropy, spatial distribution) to the macroscopic stress-strain response. The V-shaped evolution of the void orientation index in the Q-T steel clearly captured the transition in the dominant damage mechanism from stable void elongation to a localized triaxiality-driven damage evolution.

## References

- 1) C.C. Tasan, M. Diehl, D. Yan, M. Bechtold, F. Roters, L. Schemmann, C. Zheng, N. Peranio, D. Ponge, M. Koyama, K. Tsuzaki, and D. Raabe: *Annu. Rev. Mater. Res.*, **45** (2015) 391.
- 2) A. Kalhor, A. Karimi Taheri, H. Mirzadeh, and V. Uthaisangskuk: *Mater. Sci. Technol. (United Kingdom)*, **37** (2021) 561.
- 3) E. Maire, C. Bordreuil, L. Babout, and J.C. Boyer: *J. Mech. Phys. Solids*, **53** (2005) 2411.
- 4) A.L. Gurson: *J. Eng. Mater. Technol.*, **99** (1977)

- 2.
- 5) J.R. Rice and D.M. Tracey: *J. Mech. Phys. Solids*, **17** (1969) 201.
- 6) K.I. Sugimoto, N. Usui, M. Kobayashi, and S.I. Hashimoto: *ISIJ Int.*, **32** (1992) 1311.
- 7) B.C. De Cooman: *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.*, **8** (2004) 285.
- 8) V. Uthaisangsuk, U. Prael, and W. Bleck: *Comput. Mater. Sci.*, **43** (2008) 27.
- 9) G.H. Gu, M.H. Seo, D.W. Suh, and H.S. Kim: *Mater. Today Commun.*, **34** (2023) 105291.
- 10) R. Zhang, C.F. Zhou, B. Chen, and L.J. Jia: *Eng. Fract. Mech.*, **283** (2023) 109219.
- 11) L. Salvo, P. Cloetens, E. Maire, S. Zabler, J.J. Blandin, J.Y. Buffière, W. Ludwig, E. Boller, D. Bellet, and C. Jossier: *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms*, **200** (2003) 273.
- 12) A. du Plessis, I. Yadroitsev, I. Yadroitsava, and S.G. Le Roux: *3D Print. Addit. Manuf.*, **5** (2018) 227.
- 13) K. Shimizu, H. Toda, K. Hirayama, H. Fujihara, T. Tsuru, M. Yamaguchi, T.T. Sasaki, M. Uesugi, and A. Takeuchi: *Int. J. Hydrogen Energy*, **109** (2025) 1421.
- 14) H. Toda, H. Oogo, K. Horikawa, K. Uesugi, A. Takeuchi, Y. Suzuki, M. Nakazawa, Y. Aoki, and M. Kobayashi: *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, **45** (2014) 765.
- 15) J. Chen, O. V. Magdysyuk, X. Li, P.J. Withers, and K. Yan: *Eng. Fract. Mech.*, **293** (2023) 109711.
- 16) H. Toda, F. Tomizato, R. Harasaki, D. Seo, M. Kobayashi, A. Takeuchi, and K. Uesugi: *ISIJ Int.*, **56** (2016) 883.
- 17) H. Toda, A. Takijiri, M. Azuma, S. Yabu, K. Hayashi, D. Seo, M. Kobayashi, K. Hirayama, A. Takeuchi, and K. Uesugi: *Acta Mater.*, **126** (2017) 401.
- 18) H. Toda, A. Takijiri, M. Azuma, S. Yabu, K. Hayashi, D. Seo, M. Kobayashi, K. Hirayama, A. Takeuchi, and K. Uesugi: *Acta Mater.*, **126** (2017) 401.
- 19) H. Azizi, J. Samei, H.S. Zurob, D.S. Wilkinson, and D. Embury: *Mater. Sci. Eng. A*, **833** (2022) 142582.
- 20) H. Toda, C. Koga, K. Hirayama, A. Takeuchi, M. Uesugi, K. Ishikawa, T. Yokoyama, and H. Fujihara: *Acta Mater.*, **281** (2024) 120412.
- 21) K. Uesugi, A. Takeuchi, and Y. Suzuki: *J. Phys. Conf. Ser.*, **186** (2009) 012050.
- 22) H. Toda, K. Shimizu, K. Uesugi, Y. Suzuki, and M. Kobayashi: *Mater. Trans.*, **51** (2010) 2045.
- 23) H. Toda: *X-Ray CT Hardw. Softw. Tech.*, (2021) 1.
- 24) M. Kobayashi, H. Toda, Y. Kawai, T. Ohgaki, K. Uesugi, D.S. Wilkinson, T. Kobayashi, Y. Aoki, and M. Nakazawa: *Acta Mater.*, **56** (2008) 2167.
- 25) M. Koyama, K. Shimizu, S. Ri, N. Koga, H. Nishikawa, T. Morikawa, and H. Fudouzi: *J. Japan Inst. Met. Mater.*, **88** (2024) J202408.
- 26) A. Mathevon, D. Fabrègue, V. Massardier, S. Cazottes, P. Rocabois, and M. Perez: *Mater. Sci. Eng. A*, **822** (2021) 141532.
- 27) M.Y. Tseng, Y.C. Chao, Y.F. Hu, S.L. Lu, K.C. Yang, K. Zhu, and H.W. Yen: *Mater. Charact.*, **207** (2024) 113547.
- 28) D. Seo, H. Toda, M. Kobayashi, K. Uesugi, A. Takeuchi, and Y. Suzuki: *ISIJ Int.*, **55** (2015) 1474.
- 29) M.S. Xavier, S. Yang, C. Comte, A. Bab-Hadiashar, N. Wilson, and I. Cole: *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, **106** (2020) 1601.
- 30) T. Matsuno, C. Teodosiu, D. Maeda, and A. Uenishi: *Int. J. Plast.*, **74** (2015) 17.
- 31) H. Dawki, A. Gamal, and O. El-Kolaly: *J Heavy Met Toxic. Dis*, **5** (2020) 1.
- 32) N. Kamikawa, M. Hirohashi, Y. Sato, E. Chandiran, G. Miyamoto, and T. Furuhashi: *ISIJ Int.*, **55** (2015) 1781.
- 33) A. Saai, O.S. Hopperstad, J. Fritz, and J. Larsson: *Int. J. Mater. Form.*, **16** (2023).
- 34) T. Matsuno, D. Maeda, H. Shutoh, A. Uenishi, and M. Suehiro: *ISIJ Int.*, **54** (2014) 938.
- 35) C. Wang, X. gang Liu, J. tao Gui, Z. long Du, Z. feng Xu, and B. feng Guo: *Vacuum*, **174** (2020) 109209.
- 36) S. Tu, X. Ren, J. He, and Z. Zhang: *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, **43** (2020) 3.
- 37) A. Lavakumar, S. Hwang, K. Okada, M.H. Park, A.H. Chokshi, and N. Tsuji: *ISIJ Int.*, **64** (2024) 1847.

# 結晶塑性有限要素法解析に基づく損傷発達解析

白岩 隆行<sup>a)</sup>

a) 東京大学 大学院工学系研究科

## 1. はじめに

二相組織鋼 (Dual Phase 鋼、以下 DP 鋼) は、フェライト母相中にマルテンサイト相を分散させた組織を有し、高強度と良好な成形性を両立する鉄鋼材料として自動車分野を中心に広く用いられている。DP 鋼の変形・破壊挙動は、フェライトとマルテンサイトの力学的特性の違いに起因する局所的な応力・ひずみ集中に強く支配される。特に、マルテンサイトの割れやフェライト/マルテンサイト界面でのボイド生成が損傷発達の主要な機構であることが報告されている。

結晶塑性有限要素法 (Crystal Plasticity Finite Element Method、以下 CPFEM) は、多結晶組織の結晶方位や相分布を考慮した応力・ひずみ場の解析を可能とする手法であり、代表体積要素 (RVE) を用いたマルチスケール解析に広く用いられている (Fig. 1)。マクロ的な応力・ひずみ応答だけでなく、局所的な組織に敏感な特性 (局部延性、疲労強度、破壊靱性等) の予測にも有効である。

塑性変形における損傷則としては、応力三軸度  $\eta$  とロード角  $\theta$  に依存する破断ひずみを定義する拡張 Mohr-Coulomb 破壊基準<sup>1,2)</sup>が知られている。Roth<sup>1)</sup>は、損傷開始変数  $D$  を塑性ひずみの積分として定義し、 $D = 1$  となるマクロひずみで損傷が開始するとした。この基準において、パラメータ  $a$  はロード角依存性、 $b$  は破断ひずみの大きさ、 $c$  は応力三軸度依存性をそれぞれ制御する。著者らのこれまでの研究では、DP 鋼の表面観察 (デジタル画像相関法によるひずみ計測およびボイド観察) と CPFEM 解析を組み合わせ、マルテンサイト相とフェライト相それぞれの破壊曲面を導出した<sup>3)</sup>。その結果、マルテンサイト相では応力三軸度とロード角の影響が小さい一方、フェライト相では応力三軸度の影響を考慮することが必要であることを明らかにした。しかし、これらの知見は試験片表面の2次元

観察に基づくものであり、材料内部の3次元的な破壊過程は十分に解明されていない。

そこで本研究では、DP 鋼の微視組織に基づく CPFEM 解析により、フェライト/マルテンサイト各相の損傷発達過程を明らかにすることを目的とする。将来的には、シンクロトロン X 線 CT によるその場引張試験で得られるボイドの3次元観察データと CPFEM 解析による損傷場を比較することで、ボイドの発生箇所や成長機構を3次元的に考慮した損傷基準の構築を目指す。本報では、その第一段階として、材料の微視組織解析および CPFEM による予備的な損傷分布解析の結果を報告する。

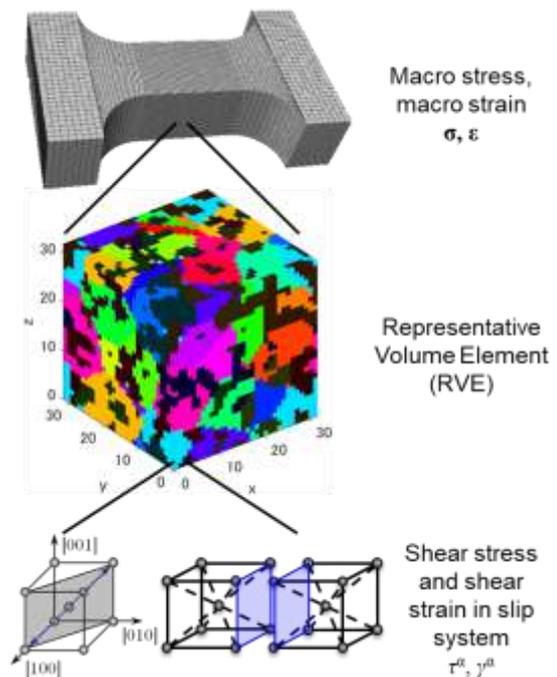


Fig. 1 Schematic of CPFEM-based property prediction using a representative volume element (RVE). Macroscopic properties (e.g., tensile strength, yield stress) depend on the average microstructure, whereas local properties (e.g., local ductility, fatigue strength, fracture toughness) are governed by the weakest-link microstructural features.

## 2. 方法

本研究で使用した鋼種の化学組成を Table 1 に示す。As-Quenched 材 (As-Q 材) として、780° C で 1200 s 保持後に油焼入れを行ったフェライト/マルテンサイト 2 相鋼を東北学院大学の北條智彦准教授よりご提供いただいた。また試験片平行部の微視組織を SEM-EBSD により測定した。なお、EBSD データは東北大学の小山元道准教授よりご提供いただいた。得られた IPF マップに対し、Image Quality (IQ) 値のヒストグラムに基づく閾値処理によりフェライト相とマルテンサイト相の分離を行った。さらに、結晶粒界を検出し、各結晶粒の平均方位を算出した。これらのデータは CPFEM モデルの入力として使用した。

Table 1 Chemical composition of the steel used in this study (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Al	O
0.2	1.48	1.5	<0.005	0.0022	0.042	0.0015

有限要素解析 (FEM) は、マクロ FEM と結晶塑性 FEM の 2 段階で実施した。まず、試験片全体のマクロ FEM 解析を行い、巨視的な応力ひずみ応答を再現した。構成式には等方弾性 ( $E = 206$  GPa、 $\nu = 0.3$ ) および Voce 則 (式(1)) を用い、損傷則として式(2)を採用した。

$$\sigma_y(\varepsilon_p) = \sigma_0 + Q(1 - \exp(-\beta\varepsilon_p)) \quad (1)$$

$$\bar{\varepsilon}_f^p = A \exp(-B\eta) \quad (2)$$

また各パラメータの同定にはベイズ最適化を用いた。次に、マクロ FEM で得られた変位場を境界条件として、EBSD データに基づく微視組織モデルに対しサブモデリング手法を用いた CPFEM 解析を実施した (Fig. 2)。結晶塑性構成式には現象論的モデルを使用した。塑性変形速度勾配テンソルは、各すべり系の塑性すべりの総和として式(3)で表される。

$$\mathbf{L}_p = \dot{\mathbf{F}}_p \mathbf{F}_p^{-1} = \sum_{\alpha=1}^{N_s} \dot{\gamma}^\alpha \mathbf{m}^\alpha \otimes \mathbf{n}^\alpha \quad (3)$$

各すべり系のせん断ひずみ速度は、分解せん断応力と背応力の差および臨界分解せん断応力 (CRSS) を用いたべき乗則として式(4)で定義した。

$$\dot{\gamma}_s^\alpha = \dot{\gamma}_0 \left| \frac{\tau^\alpha - \chi^\alpha}{\tau_c^\alpha} \right|^n \text{sgn}(\tau^\alpha - \chi^\alpha) \quad (4)$$

CRSS の発展則には、累積塑性ひずみに依存する硬化則 (式(5)) を採用した。

$$\tau_c^\alpha = \tau_0^\alpha + \tau_1^\alpha \left\{ 1 - \exp\left(-\frac{b_1^\alpha}{\tau_1^\alpha} \Gamma_s\right) \right\} \quad (5)$$

$$\dot{\tau}_c^\alpha = \frac{d\tau_c^\alpha}{d\Gamma_s} \sum_{\zeta=1}^{N_s} h^{\alpha\zeta} |\dot{\gamma}_s^\zeta|$$

また、損傷の導入にあたっては、有効応力の概念に基づき、損傷変数  $D$  によって応力を低減させる損傷則 (式(6)) を適用した。

$$\boldsymbol{\sigma} = (1 - D) \tilde{\boldsymbol{\sigma}} = (1 - D) \mathbf{C} : \boldsymbol{\varepsilon}_e$$

$$D = \min\left(\frac{\bar{\varepsilon}^p - \bar{\varepsilon}_0^p}{\bar{\varepsilon}_f^p - \bar{\varepsilon}_0^p}, 0.95\right) \quad (6)$$

破断相当塑性ひずみは式(2)と同様に、応力三軸度の関数として定義した。BCC 結晶の {110} <111> および {112} <111> すべり系 (計 24 すべり系) を考慮した。本報では定性的傾向の確認を目的とし、結晶塑性パラメータには、著者らの過去の研究で DP800 鋼に対して同定した値<sup>3)</sup>を用いた。

## 3. 結果および考察

### 3.1 マクロ FEM による応力ひずみ曲線の再現

Fig. 3 に、As-Q 材に対するマクロ FEM 解析結果を示す。パラメータはベイズ最適化を 2 段階に適用することで求めた。まず均一伸びまでの応力ひずみ曲線の実験データを用いて Voce 則パラメータを同定した。さらに、破断までの応力ひずみ曲線の実験データを用いて、2 回目のベイズ最適化を行うことで損傷則のパラメータを導出した。As-Q 材に対する同定結果は、初期降伏応力  $\sigma_0 = 662.5$  MPa、 $Q = 558.1$  MPa、 $\beta = 35.9$  であり、実験の応力ひずみ曲線を均一変形域から破断に至るまで良好に再現できた。

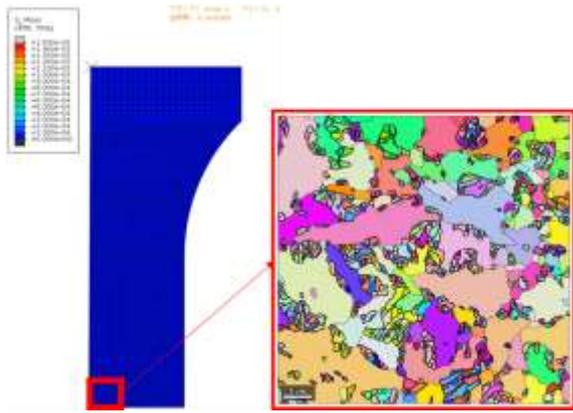


Fig. 2 Submodeling approach for CPFEM analysis of As-Q steel: the displacement field from the macroscopic FEM is applied as boundary conditions to the mesoscopic crystal plasticity model constructed from EBSD data.

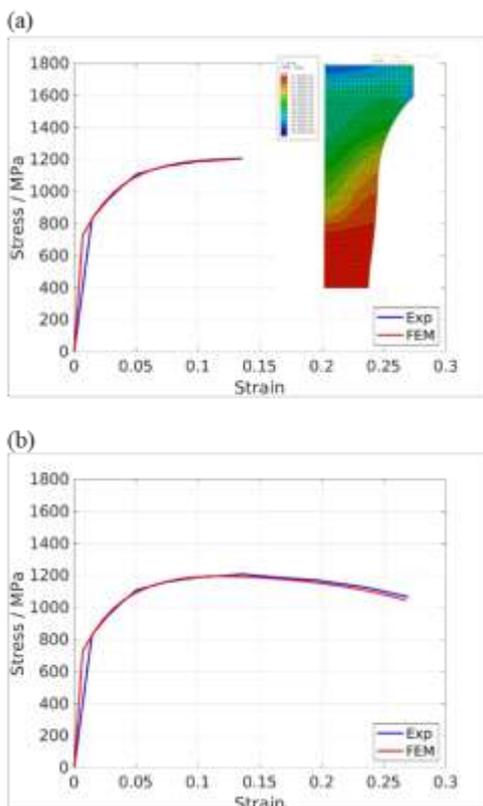


Fig. 3 Comparison of experimental and simulated nominal stress-strain curves for As-Q steel: (a) Voce law calibration and (b) with damage law. Parameters were identified by Bayesian optimization.

### 3.2 CPFEMによる損傷分布解析

Fig. 4 に、As-Q 材に対する CPFEM 解析から得られた損傷度  $D$  の分布を示す。全体の損傷分布に加え、フェライト相とマルテンサイト相それぞれの損傷分布を分離して示している。

損傷は初めにフェライト相中で発生しており、特にマルテンサイト相に挟まれた狭いフェライト

領域で損傷度  $D$  が高い値を示した。これは、マルテンサイト相の硬さに起因する拘束効果により、フェライト相に塑性ひずみが集中するためと考えられる。一方、マルテンサイト相では損傷度は相対的に低い。フェライト相の損傷が進展した後に、マルテンサイト相のくびれ部において破壊が生じることが示唆された。この結果は、過去の表面観察による知見<sup>3)</sup>とよく対応する。ただし、本予備解析では結晶塑性パラメータおよび損傷パラメータに過去の研究（異なる鋼種に対して同定されたもの）の値を使用しているため、今後、本鋼材に対するパラメータの較正が必要である。

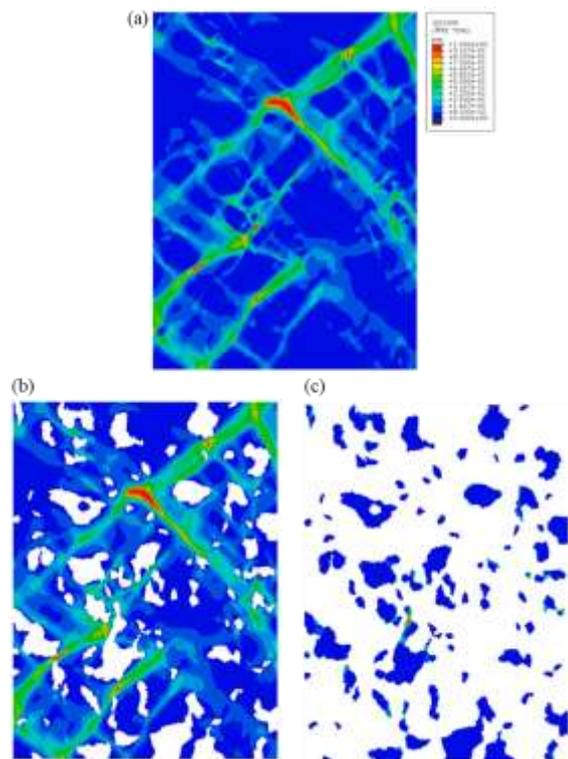


Fig. 4 Distribution of damage variable  $D$  obtained from CPFEM analysis of As-Q steel: (a) overall damage distribution, (b) ferrite phase, and (c) martensite phase. Damage initiates preferentially in ferrite regions constrained between martensite islands.

### 4. おわりに

本研究では、フェライト/マルテンサイト 2 相鋼の損傷発達機構の理解を目的として、EBSD データに基づく CPFEM 解析に取り組んだ。予備的な損傷解析を行い、得られた知見を以下に示す。

- 1) ベイズ最適化により同定した Voce 則パラメータおよび損傷則パラメータを用いたマクロ FEM 解析は、As-Q 材の応力ひずみ曲線を均一変形域から破断まで良好に再現した。
- 2) CPFEM 解析の結果、損傷は初めにフェライト相中で発生し、特にマルテンサイト相に挟まれた領域で損傷度が高い値を示した。最大応力以降は、フェライト相の損傷発展に伴い、マルテンサイト相のくびれ部で破壊が生じることが示唆された。

以上の結果は、DP 鋼の三次元損傷予測モデル構築に向けた基礎知見を与える。今後は、(a) CPFEM 解析から得られた損傷度分布からボイド体積・寸法・形状の時間変化を抽出するプログラムを開発

し、(b) 本鋼材に対する結晶塑性パラメータおよび損傷パラメータの較正を進める。さらに、(c) シンクロトロン X 線 CT によるその場引張試験から得られるボイドの 3 次元実測データと CPFEM 解析結果を比較することで、各相の損傷則パラメータの妥当性検証および精緻化を行うことを予定している。

## 文献

- 1) C. C. Roth and D. Mohr: *Int. J. Plast.*, **56**(2014), 19.
- 2) D. Mohr and S. Marcadet: *Int. J. Solids Struct.*, **67-68**(2015), 40.
- 3) F. Briffod, T. Shiraiwa, M. Enoki: *Mater. Sci. Eng. A*, **826**(2021), 141933.

# Evolution of surface damage associated with ductile fracture in ferrite-martensite steels

Tatsuya Morikawa <sup>a)</sup>, Kaito Oda <sup>b)</sup>, Shigeto Yamasaki <sup>a)</sup>, Masaki Tanaka <sup>a)</sup>

a) Department of Materials, Kyushu University

b) Graduate student, Kyushu University

## 1. Introduction

Multi-phase steels, which consist of a relatively hard phase dispersed in a soft matrix phase, have a lower yield ratio (yield strength/tensile strength) and better work-hardening ability than single-phase steels of the same strength. Therefore, ferrite-martensite (dual-phase) and ferrite-bainite steels are used in automotive steel sheets and line pipes, respectively, which require the ability to undergo large plastic deformation. Many studies have been conducted on the work-hardening behaviour and mechanisms of multi-phase steels. Researchers have measured the local strain distribution by deforming specimens with submicron-sized fine markers and examined the work-hardening mechanism in connection with strain localization. Specifically, there have been studies on the relationship between measured local strain and crystallographic orientation distribution<sup>1)</sup>, and the contribution of each phase to deformation in the late stages of tensile deformation<sup>2)</sup>. The occurrence of significant inhomogeneous deformation in the soft phase and stress partitioning to the hard phase contribute to the development of the work-hardening ability<sup>3)</sup>. To clarify the stress distribution mechanism, the elastic strains of the hard and soft phases during tensile deformation were analysed using neutron diffraction<sup>4)</sup>. The results indicated that after the soft phase yielded during the initial stage of tensile deformation, the stress in the hard phase increased. This suggests that the work-hardening of the multi-phase steel as a whole was accelerated by the stress carried by the hard phase.

The macroscopic fracture of multi-phase steels is described as follows: When the plastic deformation

capacity of the hard phase itself reaches its limit, the rate of flow stress increase due to work-hardening becomes lower than the rate of decrease in the flow stress due to cross-sectional reduction. The stress-strain curve indicates that the maximum stress and plastic instability occur, reducing in the flow stress and fracture. In addition, the contribution of microstructural factors during tensile deformation to the reduction in the work-hardening rate has been investigated. These factors include void generation in ferrite, expansion of the shear-deformation region, and fracture of hard phases due to void generation<sup>5-6)</sup>. Many studies have also been conducted on macroscopic plastic instability, that is, the ductile fracture behaviour associated with the occurrence of necking in specimens. For example, it has been reported that ferrite near the interface between ferrite and martensite or between two martensite sites in close proximity is a site for void generation and that voids are also generated inside the martensite<sup>7-9)</sup>. *In-situ* observations using digital image correlation<sup>10)</sup> and finite-element analysis<sup>11-13)</sup>, which reproduces the microstructure, have indicated that the generation of voids in ferrite is due to the localization of strain within the ferrite. These voids grow with an increase in the triaxial stress associated with the onset of specimen necking and are probably connected with new void generation, eventually forming dimpled fracture surfaces<sup>7-8)</sup>. Furthermore, using the aforementioned micro-marker method, it has been found that the localization of strain in the soft phase in contact with the hard phase promotes void formation, and the region of

concentrated strain that appears to contribute to work-hardening becomes the fracture path<sup>14</sup>).

As described above, in multi-phase steels, inhomogeneous deformation in the soft phase contributes to work-hardening until plastic instability is reached. This deformation occurs in a strain-localized manner, leading to void formation after the onset of macroscopic necking.

Many of the aforementioned studies focused on the mechanism of ductile fracture, such as strain localization near the interface between the hard and soft phases and void formation due to strain localization, and mechanical investigations based on these properties of microstructures were performed. However, the effects of the initial microstructure of dual-phase steels have not yet been investigated. In particular, the crystallographic orientation of ferrite, which is responsible for most of the deformation, is closely related to the plastic deformation capacity estimated using the Taylor factor. Therefore, the crystallographic orientation distribution of the ferrite region may significantly affect strain localization and, consequently, the selection of crack initiation and ductile fracture paths involving plastic deformation. In this study, we investigated the effects of the initial orientation distribution of ferrite on the initiation and propagation of surface damage, which represents the initiation of ductile fractures, in dual-phase steels.

## 2. Experimental Procedure

The chemical composition of the steels used in this study is presented in Table 1. After the steel was melted, it was hot-rolled to a plate thickness of 4 mm. The steel was then heat-treated for 1200 s at a two-phase temperature of 780 °C and oil-cooled. Small specimens (Fig. 1) were prepared from this plate for SEM observations during tensile deformation. To improve the elongation of the specimens, they were annealed at 300°C for 1800 s. This heat treatment likely reduced the dislocation density by causing the dislocations introduced during the martensitic transformation to annihilate each other. We consider that this process relieves residual stress

Table 1. Chemical compositions of the tested steel (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Al	O	N
0.20	1.48	1.50	<0.005	0.0022	0.042	0.0015	0.0006

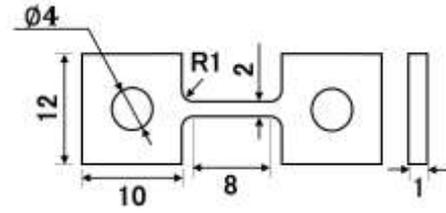


Fig. 1. Specimen shape and dimensions.

within the martensite, thereby improving elongation. After the specimen surfaces were polished and smoothed, the crystallographic orientation distribution of the parallel sections was examined using scanning electron microscopy-electron backscatter diffraction (SEM-EBSD; Hitachi SU5000, EDAX APEX). In addition, electron-beam lithography was used to obtain precise markers over the entire surface of the parallel sections<sup>15</sup>. The specimens were subjected to tensile testing at room temperature with an initial strain rate of  $4.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . The markers were rectangular, with a width of 70 nm and a spacing of 500 nm. After the tensile deformation to a strain close to the tensile stress (plastic strain of 0.045), the tensile test was stopped, the displacement at the apex of the rectangle was measured, and the following strain analysis was performed.

From the measured displacements, the Green-Lagrange strains ( $\varepsilon_{xx}, \varepsilon_{yy}, \gamma_{xy}$ ) were obtained for each rectangle as given by Equations (1)-(3). In addition, the equivalent plastic strain  $\varepsilon_{eq}$  based on Mises yield function was calculated from Equation (4) under the constant-volume condition  $\varepsilon_{zz} = -\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}$  with zero shear strain outside the measurement plane.

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

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

$$\gamma_{xy} = \left( \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \right) + \left( \frac{\partial u}{\partial x} \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \frac{\partial v}{\partial y} \right) \cdot \cdot \cdot (3)$$

$$\varepsilon_{eq} =$$

$$\sqrt{\frac{2}{3} (\varepsilon_{xx}^2 + \varepsilon_{yy}^2 + \varepsilon_{zz}^2) + \frac{1}{3} (\gamma_{xy}^2 + \gamma_{yz}^2 + \gamma_{zx}^2)} \cdot \cdot$$

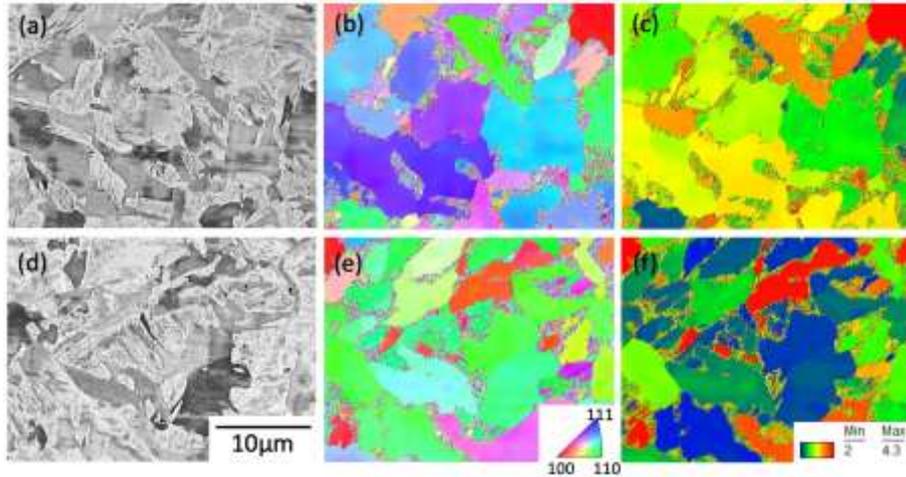


Fig. 2. (a, d) SEM images, (b, d) orientation images, and (c, f) Taylor factor distributions obtained from the two selected fields of view.

• (4)

Platinum dots were then placed at 200 nm intervals using the deposition function of a focused ion beam (FIB; Thermo Fisher Scientific Helios 5) to create new markers. After marker fabrication, the tensile specimens were subjected to an additional tensile test and ruptured. The breaking strain was 0.075.

### 3. Results and Discussion

Figures 2(a)-(c) show the SEM backscattered electron image near the centre of the parallel section of the tensile test specimen, orientation distribution image in the plane normal direction obtained via SEM-EBSD, and Taylor factor map, respectively. In the SEM image, ferrite exhibits a smooth surface, although contrast variations corresponding to differences in crystal orientation are observed. By contrast, martensite exhibits slight periodic variations in contrast intensity, indicating that it consists of a fine microstructure, e.g., packets or blocks. The grain size in the ferrite region was approximately 10 µm, with crystal orientations distributed nearly randomly. Although orientation determination was successful in some martensite regions, errors were observed in many areas, suggesting that the residual strain from the martensitic transformation persisted even after annealing. In the SEM images, the area fraction of martensite was approximately 30%. Figures 2(d)-(f) show similar images obtained from fields of view adjacent to the observation area described

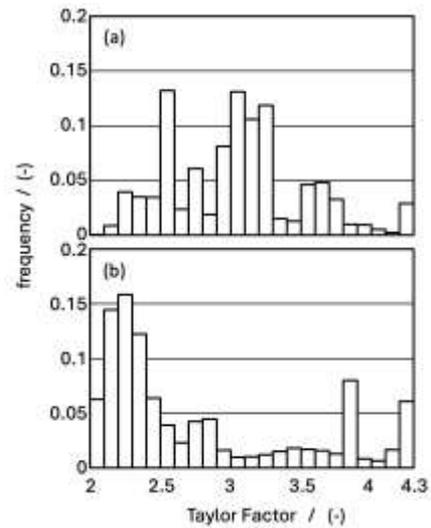


Fig. 3. Histogram of Taylor factors obtained from regions A and B.

above. The martensite fractions were nearly identical, at approximately 30%. Figure 2(e) shows that there is no significant preferred crystal orientation distribution. However, a comparison of Figs. 2(c) and (f) reveals a significant difference in the Taylor factor distribution.

Figures 3(a) and (b) present histograms of the Taylor factors corresponding to Figs. 2(c) and (f), respectively. The field of view shown in Figs. 2(a)-(c) is referred to as region A, and that shown in Figs. 2(d)-(f) is referred to as region B. In Fig. 3(a), the Taylor factor distribution in region A exhibits numerous values between 2.5 and 2.6 but generally exhibits a pattern close to a normal distribution. The mean value of the Taylor factor in region A was 3.0. By contrast, the distribution of the Taylor factor in region B peaked between 2.2 and 2.3, with

few values in the range of 3-3.8. Furthermore, there were many values in the ranges of 3.8-3.9 and 4.2-4.3. This trend is consistent with that shown in Fig. 2(f). The mean value of the Taylor factor in region B was 2.8. This difference in Taylor factor distribution is believed to reflect the variation in the distribution of crystal orientations caused by the significant variations in the shape and grain size of the martensite and ferrite observed in Fig. 2.

Rectangular markers were applied to the surfaces of the tensile test specimens using electron beam lithography, after which the tensile test was performed. Figure 4 shows the stress-strain curve. The tensile test was temporarily stopped at the strain indicated by the left arrow in the figure (plastic strain of 0.045). SEM observations were then performed again on regions A and B to observe the displacement of the markers due to tensile deformation. After the new markers were applied using FIB, a tensile test was performed. As shown in Fig.

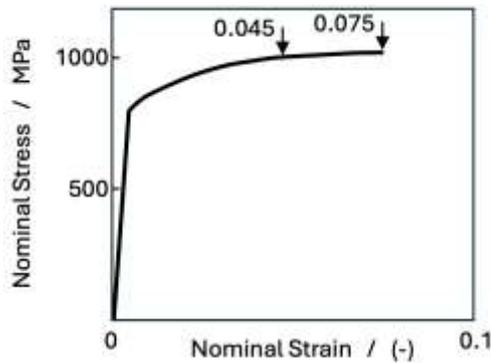


Fig. 4. Stress-strain curve of the employed specimen.

4, the specimen fractured at a strain of 0.075.

Figures 5(a)-(c) show an SEM backscattered electron image of region A with rectangular markers applied before the tensile test, an SEM image obtained after applying a strain of 0.045, and the distribution of equivalent plastic strain calculated from the marker displacement, respectively. The white lines in Figs. 5(a) and (b) correspond to the regions where the equivalent plastic strain shown in Fig. 5(c) was calculated. The rectangular measurement region in Fig. 5(a) became irregular after tensile deformation, indicating inhomogeneous plastic deformation. Figures 5(d)-(f) show similar images for region B. The strain values shown in Figs. 5(c) and (f) correspond to the color code in the lower-right corner of the figure. Areas with a maximum strain of  $\geq 0.5$  are shown in red. Band-like regions with large plastic strains were inclined relative to the tensile direction (horizontal direction in the figure). This tendency is consistent with observations of many multi-phase and single-phase materials<sup>1-3,14-16</sup>. In multi-phase steels, there are many regions with large strain, including areas near the interface between the martensite and the ferrite.

When the tensile plastic strain was 0.045, the tensile stress reached 1018 MPa, as shown in Fig. 4, which was 99% of the tensile strength. Voids are formed inside ductile materials before necking begins. Figures 5(b) and (e) show areas where in addition to plastic deformation concentration, surface cracks or large steps

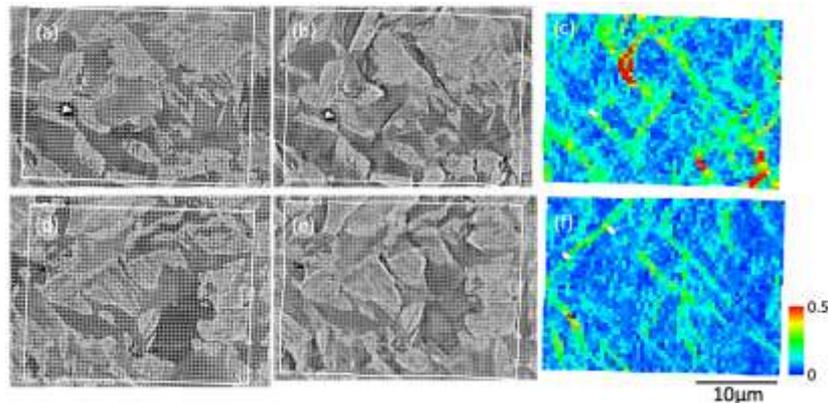


Fig. 5. (a)(d) Predeformation SEM images, (b, e) SEM images at a tensile strain of 0.045, and (c, f) Equivalent plastic strain distribution at a tensile strain of 0.045. (a-c) are obtained from region A, (d-f) are obtained from region B.

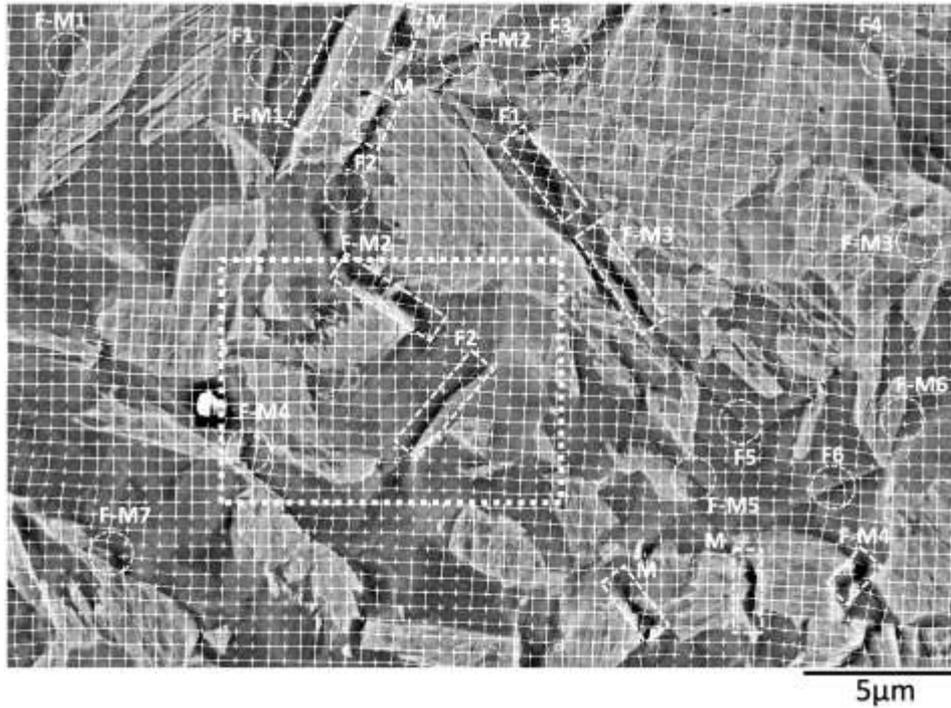


Fig. 6. Magnified image of Fig. 5(b).

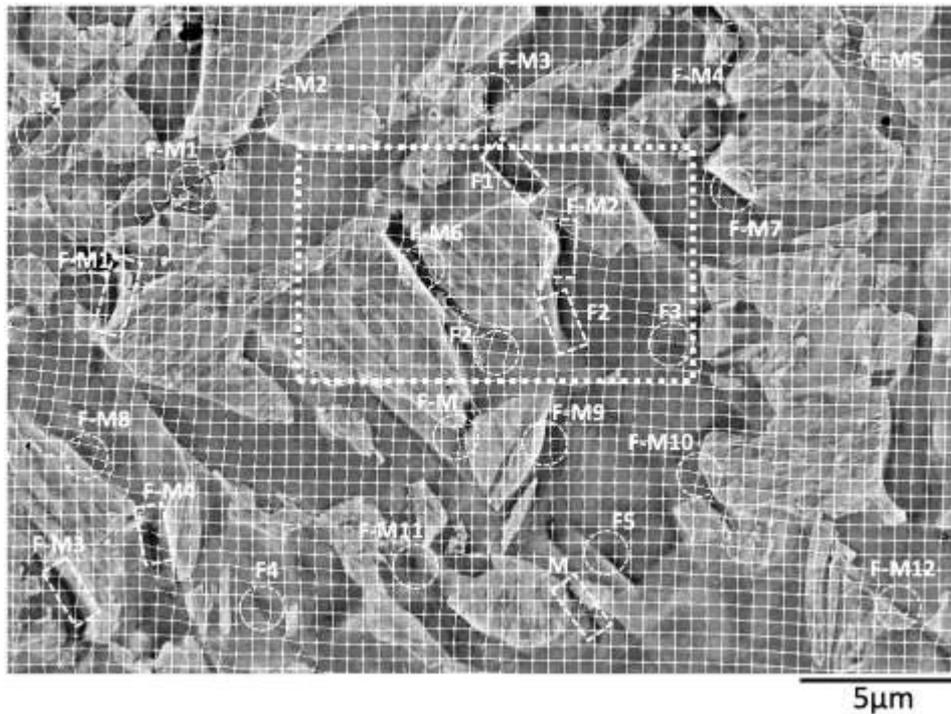


Fig. 7. Magnified image of Fig. 5(e).

accompanied by cracks were observed. Furthermore, in these areas, the displacement of the markers was large, and extremely dark contrast was observed. Hereinafter, these areas exhibiting dark contrast are referred to as “surface damage”. The SEM images shown in Fig. 5 are all backscattered electron images, and the image contrast

depends on the crystal orientation. Therefore, among the areas where the contrast after deformation was clearly darkened compared with that before deformation, those exhibiting significant marker displacement likely had surface damage. The equivalent plastic strain of the markers at these locations was  $\geq 0.15$ . In many cases of

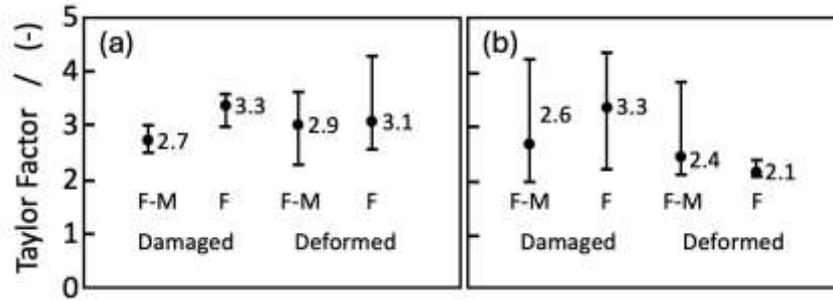


Fig. 8. Distribution of Taylor factors in ferrite near the surface damage and in that plastic deformation concentrated area.

surface damage, the surface markers were sheared. This suggests that the surface damage corresponds to either surface steps accompanied by localized shear during additional tensile deformation or to surface cracks that developed as a result.

Figures 6 and 7 show magnified images of Figs. 5(b) and (e), respectively. In these figures, surface damage is indicated by dashed rectangles. Each rectangle is labelled with one of three symbols. The symbols "F", "F-M", and "M" indicate that surface damage was observed in ferrite, at the ferrite-martensite interface, and in martensite, respectively. The microstructures were distinguished using the EBSD orientation map and the SEM images. The numbers assigned to the symbols "F" and "F-M" are sequential identification numbers. The number of surface damages in region A was three at the ferrite-martensite interface, two within the ferrite, and two within the martensite. Furthermore, in the figure, areas where the equivalent plastic strain of the marker is  $\geq 0.15$ , but which do not correspond to surface damage, are indicated by dashed circles. The symbols attached to each circle are the same as those described earlier. The number of locations within region A exhibiting plastic deformation with a strain of  $\geq 0.15$  was six in the ferrite and seven at the ferrite-martensite interface. No locations with plastic deformation exceeding a strain of 0.15 were observed in the martensite. By contrast, in region B, as shown in Fig. 7, there were four surface damage sites at the ferrite-martensite interface, two within the ferrite, and one within the martensite. Furthermore, the number of sites with plastic deformation that exhibited a strain of

$\geq 0.15$  was five within the ferrite and 12 at the ferrite-martensite interface.

In Fig. 3, the distribution of the Taylor factor in ferrite differs significantly between regions A and B. Therefore, for the areas near the ferrite-martensite interface and within the ferrite, among the surface damage (inside the rectangles in the figures) and regions with plastic strain exceeding 0.15 (inside the circles in the figures) observed in Figs. 6 and 7, the Taylor factor for the ferrite region (the average value for each region) was calculated. The results are presented in Fig. 8.

Figures 8(a) and (b) present the Taylor factor distribution of ferrite in areas with surface damage and areas with plastic strain exceeding 0.15 within regions A and B, respectively. Here, "F-M" corresponds to the vicinity of the ferrite-martensite interface, and "F" corresponds to the interior of the ferrite. In the ferrite areas of each numbered site (large deformation areas are indicated by circles, and surface damage areas are indicated by rectangles), the Taylor factor was obtained at five randomly selected pixel positions (Figs 6 and 7). Then, for regions A and B, the Taylor factor values within the numbered sites were categorized, aggregated, and averaged. These average values are presented in the figure. The top and bottom edges of the bars correspond to the maximum and minimum values within each category for the respective site. In region A, where the Taylor factor distribution was close to normal, the variation in the Taylor factor was slightly higher in the plastically deformed area. However, in both regions, the Taylor factors were close to 3.

The Taylor factor is defined as the sum of the shear strains per unit normal strain. According to the principle of virtual work, the increase in plastic work  $dw$  during plastic deformation is generally expressed by the following equation.

$$dw = \sum \tau_i d\gamma_i = \sigma d\varepsilon \cdot \cdot \cdot (5)$$

Here,  $\tau$  represents the shear stress,  $\gamma$  represents the shear strain,  $\sigma$  represents the normal stress, and  $\varepsilon$  represents the normal strain. Using these equations, the Taylor factor  $M$  can be expressed as follows:

$$M = \frac{\sum d\gamma_i}{\varepsilon} = \frac{\sigma}{\tau} \cdot \cdot \cdot (6)$$

Therefore, assuming an equal shear stress on the active slip plane, higher stress is needed to advance plastic deformation for a crystal orientation with a higher Taylor factor. In crystal grains with high Taylor factors, surface damage may have occurred because it was difficult to relieve the concentrated stresses that caused fractures through plastic deformation. As shown in Fig. 8(a), the Taylor factors observed for the surface-damaged ferrite were slightly higher than those for the plastically deformed ferrite. Near the ferrite-martensite interface, the Taylor factors in plastically deformed regions exceeded

those in the area where surface damage occurred. The Taylor factor was calculated under macroscopically simple tensile stress loading in this study. However, it appears that the stress near the interface becomes more complex. Consequently, the effect of plastic relaxation due to the lower Taylor factor may be diminished.

However, as shown in Fig. 8(b), in region B, the Taylor factors in the plastically deformed areas were lower than those in areas exhibiting surface damage, both near the ferrite-martensite interface and within the ferrite. Specifically, for ferrite, while the Taylor factor was 3.3 in areas with surface damage, it was 2.1 in areas with a large plastic strain of 0.15. This suggests that in regions where the Taylor factor exhibits large variations, significant stress relaxation occurs in ferrite, which has a high plastic deformation capacity owing to its low Taylor factor. In region B, the effect of the Taylor factor was also observed near the ferrite-martensite interface. However, while the Taylor factor was 2.6 at the surface damage site, it was 2.4 at the plastically deformed site, indicating a smaller difference compared to that within the ferrite.

We investigated whether the magnitude of the

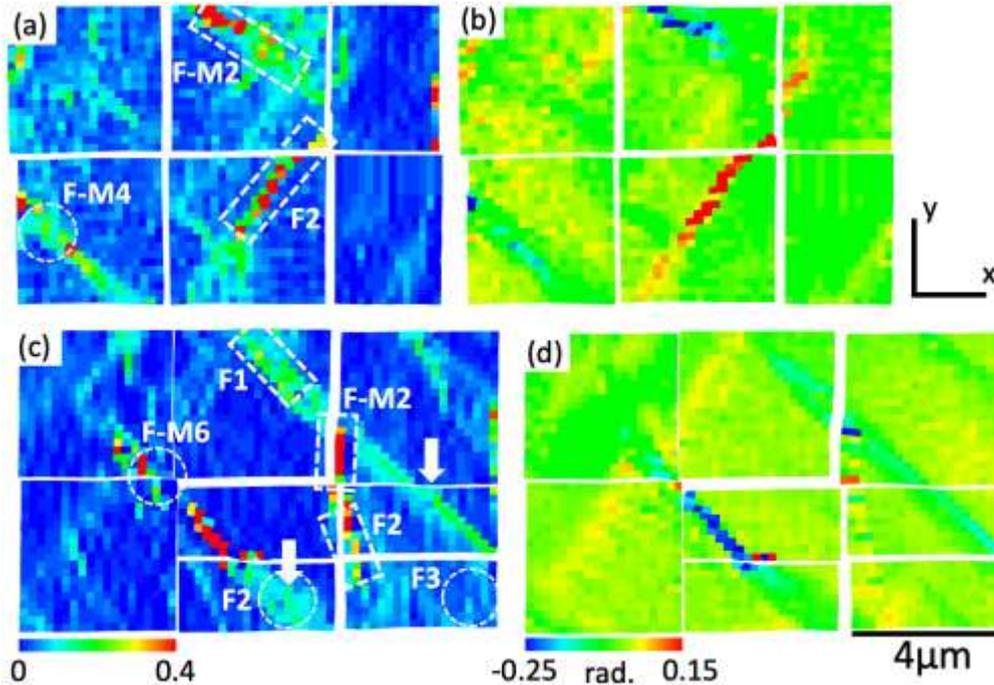


Fig. 9. (a, b) Equivalent plastic strain and rigid body-rotation distribution obtained from marker displacement between tensile strains of 0.045 and 0.075 in the area enclosed by the dotted line in Fig. 6. (c, d) Similar figures for the area enclosed by the dotted line in Fig. 7.

Taylor factor affects plastic deformation even in the late stages of tensile deformation. FIB markers were applied at a tensile plastic strain of 0.045. After tensile loading to fracture, the marker displacements were measured. To obtain a more detailed strain distribution near the surface damage and plastic deformation concentration regions, the marker spacing was set to 200 nm, which was 0.4 times the spacing of the rectangular markers. In ferrite with a high Taylor factor, the absence of work hardening during the early deformation stage may have induced plastic instability, leading to surface damage.

Figures 9(a) and (b) show the distributions of the equivalent plastic strain and rigid-body rotation within the region enclosed by the dashed rectangle in Fig. 6. As mentioned previously, the displacements of these markers occurred between a tensile strain of 0.045 and a post-failure strain of 0.075. This field of view is part of region A and contains ferrite with relatively high Taylor factors. Figure 9(a) uses the same notation as Fig. 6. The displacement at the two surface damages (F-M2 and F2) within this field of view also increased immediately before fracture. Furthermore, a new zone of concentrated plastic deformation extended in a band-like pattern to the lower right of F-M4, which exhibited high local strain. Figure 9(b) shows the distribution of the rigid-body rotation angle  $\omega$ , which is expressed by the following equation.

$$\omega = \frac{1}{2} \left( \frac{du_y}{dx} - \frac{du_x}{dy} \right) \cdot \cdot \cdot (7)$$

Here,  $du_y$  denotes the vertical displacement of the marker in the figure, and  $du_x$  denotes the horizontal displacement. The colour bar below the figure indicates radians, with positive values corresponding to counterclockwise rotation. The regions with large marker displacements in Fig. 9(a) (F-M2 and F2) are also associated with relatively large rigid body rotations. Thus, in region A, the displacement within the surface damage increased immediately prior to fracture, but no new plastic deformation zone was clearly observed.

However, Figs. 9(c) and (d) show similar distribution figures for the regions enclosed by the dotted

squares in Fig. 7. The same symbols shown in Fig. 7 are used in Fig. 9(c). This field of view is part of region B, where the Taylor factor of ferrite is relatively low. As shown in Fig. 9(a), the displacement increased at the three surface damage locations (F1, F-M2, F2). Furthermore, this field of view reveals new concentrations of plastic deformation, as indicated by the white arrows. The location indicated by the arrow near the bottom of the figure corresponds to the area where the plastic deformation concentration was originally observed (F2). However, the plastic deformation region indicated by the arrow on the right side of the figure extends from two surface damages (F1 and F-M2), suggesting that the plastic deformation may have accommodated the stress concentration that caused the damage propagation. Furthermore, in Fig. 9(d), these plastic deformation concentration regions exhibit small rigid-body rotation. These findings suggest that in region B, the plastic deformation capacity may have been maintained until immediately before fracture. Thus, the Taylor factor in ferrite may influence its plastic deformation capacity throughout the tensile deformation process. In future research, we aim to increase the number of observations to clarify how the crystallographic orientation of the soft phase in dual-phase steels affects the ductile fracture process.

## 4. Conclusions

A ferrite-martensite dual-phase steel with a martensite fraction of approximately 30% was subjected to tensile test. The damage to the specimen surface and the pattern of strain localization immediately before and after fracture were captured from the displacement of markers.

1. By obtaining the distribution of Taylor factors from the initial orientation of the ferrite, we captured the plastic strain distribution using both electron beam lithography-based precise markers and FIB-based markers in two observation fields that exhibited significantly different Taylor factor distributions.

2. Immediately before fracture, both surface damages and regions of concentrated plastic deformation exceeding 0.15 strain were observed on the specimen surface. These occurred within the ferrite and near the ferrite-martensite boundary. Furthermore, only surface damage was observed in the martensite.

3. Many locations exhibited marker strain exceeding 0.15. Among these locations, in regions containing ferrite with low Taylor factors, the Taylor factor tended to be lower at the points of plastic deformation concentration in ferrite than at the points of the surface damage.

4. By reapplying markers to specimens immediately before fracture and inducing breakage, the displacement of the markers was measured within a tensile strain range of 0.045-0.075. During the additional tensile loading, the marker displacement generally increased at the surface damage sites. Furthermore, in ferrites with a low Taylor factor, new plastic strain concentration zones appeared near the surface damage. This suggests that the crystallographic orientation distribution of ferrite influences the ductile fracture process.

## References

- 1) M. Fujisawa, R. Mauchi, T. Morikawa, M. Tanaka and K. Higashida: *Tetsu-to-Hagané*, 102(2016), 405 (in Japanese).
- 2) K. Hasegawa, Y. Toji, H. Minami, H. Ikeda, T. Morikawa and K. Higashida: *Tetsu-to-Hagané*, 98(2012), 320 (in Japanese).
- 3) N. Ishikawa, K. Yasuda, H. Sueyoshi, S. Endo, T. Morikawa, and K. Higashida : *Acta Materialia* 97 (2015), 257.
- 4) S. Morooka, O. Umezawa, S. Harjo, K. Hasegawa and Y. Toji : *Tetsu-to-Hagané* 98 (2012), 311 (in Japanese).
- 5) G. Avramovic-Cingara, Ch.A.R. Saleh, M.K. Jain and D.S. Wilkinson, *Metall Trans A*, 40A (2009), 3117.
- 6) J. P. M. Hoefnagels, C. C. Tasan, F. Maresca, F. J. Peters, and V. G. Kouznetsova, *J Mater Sci*, 50 (2015), 6882.
- 7) E. Maire, O. Bouaziz, M. Di Michiel and C. Verdu: *Acta Materialia*, 56 (2008), 4954.
- 8) C. Landron, O. Bouaziz, E. Maire, and J. Adrien : *Scripta Materialia*, 63 (2010), 973.
- 9) A. Alaie, J. Kadkhodapour, S. Ziaei Rad, M. Asadi Asadabad, and S. Schmauder, *Mat Sci Eng A*, 623 (2015), 133.
- 10) J. P. M. Hoefnagels, C. C. Tasan, F. Maresca, F. J. Peters, and V. G. Kouznetsova, *J Mater Sci*, 50 (2015), 6882.
- 11) J. Kadkhodapour, A. Butz, and S. Ziaei Rad, *Acta Materialia*, 59 (2011), 2575.
- 12) M. Ohata, H. Shoji, and F. Minami: *Tetsu-to-Hagané*, 99 (2013), 573.
- 13) X. Sun, K.S. Choi, W.N. Liu and M.A. Khaleel: *Int J Plasticity*, 25 (2009), 1888.
- 14) K. Yasuda, N. Ishikawa, H. Sueyoshi, T. Morikawa, M. Tanaka and K. Higashida : *Tetsu-to-Hagané* Vol. 110 (2024), 279 (in Japanese).
- 15) H. Minami, H. Ikeda, T. Morikawa, K. Higashida, T. Mayama, Y. Toji and K. Hasegawa: *Tetsu-to-Hagané*, 98 (2012), 303 (in Japanese).
- 16) T. Morikawa, S. Yoshioka, M. Tanaka, Y. Toji and K. Hasegawa: *ISIJ Int.*, 61 (2021), 625.

# FEM/観察像同化による DP 鋼組織のイメージベース逆変形解析

松野 崇<sup>a)</sup>、福田 陽大<sup>a)</sup>、竹田 祥<sup>a)</sup>、清水 一行<sup>a)</sup>  
a) 鳥取大学

## 1. はじめに

フェライト/マルテンサイト Dual-phase (DP) 鋼は、高い引張強度と延性が両立した高張力鋼として普及している。近年では自動車用途としての採用拡大が目覚ましい。

よく知られるように、高張力鋼は難加工材である。採用拡大は材料・プレス加工メーカーの努力によるものである。一方で、プレス成形製造現場では数百・数千個に 1 回程度の頻度で発生する確率的な材料破断に依然として悩まされている。このような確率的な材料破断は材質ばらつきに起因する。当然のことながら、材料不良が起こらないことは事前の材料試験によって確認されている。しかしながら、数百・数千に 1 回程度の確率的な材料破断は材料試験では検出できず、再現性をとることも難しい。破壊部そのものを事後に観察することで、その要因を解明するしか方法がない。

そして、多くの場合にこのような破壊要因が明らかになることはない。変形・破壊部の金属組織の見た目はあまりに複雑である。変形組織内部の応力や塑性ひずみ分布という情報無しには、破壊の要因を特定することはできない。

そこで、本研究では新たに DP 鋼変形組織観察像のイメージベース逆変形手法を提案する。本手法においては、U-Net 深層学習<sup>1)</sup>による有限要素シミュレーション(FEM)のサロゲート解析を応用した。この解析は、実組織に類似した仮想 DP 鋼 FEM と実際の観察像との同化解析との位置付けとなる。

以下、その手法と結果について述べる。なお、本稿の内容は筆者らの文献<sup>2)</sup>の内容の一部を転載したものである。

## 2. 観察像の取得

### 2.1 供試鋼

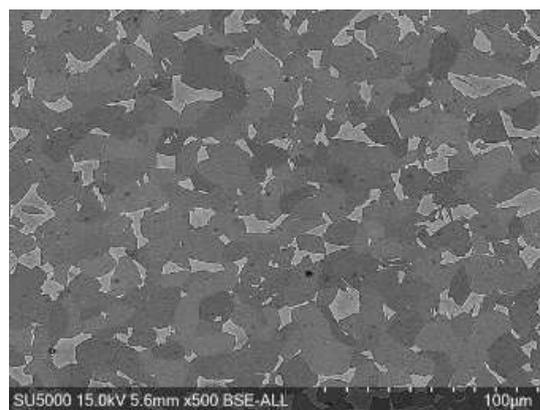
590 MPa 級 DP 鋼を模擬したものをを用いた。機械的特性は **Table 1** のごとくである。**Fig. 1** に SEM(Scanning Electron Microscope)像を、**Table 2** に化学成分を示す。

**Table 1** Mechanical properties.

0.2 % proof stress [MPa]	Tensile strength [MPa]	Total elongation [%]
288	574	31.0

**Table 2** Chemical compositions of the DP steel (mass%).

C	Mn	Si	P	S	Al
0.05	0.49	1.99	< 0.002	0.001	0.029



**Fig. 1** Microstructure of the DP steel.

## 2.2 引張変形部の観察

塑性変形部の3次元組織像を取得するため、引張破断したマイクロ引張試験片 (Fig. 2) に対して3次元シリアルセクションング<sup>3)</sup>を実施した。

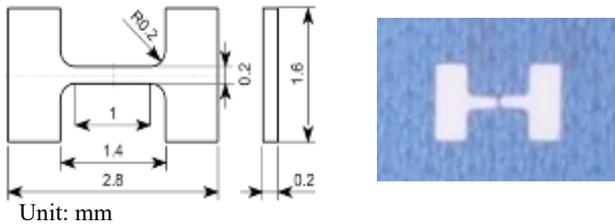


Fig. 2 Micro tensile specimen.

## 3.FEM と観察像との同化解析

学習用として、仮想 DP 鋼の代表体積要素 (RVE) の引張 FEM を実施した (Fig.3)。仮想 DP 鋼は、乱数を組み合わせて生成したものとなる。FEM 完了後、変形した金属組織像 (Fig.3a) を入力、塑性ひずみ (Fig.3b) を出力として、5 層の U-Net に学習させた。本手法の特徴は、変形組織を入力することで初期組織像を用いずとも塑性ひずみ分布が得られる点となる<sup>4)</sup>。

3次元観察像を学習された U-Net に入力することで、観察像に対応した塑性ひずみ分布が得られる。

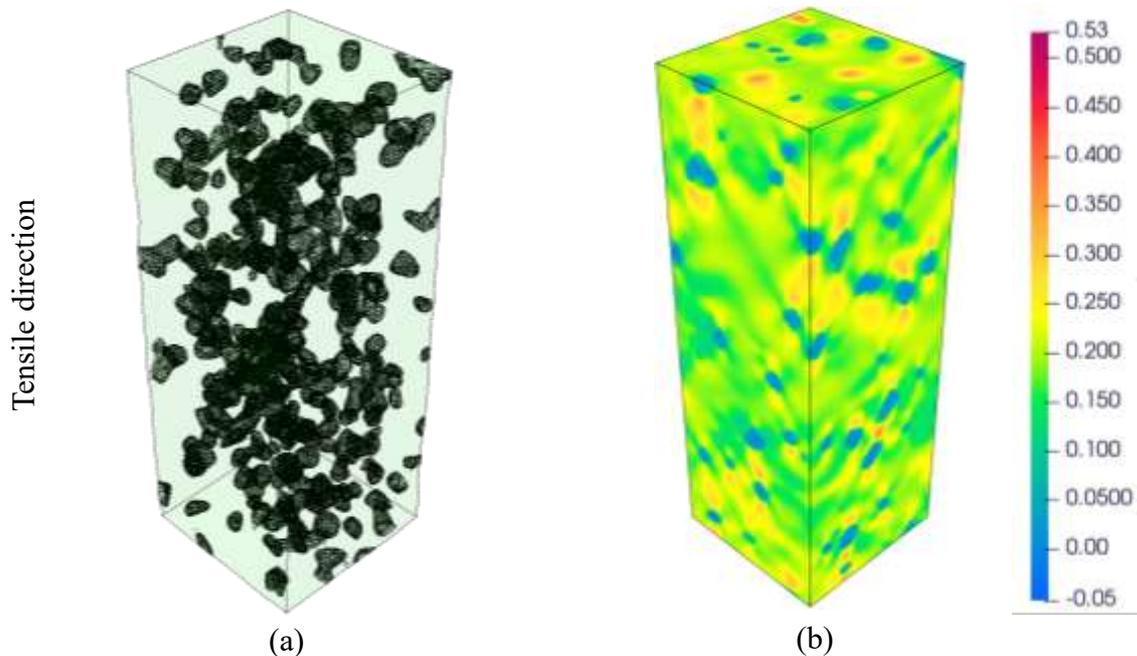


Fig. 3 Example of RVE-FE model for U-net training: (a) FE model and (b) contour map of equivalent plastic strain.

実際の観察像に対し、あたかも FEM された後のように見せかけるとの意味において、観察像と FEM との同化と称している。

## 4. 結果および考察

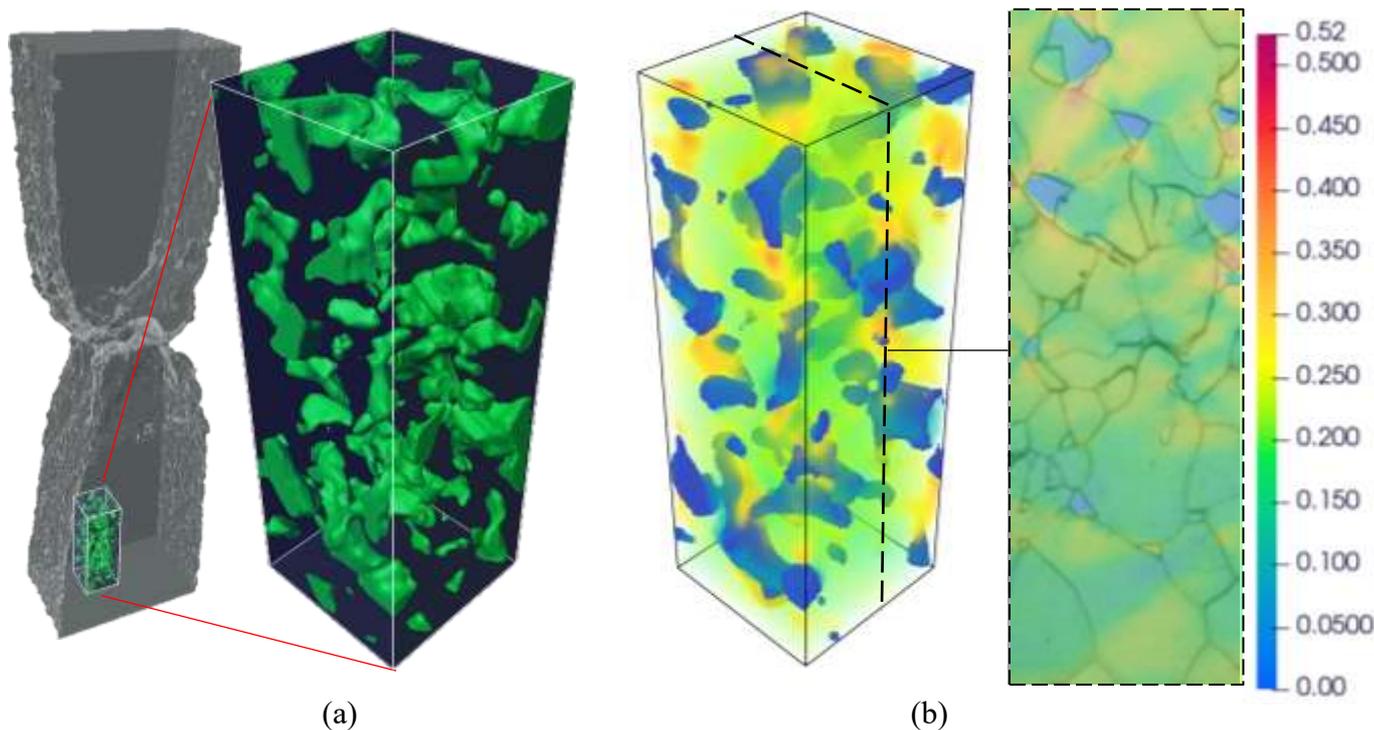
Fig. 4 に同化解析の結果を示す。3次元観察像 (Fig. 4a) 上に塑性ひずみのコンター図を重ね合わせたものとなる (Fig. 4b)。

Fig. 4b より、塑性ひずみはフェライト母相に集中している。また、断面画像上に可視化した塑性ひずみ分布から分かるように、マルテンサイトやその側面部は低い塑性ひずみを示している。これらは Fig. 3b の仮想 DP 鋼の FE シミュレーション結果と定性的に一致する。

学習の精度は解析点全体における 2 乗誤差として 1.5 % であった。そのため、U-Net は元の FEM の結果が精度良く再現しているとみなせる。

ここで、実際の塑性ひずみ分布と FEM が定性的に一致することは既知である。当方らのグループによるその場観察引張試験では、これに同期させた FEM において塑性ひずみ分布の傾向に一致することを確認した<sup>5)</sup>。また、Fig. 4b のようにマルテンサイトを縫うように Slant 状に塑性ひずみが集中する傾向は、過去のデジタル画像関連法 (DIC) で測定された表面ひずみ分布<sup>6)</sup>に整合する。

平均としての塑性ひずみ量は境界条件として与え



**Fig. 4** Results of image assimilation between RVE-FE simulation and actual microstructure of the DP steel: (a) actual martensite islands and (b) equivalent plastic strain contour map. Cross-sectional micrograph with overlaid equivalent plastic strain distribution is also shown.

ているので、同化解析による塑性ひずみ分布は定量的な観点からも高精度であるとみなせる。

U-Net を介した FEM と観察像との同化解析によって、初期組織の情報がなくともイメージベースにて力学解析がなされた。初期組織情報がないという意味で、これは逆問題を解いていることになる（正確には解けたように見せてかけている）。非線形の逆問題は直接解くことはできないことは周知の事実であろう。厳密な逆問題解法に代わり、学習された結果、つまり FEM のディープフェイクを用いるとの概念は、これまでの常識を覆す結果を与えてくれた。シミュレーションの新たな潮流として、今後も着目されたい。

## 5. おわりに

本研究では FEM と観察像との同化解析との新たなコンセプトを提案した。DP 鋼の塑性変形部を対象に、実際に塑性ひずみ分布を観察像上に描くことに成功した。

同化解析によって可視化された塑性ひずみ分布は

FEM の特徴を捉えており、過去の DIC による計測とも整合する。その精度は高いものであると考える。

今後は破断部における同化を進め、本手法の更なる拡張を進める。

## 謝辞

本研究は大阪大学の庄司博人先生と大畑充先生、理化学研究所の山下典理男氏と横田秀夫チームディレクター、株式会社 先端力学シミュレーション研究所の村井哲郎氏と共同で取得したデータを活用している。

また、本研究を進めるにあたっては第 32 回鉄鋼研究振興助成、および科研費 (JP24H00385) の補助を受けた。ここに謝意を表す。

## 文献

- 1) O. Ronneberger, P. Fischer, and T. Brox: Medical

Image Computing and Computer-Assisted Intervention – MICCAI 2015, Springer, Munich, Germany, (2015), 234-241.

- 2) T. Matsuno, Y. Fukuda, K. Shimizu, H. Shoji, M. Ohata, N. Yamashita, H. Yokota, and T. Murai: *Mater. Res. Proc.*, 54 (2025), 963-970.
- 3) N. Yamashita, T. Matsuno, D. Maeda, M. Kikuzuki, and H. Yokota: *Precis. Eng.*, 75 (2022), 37-45.
- 4) T. Matsuno, N. Okumura, Y. Fukuda, K. Shimizu, and T. Murai: *Mater. Today Commun.*, 46 (2025), 112769.
- 5) T. Matsuno, C. Teodosiu, D. Maeda, and A. Uenishi: *Int. J. Plast.*, 74 (2015), 17-34.
- 6) J. Kang, Y. Ososkov, J. D. Embury, and D. S. Wilkinson: *Scr. Mater.*, 56 (2007), 999-1002.

# 複相鋼における損傷発達の構成組織依存性

北條智彦<sup>a)</sup>, 脇裕之<sup>b)</sup>, 小林純也<sup>c)</sup>, 倉本繁<sup>c)</sup>,

城鮎美<sup>d)</sup>, 菖蒲敬久<sup>e)</sup>, 齋藤寛之<sup>d)</sup>, 菊池護<sup>f)</sup>

a) 東北学院大学工学部

b) 岩手大学理工学部

c) 茨城大学工学部

d) 量子科学技術研究開発機構

e) 日本原子力研究開発機構

f) 岩手県立大学宮古短期大学部

## 1. Introduction

Advanced high-strength steels (AHSSs) with tensile strengths exceeding 1000 MPa have been applied to automotive frame parts to improve the crash safety and energy efficiency of vehicles. Tempered martensitic and bainitic steels, which are third-generation AHSS, possess excellent ductility in the post-necking region owing to the microstructure of a fine and uniform single phase<sup>1,2)</sup>. Moreover, single-phase steels such as tempered martensitic and bainitic steels exhibit improved stretch-flangeability owing to improved local deformability<sup>3,4)</sup>. Ferrite-martensite dual-phase (DP) steels<sup>5,6)</sup> are expected to be third-generation AHSS, similar to tempered martensitic and bainitic steels, because martensite possesses high strength and ferrite exhibits excellent ductility. Moreover, both high strength and excellent ductility are achieved owing to the deformation-induced plasticity of the retained austenite in low-alloy transformation-induced plasticity (TRIP)<sup>7)</sup>-aided steels<sup>8-10)</sup>. However, the initiation and growth of voids at the interfaces of different phases may be promoted by the partitioning of stress and plastic strain between those phases, owing to the different strengths and ductilities during plastic deformation in multi-phase steels such as DP and low-alloy TRIP-aided steels<sup>11)</sup>. Thus, DP and low-alloy TRIP-aided steels possess low local formability, resulting in poor local elongation and hole-expansion properties.

Avramovic-Cingara et al.<sup>12)</sup> investigated the number density, area fraction, and size distribution of voids during tensile tests in commercial DP steel and reported that voids initiated at the ferrite/martensite interfaces and/or at the portion where martensite was divided over a wide range of tensile deformation. Koyama et al.<sup>13)</sup> investigated the variations in the number and size of voids in DP steels during tensile deformation and reported that damage (i.e., voids) was initiated at a particular plastic strain in the non-hydrogen-charged DP steel, and the damage area fraction gradually increased with increasing plastic strain, whereas the damage of the hydrogen-charged DP steel initiated at a small plastic strain compared with that of the non-hydrogen charged DP steel, and the damage area fraction drastically increased. They revealed that damage was initiated at the ferrite/martensite boundaries and/or inside the martensite. Moreover, Kikutsuki et al.<sup>14)</sup> observed SEM images of the cross-section of ferrite-martensite steels and investigated the relationship between the shape and distribution of voids at the martensite and void initiation sites using a three-dimensional observation using the serial sectioning method; they reported that voids were initiated at the plane-martensite/martensite interfaces because of the stress and strain concentrations at those interfaces. Furthermore, voids initiated at grain boundaries, and the number and volume fraction of voids increased with increasing plastic strain in bainitic steels<sup>15)</sup>. However, there have been few investigations on the void initiation and growth behaviors of martensitic and bainitic

steels possessing fine and uniform lath matrix. Moreover, Sugimoto et al.<sup>10,16-18)</sup> and Lacroix et al.<sup>19)</sup> reported that the initiation of voids during tensile and shear deformations in high-strength steels containing a large amount of retained austenite occurred at the interface between the transformed martensite/matrix. However, the growth behavior of voids initiated at these interfaces has not yet been investigated.

In this study, the ferrite-martensite dual-phase (DP) steel with polygonal ferrite and martensite matrix, TRIP-aided dual-phase (TDP) steel consisting of ferrite matrix and martensite and retained austenite as second phases, tempered martensitic (QT) steel with single phase lath martensite and TRIP-aided martensitic (TM) steel composed of lath martensite matrix and retained austenite were produced from the same cold-rolled steel sheets, and the void initiation and growth behaviors during tensile deformation of those steels were investigated in detail.

## 2. Experimental procedure

The cold-rolled steel sheet with a chemical composition of Fe-0.2C-1.5Si-1.5Mn (mass%) was used in this study. DP and TDP steels were produced by intercritical annealing at 953 K for 1200 s, followed by air cooling and intercritical annealing at 953 K for 1200 s, and austempering treatment at 673 K for 1000 s. By contrast, quenching at 1173 K for 1200 s and tempering at 673 K for 3600 s with air cooling were conducted to produce the QT steel, whereas annealing at 1173 K for 1200 s, corresponding to the austenite region, followed by isothermal transformation treatment at 523 K for 1000 s was carried out to complete the heat treatment of the TM steel. The heat-treatment diagrams of the steels are shown in Fig. 1. The effects of the matrix structures of multi-

phase steels on void initiation and growth behaviors were investigated because the matrix of the DP and TDP steels was polygonal ferrite, whereas the matrix of the QT and TM steels was lath martensite.

Tensile tests were conducted using an Instron-type tensile testing machine at a crosshead speed of 10 mm/min (i.e. an initial strain rate of  $8.33 \times 10^{-3}$  /s) at 25 °C using JIS13B tensile test specimen with dimensions of 50 mm in gauge length, 12.5 mm in width, and 1.2 mm in thickness at a parallel part of the tensile specimen. The fracture surfaces and cross-sections near the fracture region were observed using field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) operated at an accelerating voltage of 15 kV.

The number and size of the voids were analyzed using SEM images captured from the cross-section near the fracture surface. The voids were extracted as white regions using binarized SEM images processed using ImageJ image analysis software. The number of voids was determined by the number of clusters of white regions in the binarized images, whereas the size of the voids was estimated by the number of pixels in the white regions.

The initial carbon concentration in retained austenite ( $C_{\gamma 0}$ ) was estimated using eq. (1)<sup>20)</sup> from the average lattice parameter ( $a_{\gamma}$  ( $\times 10^{-10}$  m)), which was measured from the  $\gamma$ Fe200,  $\gamma$ Fe220, and  $\gamma$ Fe311 diffraction peaks of CuK $\alpha$  radiation.

$$a_{\gamma} = 3.5780 + 0.0330C_{\gamma} + 0.00095Mn_{\gamma} + 0.0056Al_{\gamma} + 0.0220N_{\gamma} + 0.0051Nb_{\gamma} + 0.0031Mo_{\gamma} \quad (1)$$

where  $Mn_{\gamma}$ ,  $Al_{\gamma}$ ,  $N_{\gamma}$ ,  $Nb_{\gamma}$ , and  $Mo_{\gamma}$  represent the concentrations of the respective elements (mass%) in the retained austenite. In this study, these values were substituted for the concentrations of the added alloying

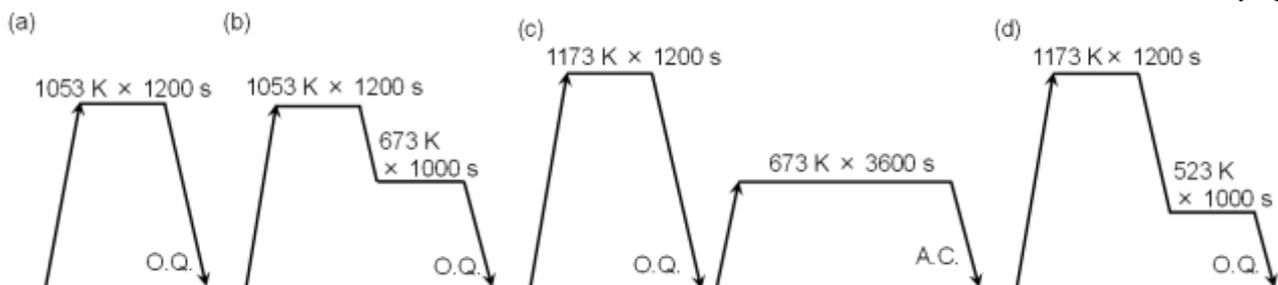


Fig. 1 Heat treatment diagrams of (a) DP, (b) TDP, (c) QT and (d) TM steels. “O.Q.” and “A.C.” represent quenching in oil and air cooling, respectively.

elements.

In-situ synchrotron X-ray diffraction-tensile tests were conducted using white X-rays and a Ge detector at beam line BL14B1 at SPring-8. The X-rays were shaped using slit sets 300  $\mu\text{m}$  in height and 100  $\mu\text{m}$  in width at the incident side, whereas the X-rays penetrating through the specimen were limited by a collimator of 50–200  $\mu\text{m}$  and slit sets 5000  $\mu\text{m}$  in height and 50  $\mu\text{m}$  in width. The diffraction angle of the detector was set to  $9.50^\circ$ . The gauge volume of measured portion was approximately 600  $\mu\text{m}$  in length  $\times$  100  $\mu\text{m}$  in height. The diffraction peaks of  $\alpha\text{Fe321}$  and  $\gamma\text{Fe311}$  were used to analyze the elastic strain (i.e. phase stress) and full width at half maximum (FWHM, i.e. plastic strain)<sup>21)</sup> during tensile tests. Moreover, the volume fraction of retained austenite was analyzed using diffraction peaks of  $\alpha\text{Fe200}$ ,  $\alpha\text{Fe211}$ ,  $\alpha\text{Fe220}$ ,  $\gamma\text{Fe200}$ ,  $\gamma\text{Fe220}$ , and  $\gamma\text{Fe311}$ . The shapes of these diffraction peaks were approximated using a Gaussian function, and the peak-center energy, FWHM, and integral intensity of each diffraction peak were estimated. Elastic strain ( $\varepsilon_e$ ) of the diffraction peaks was calculated using the lattice spacing estimated from the peak-center energy of the peaks as shown in eq. (2).

$$\varepsilon_e = (d - d_0) / d_0 \quad (2)$$

where  $d_0$  and  $d$  denote the initial lattice spacings without stress and strain, and lattice spacing during tensile deformation, respectively. Plastic strain was evaluated using the FWHM of each diffraction peak<sup>21)</sup>. The tensile

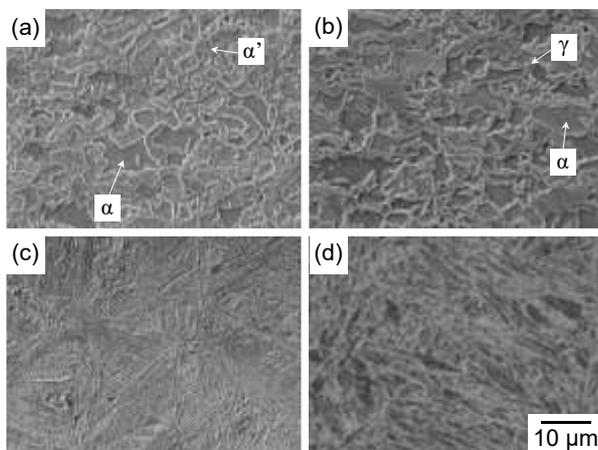


Fig. 2 Scanning electron micrographs of (a) DP, (b) TDP, (c) QT and (d) TM steels. “ $\alpha$ ”, “ $\alpha'$ ” and “ $\gamma$ ” represent ferrite, martensite and retained austenite, respectively.

tests for in-situ X-ray diffraction measurement were conducted at a crosshead speed of 0.1 mm/min (initial strain rate of  $8.33 \times 10^{-5}$  /s) at 25 °C using a tensile specimen with dimensions at parallel part of 20 mm in length, 3 mm in width, and 1.2 mm in thickness produced parallel to the rolling direction. Synchrotron X-ray diffraction measurements were carried out continuously, and the integrated data of the X-ray diffraction measurement penetrating through the specimen were saved every 300 s.

### 3. Results and discussion

#### 3.1 Microstructure and tensile properties

The microstructure of SEM images of the steels is shown in Fig. 2. The microstructure of the DP steel consisted of a fine polygonal ferrite matrix with a grain diameter of approximately 10  $\mu\text{m}$  and blocky martensite located at the ferrite grain boundaries, whereas that of the TDP steel was composed of a polygonal ferrite matrix with a grain diameter similar to that of the DP steel, blocky martensite, and retained austenite. By contrast, the QT steel possessed a microstructure consisting of tempered martensite with a large amount of cementite located in the interior of the martensite with a relatively large size. The microstructure of the TM steel consisted of a fine and uniform lath martensite matrix and film-like retained austenite.

Figure 3 shows nominal stress–strain curves of the steels, and mechanical properties and retained austenite characteristics of as-heat-treated and uniformly deformed specimens are listed in Tables 1 and 2, respectively. The yield stress (YS), tensile strength (TS), uniform elongation (UEI) and total elongation (TEI) of the DP steel were 566

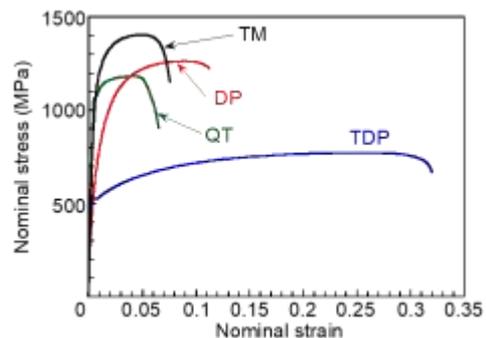


Fig. 3 Nominal stress–strain curves of DP, TDP, QT and TM steels.

Table 1 Mechanical properties of DP, TDP, QT and TM steels.

	TS	YS	UEI	TEI
DP	1263	566	8.2	11.1
TDP	772	522	25.6	32.4
QT	1181	1066	3.6	6.1
TM	1404	1075	4.5	7.9

*TS* (MPa): tensile strength, *YS* (MPa): yield stress or 0.2% offset proof stress, *UEI* (%): uniform elongation, *TEI* (%): total elongation

Table 2 Retained austenite characteristics of TDP and TM steels before and after tensile tests.

	$f_{\gamma 0}$	$f_{\gamma}$	$C_{\gamma 0}$	$C_{\gamma}$
TDP	9.06	2.30	0.88	0.94
TM	4.70	1.72	-	0.63

$f_{\gamma 0}$  (vol%): initial volume fraction of retained austenite,  
 $f_{\gamma}$  (vol%): volume fraction of retained austenite after tensile test,  
 $C_{\gamma 0}$  (mass%): initial carbon concentration in retained austenite,  
 $C_{\gamma}$  (mass%): carbon concentration in retained austenite after tensile test

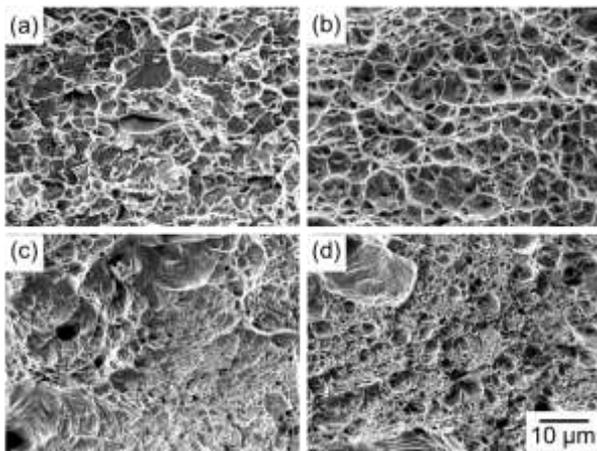


Fig. 4 Typical fracture surfaces of (a) DP, (b) TDP, (c) QT and (d) TM steels.

MPa, 1263 MPa, 8.2% and 11.1%, respectively. The *YS*, *TS*, *UEI* and *TEI* of the TDP steel were 522 MPa, 772 MPa, 25.6%, and 32.4%, respectively, implying that the TDP steel possessed lower *YS* and *TS* than the other steels, whereas *UEI* and *TEI* of the TDP steel were large. The *YS*, *TS*, *UEI* and *TEI* of the QT steel were 1066 MPa, 1181 MPa, 3.6% and 6.1%, respectively. The TM steel exhibited *YS* = 1075 MPa, *TS* = 1404 MPa, *UEI* = 4.5%, and *TEI* = 7.9%, corresponding to the highest *TS*. The initial volume fraction of retained austenite ( $f_{\gamma 0}$ ) and its carbon concentration ( $C_{\gamma 0}$ ) of the TDP steel were 9.06 vol% and 0.88 mass%, respectively whereas the  $f_{\gamma 0}$  of the TM steel possessed 4.70 vol%. Here, the  $C_{\gamma 0}$  of the TM

steel could not be calculated because of the extremely low value. Furthermore, the retained austenite characteristics of the TDP steel at uniformly deformed portion after tensile tests were  $f_{\gamma} = 2.30$  vol% and  $C_{\gamma} = 0.94$  mass%, and those of the TM steel were  $f_{\gamma} = 1.72$  vol% and  $C_{\gamma} = 0.63$  mass%, respectively, implying that a large amount of retained austenite in the TDP and TM steels were subjected to the martensitic transformation during tensile deformation.

Figure 4 shows the fracture surfaces of the steels after the tensile tests. The fracture surface of the DP steel was characterized by mixed fracture surface morphologies of the dimples, corresponding to ductile fracture and cleavage, which had a brittle morphology. The TDP steel possessed a fracture surface with dimples, and cleavage was hardly observed. By contrast, the fracture surface of the TM steel was composed of fine dimples, dimples with large diameters, and flat facets. Fine and shallow dimples and quasi-cleavage fracture surfaces were confirmed in the QT steel, which had a more brittle fracture surface than the TM steel.

### 3.2 Void initiation and growth behaviors during tensile deformation

Figures 5 and 6 show SEM micrographs of the cross-sectional area of the steels observed at a portion that was far from the fracture surface (corresponding to a relatively low tensile-deformed portion (Fig. 5)), and near the fracture surface, corresponding to a largely tensile-deformed portion (Fig. 6). Voids were initiated at the ferrite/martensite interfaces and at the interior of the martensite in the DP steel with a small plastic deformation region, and the number of voids at the ferrite/martensite interfaces and at the interior of the martensite increased owing to the large plastic deformation. The TDP steel possessed smaller and fewer voids initiated at the ferrite grain boundaries and ferrite/transformed martensite interfaces in the small plastic strain region compared to the DP steel. When a large plastic strain was applied to the TDP steel, the void size increased significantly. In the QT and TM steels, a large number of fine voids were initiated at the block, packet, and prior austenite grain boundaries of the martensite, and the number of voids increased

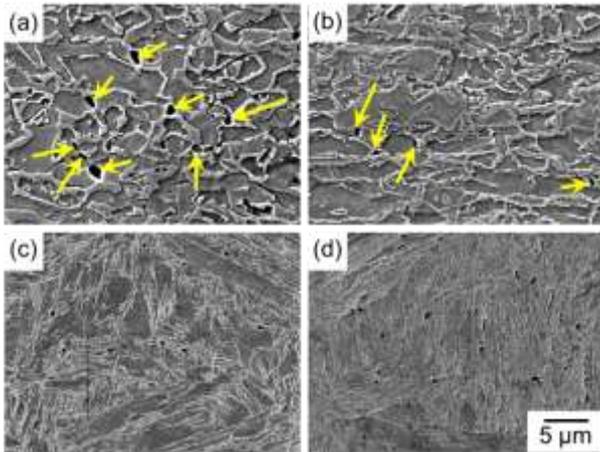


Fig. 5 SEM micrographs of cross-sectional area with small strain of (a) DP, (b) TDP, (c) QT and (d) TM steels. Yellow arrows represent voids.

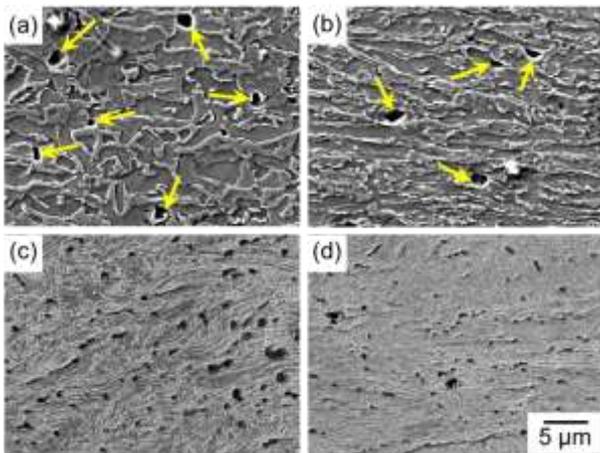


Fig. 6 SEM micrographs of cross-sectional area with large strain of (a) DP, (b) TDP, (c) QT and (d) TM steels. Yellow arrows represent voids.

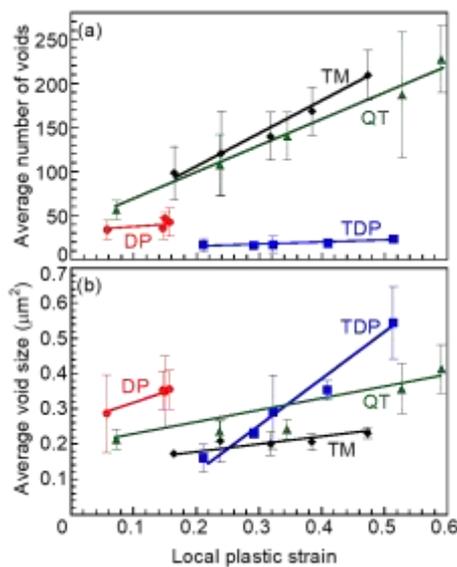


Fig. 7 Variations in (a) average number of voids and (b) average size of voids as a function of local strain in DP, TDP, QT and TM steels.

owing to the large plastic deformation, although the size of the voids hardly changed. The variations in the average number and size of the voids as a function of the local plastic strain in steels are shown in Fig. 7. The local plastic strain was calculated from the ratio of the thickness before and after tensile deformation, as observed using SEM. The average number of voids in the DP and TDP steels, which consisted of a polygonal ferrite matrix, hardly increased with increasing local plastic strain, and the average number of voids was small in comparison with that of the QT and TM steels, although the average number of voids drastically increased with increasing local plastic strain in the QT and TM steels, which were composed of a lath martensite matrix. In contrast, the average size of the voids in the TM and QT steels gradually increased with local plastic strain, whereas that of the DP and TDP steels increased significantly. In particular, the TDP steel possessed a small average void size at a local plastic strain of less than 0.3, whereas the average void size was significantly higher at a plastic strain of more than 0.3 compared to the QT steel.

### 3.3 Synchrotron X-ray diffraction measurements

Figures 8, 9, 10 and 11 show variations in elastic strain (i.e. stress) of  $\alpha$ ,  $\alpha'$  and  $\gamma$  phases, difference of elastic strain between ferrite and martensite ( $\Delta$ elastic strain), full width at half maximum (FWHM), change in relative full width at half maximum from initial value ( $\Delta$ FWHM, plastic strain), volume fraction of retained austenite and corresponding nominal stress-strain curve of the DP, TDP, QT and TM steels. Figure 12 shows variations in phase fractions of ferrite + martensite ( $f_{(\alpha+\alpha')}$ ) or martensite ( $f_{\alpha'}$ ) matrix, retained austenite ( $f_{\gamma}$ ) and transformed martensite ( $f_{\alpha T}$ ) as a function of nominal strain with nominal stress-strain curve in DP, TDP and TM steels. Although the microstructure of the DP steel consisted of ferrite and martensite, the elastic strain and FWHM of the diffraction peaks of both  $\alpha$ Fe321 and  $\gamma$ Fe311 were analyzed because of the appearance of diffraction peak of  $\gamma$ Fe311 slightly. Moreover, the elastic strains and FWHM of ferrite and martensite were analyzed separately because Gaussian fitting of the diffraction peaks of ferrite and martensite, which are generally observed at similar energies, could be

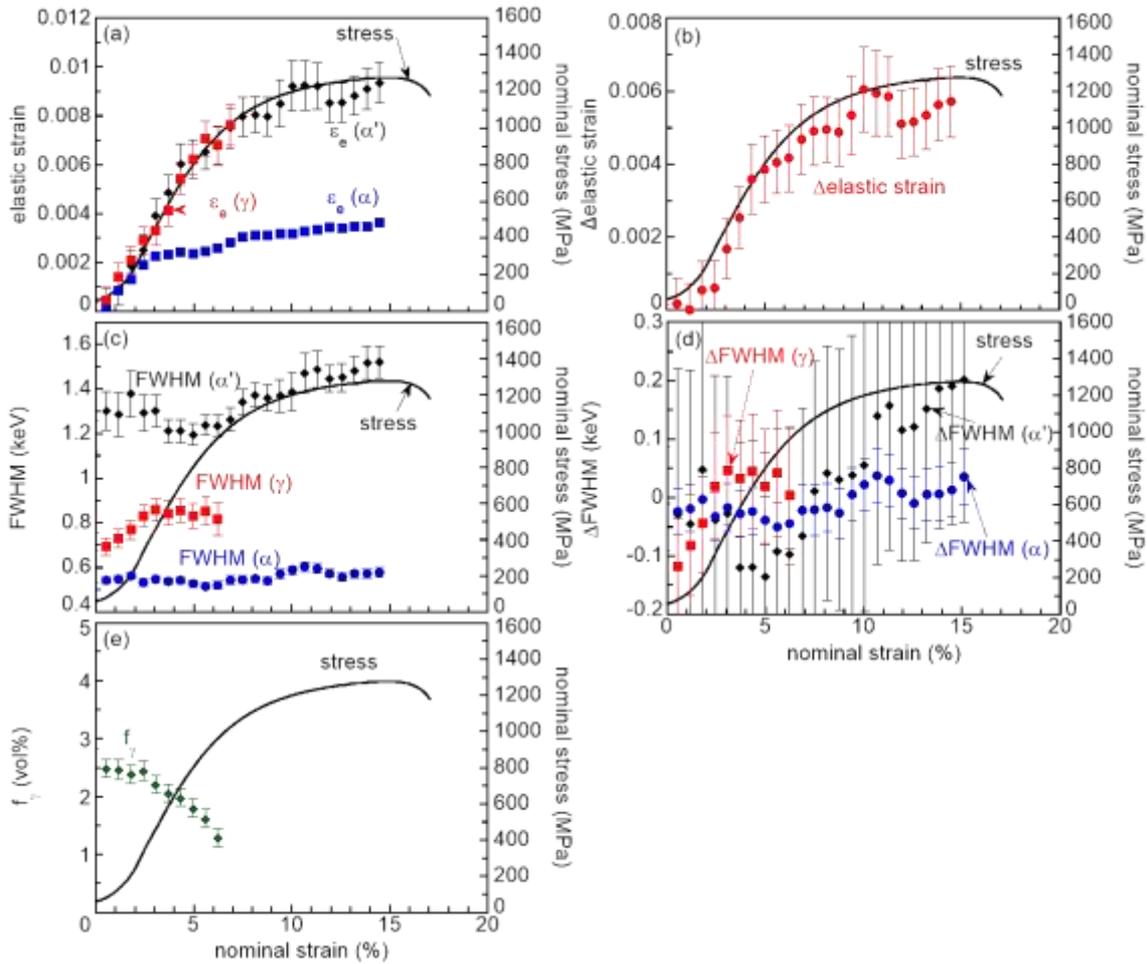


Fig. 8 Variations in (a) elastic strain ( $\epsilon_e$ ), (b) difference of elastic strain between ferrite and martensite ( $\Delta\epsilon_e$ ), (c) full width at half maximum (FWHM), (d) relative full width at half maximum ( $\Delta FWHM$ ) of ferrite ( $\alpha$ ), martensite ( $\alpha'$ ) and retained austenite ( $\gamma$ ) and (e) volume fraction of retained austenite ( $f_r$ ) as a function of nominal strain with nominal stress–strain curve in DP steel.

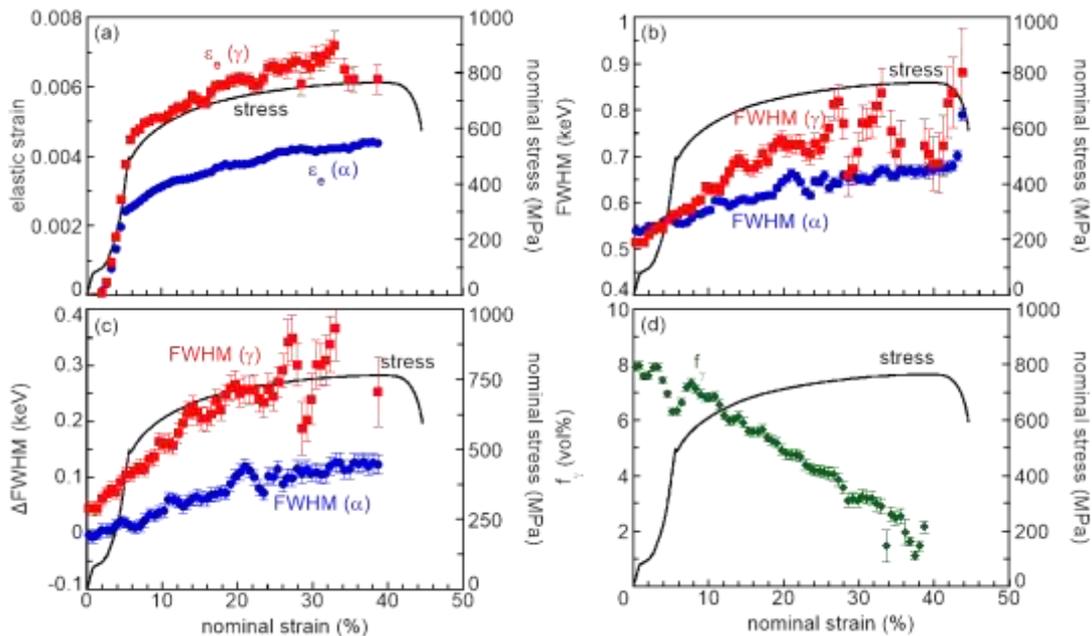


Fig. 9 Variations in (a) elastic strain ( $\epsilon_e$ ), (b) full width at half maximum (FWHM), (c) relative full width at half maximum ( $\Delta FWHM$ ) of ferrite ( $\alpha$ ) and retained austenite ( $\gamma$ ) and (d) volume fraction of retained austenite ( $f_r$ ) as a function of nominal strain with nominal stress–strain curve in TDP steel.

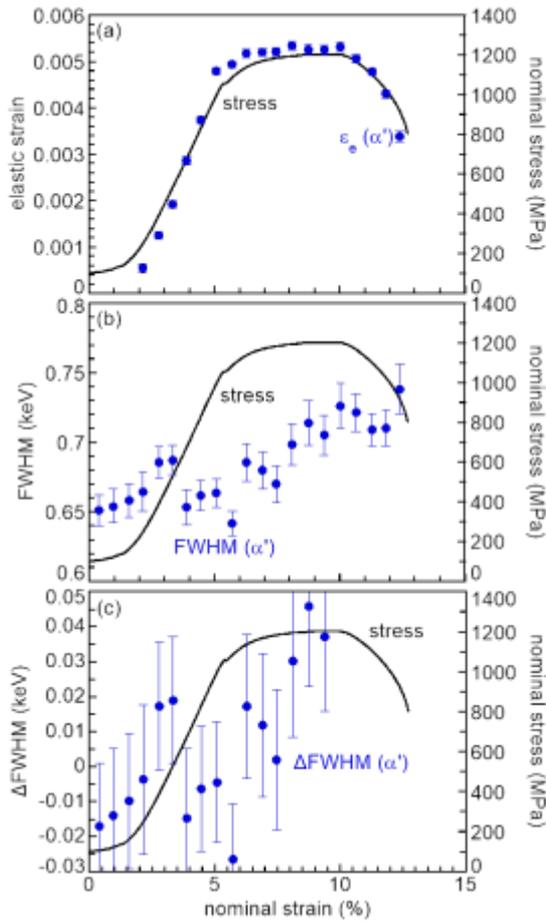


Fig. 10 Variations in (a) elastic strain ( $\epsilon_e$ ), (b) full width at half maximum (FWHM) and (c) relative full width at half maximum ( $\Delta$ FWHM) of martensite ( $\alpha'$ ) as a function of nominal strain with nominal stress-strain curve in QT steel.

carried out independently. The elastic strains of  $\alpha$ Fe321 and  $\gamma$ Fe311 drastically increased at the elastic region of nominal stress-strain curves, and then monotonically increased at the plastic region. The elastic strain of martensite was higher than that of ferrite, implying that a high tensile stress was applied to martensite during plastic deformation. At the plastic deformation region, FWHM of martensite of  $\alpha$ Fe321 increased drastically with increasing plastic strain in comparison with that of ferrite. The approximation of  $\gamma$ Fe311 could not be conducted accurately because the diffraction peak of  $\gamma$ Fe311 was small at the plastic region. The volume fraction of retained austenite could not be quantified because it gradually decreased in the elastic region, and the diffraction peaks of austenite disappeared. In the TDP steel, the elastic strain of martensite was not calculated due to inaccurate analysis of diffraction peaks owing to a small amount of martensite and overlapping of diffraction peaks of ferrite and martensite although the TDP steel contained the small amount of martensite in the matrix. The elastic strain of  $\alpha$ Fe321 and  $\gamma$ Fe311 monotonically increased with plastic deformation, and the  $\gamma$ Fe311 underwent higher stress than  $\alpha$ Fe321. In addition, FWHM of  $\alpha$ Fe321 and  $\gamma$ Fe311 both increased with plastic deformation, and the increment of FWHM of  $\gamma$ Fe311 was high in comparison with that of  $\alpha$ Fe321. The volume fraction of the retained austenite in

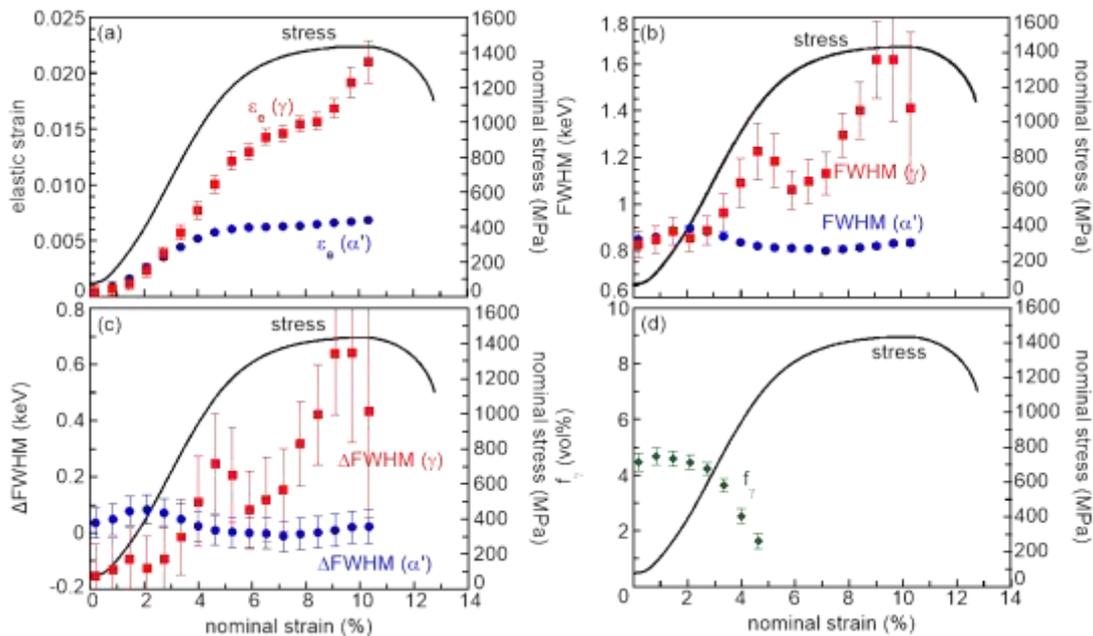


Fig. 11 Variations in (a) elastic strain ( $\epsilon_e$ ), (b) full width at half maximum (FWHM), (c) relative full width at half maximum ( $\Delta$ FWHM) of martensite ( $\alpha'$ ) and retained austenite ( $\gamma$ ) and (d) volume fraction of retained austenite ( $f_\gamma$ ) as a function of nominal strain with nominal stress-strain curve in TM steel.

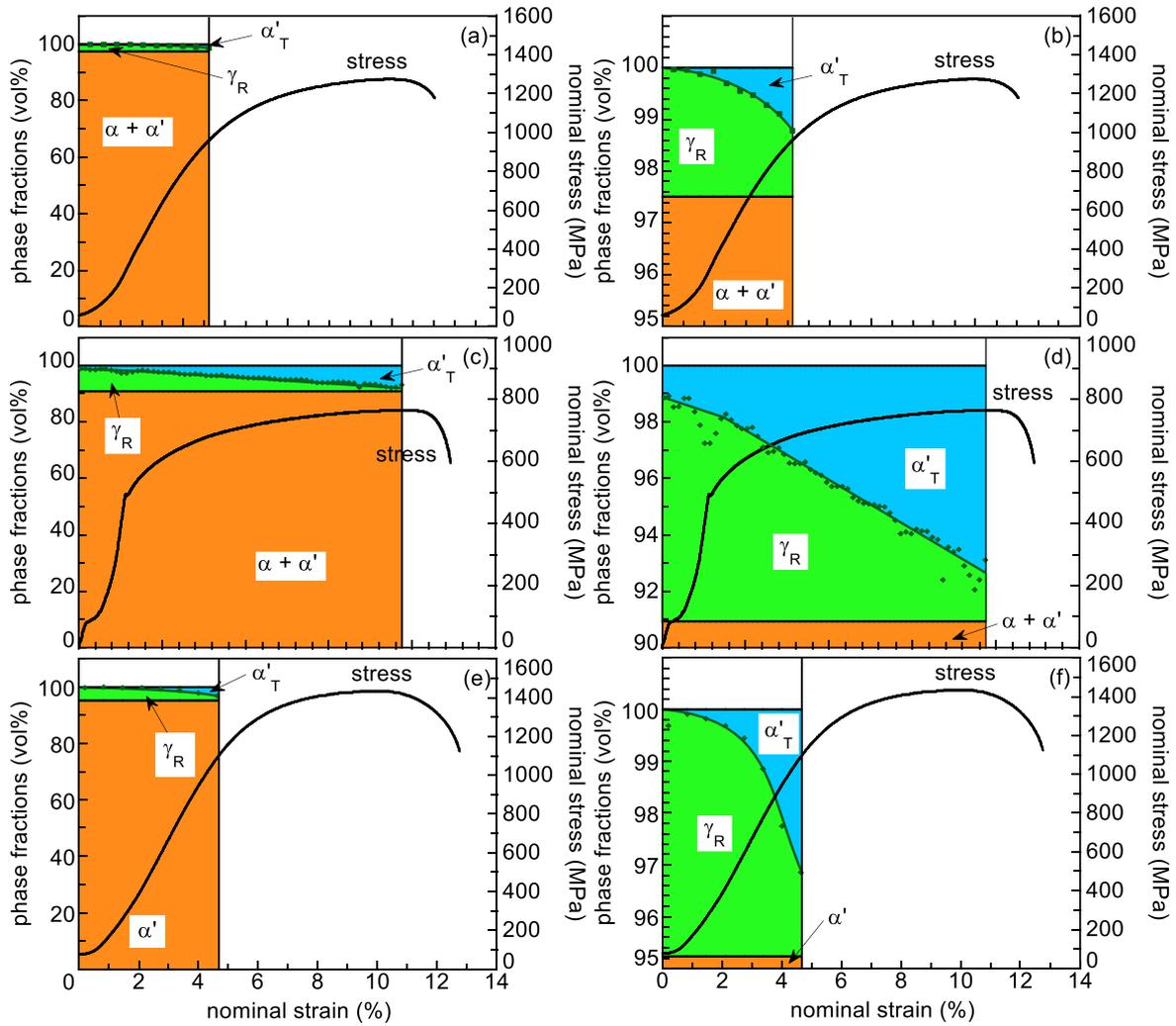


Fig. 12 Variations in phase fractions of ferrite + martensite ( $f_{(\alpha+\alpha')}$ ) or martensite ( $f_{\alpha'}$ ) matrix, retained austenite ( $f_{\gamma}$ ) and transformed martensite ( $f_{\alpha'T}$ ) as a function of nominal strain with nominal stress–strain curve in (a and b) DP, (c and d) TDP and (e and f) TM steel. (b), (d) and (f) represent enlarged graphs of phase fractions around 90–100%.

the TDP steel decreased monotonically with plastic deformation. The elastic strain of  $\alpha\text{Fe321}$  possessed similar behavior as nominal stress–strain curve in the QT steel, and FWHM monotonically increased at plastic region. In the TM steel, the elastic strain of  $\alpha\text{Fe321}$  and  $\gamma\text{Fe311}$  increased with progressing plastic deformation, which was similar behavior as that of the TDP steel, and  $\gamma\text{Fe311}$  was subjected to considerable stress during plastic deformation. Moreover, FWHM of  $\alpha\text{Fe321}$  hardly changed whereas that of  $\gamma\text{Fe311}$  obviously increased in the TM steel. The volume fraction of retained austenite in TM steel decreased with elastic and plastic deformation; in particular, a large amount of retained austenite transformed to martensite in the initial region of plastic deformation after yielding.

### 3.4 Void initiation and growth mechanisms of multi-phase steels

Figure 13 shows the band contrast, inverse pole figure (IPF), phase, and kernel average misorientation (KAM) maps near the void near the fracture region after the tensile tests of the DP, TDP, QT, and TM steels. The band contrast of ferrite was bright, and clear electron diffraction patterns were obtained although the EBSD analysis was performed in the vicinity of voids in the DP steel. By contrast, the TDP, QT, and TM steels exhibited dark region in band contrast, and a high KAM value was uniformly distributed around the void.

The average size of the voids in the DP and TDP steels possessing a ferrite matrix increased remarkably, whereas the number of voids increased slightly with increasing

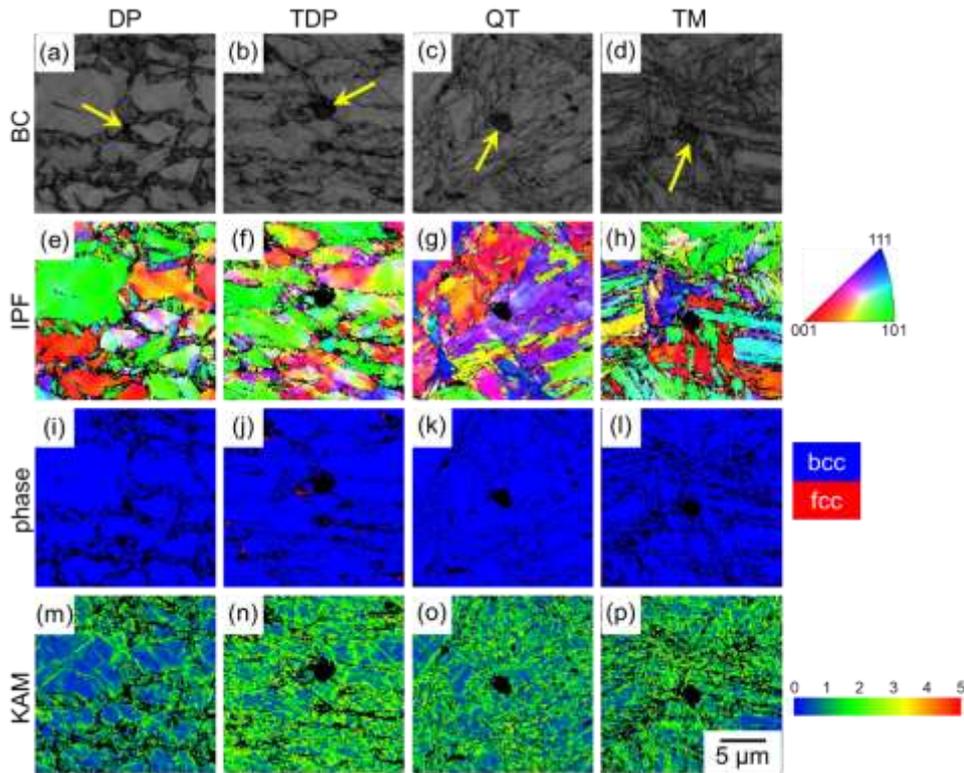


Fig. 13 (a-d) Band contrast (BC), (e-h) inverse pole figure (IPF), (i-l) phase and (m-p) kernel average misorientation maps of (a, e, i, m) DP, (b, f, j, n) TDP, (c, g, k, o) QT and (d, h, l, p) TM steels. Yellow arrows in (a-d) represent voids.

plastic strain in comparison with those of the QT and TM steels (Fig. 7). The martensite particles in the DP steel were located at the ferrite grain boundaries, whereas the blocky retained austenite in the TDP steel existed at the ferrite grain boundaries, and voids were initiated at the different phases of ferrite/martensite, ferrite/transformed martensite boundaries, or inside the martensite (Figs. 5, 6). Void initiation was promoted owing to the stress and plastic strain partitioning between each phase, resulting in the occurrence of the large difference of the plastic strain at the interfaces of each phase in the multi-phase steels such as DP and TDP steels, which are composed of the multiple phases with different strength and ductility<sup>22</sup>. Martensite was subjected to high stress and plastic strain compared with ferrite during tensile deformation since the elastic strain of martensite was significantly high, and FWHM of martensite was also high compared with those of ferrite in the DP steel (Fig. 8). According to the KAM map analyzed by EBSD in the vicinity of the voids after tensile deformation (Fig. 13), no remarkable increase in the KAM value of ferrite was observed, and the results exhibited a similar tendency to that of the synchrotron X-

ray diffraction measurement (Figs. 8, 13). Therefore, the voids might be initiated and grown at the phase boundaries between ferrite, whose amount of plastic strain was small, and martensite, which was subjected to a large amount of plastic strain, or at the interior of the martensite in the DP steel. By contrast, the tensile deformation progressed as the retained austenite was subjected to high stress, and the FWHM significantly increased in the TDP steel (plastic strain was applied to the retained austenite significantly) (Fig. 9). However, plastic deformation of ferrite might also occur because the FWHM of ferrite also increased with plastic strain, which was not as significant as that of the retained austenite in the TDP steel. These results are similar to those of the KAM map analyzed using EBSD in Fig. 13. The initiation and growth of voids were suppressed by the relaxation of stress and plastic strain, as drastic volume expansion occurred owing to the deformation-induced martensitic transformation of retained austenite in conventional multi-phase steels containing retained austenite<sup>23,24</sup>. In the TDP steels, the average number and size of voids might be small in comparison with those of the other steels, owing to the

suppression of the initiation and growth of voids due to the effective martensitic transformation of retained austenite in the early stage of tensile deformation. Here, the void size of the TDP steel was large in the region where the plastic strain was large compared to those of the QT and TM steels. Moreover, the martensitic transformation occurred continuously during tensile deformation in the TDP steel (Fig. 9). The suppression of newly initiated voids and the growth of pre-existing voids did not occur owing to the differences in strength and ductility between ferrite and transformed martensite because a large amount of retained austenite had already transformed in the later stage of plastic deformation. Therefore, void growth in TDP steels may be promoted at a later stage of plastic deformation.

Numerous fine voids were observed at the interfaces of the block, packet, and prior austenite grains of martensite in the QT and TM steels (Figs. 5 and 6). QT and TM steels exhibit relatively uniform deformation at the macro level owing to their fine and uniform martensite matrix<sup>25-27</sup>. Moreover, because the microstructure of the QT steel possessed a single martensite phase, the elastic strain and FWHM corresponding to the nominal stress and plastic strain of the tensile specimen were applied to the martensite (Fig. 10). Therefore, although the void initiation at the interfaces of different phases hardly occurred, the initiation of voids at the block, packet, and prior austenite grain boundaries might be promoted owing to the increase in the interfacial area, which was the void initiation site, resulting in an increase in the number of voids in the QT and TM steels. However, the growth of voids initiated at the block, packet, and prior austenite grain boundaries was suppressed because the boundaries acted as obstacles. This might have resulted in the suppression of void growth, although a large amount of plastic strain was applied (Fig. 7). In addition, the TM steel possessed 4.70 vol% of retained austenite (Table 2), and the tensile deformation of the TM steel progressed with subjecting to a high elastic strain and a large FWHM to retained austenite compared with those to martensite as a matrix (Fig. 11). Consequently, void growth was suppressed in the TM steel, although a small amount of

the retained austenite was transformed into martensite during tensile deformation.

## 4. Conclusions

In this study, the initiation and growth behaviors of voids during tensile deformation were analyzed in DP, TDP, QT, and TM steels to develop high-strength steel sheets with excellent tensile properties and press formability. The results are summarized as follows.

(1) Voids initiated at ferrite/martensite phase boundaries in the DP and TDP steels, and inside the martensite in the DP steel, whereas the void initiation sites were prior austenite grain, block and packet boundaries of martensite in the QT and TM steels.

(2) The size of the voids in the DP steel consisting of ferrite-martensite and the TDP steel with ferrite, martensite, and retained austenite multiphases increased significantly, although the number of voids increased slightly. However, the small size of a large number of voids initiated in the early stage of plastic strain, and the number of voids increased significantly, although the size of voids hardly increased in the large plastic deformation region in the QT and TM steels with a fine and uniform martensite matrix.

(3) The significant increase in the size of the voids owing to the application of plastic strain may be attributed to the stress and plastic strain partitioning between the different phases in the DP and TDP steels. By contrast, the initiation of a small and large number of voids may have been caused by the microstructure with a fine and uniform martensite matrix in the QT and TM steels.

(4)Suppressions of the initiation of voids in TDP steel and the growth of voids in TM steel can be attributed to the effective martensitic transformation of the retained austenite.

## Acknowledgements

A Part of this work was supported by the QST Advanced Research Infrastructure for Materials and Nanotechnology of the Ministry of Education, Culture, Sports, Science and Technology (MEXT), Japan (Grant No. JPMXP1224QS0020, and JPMXP1225QS0019). The

synchrotron radiation experiments were performed using a QST experimental station at QST(JAEA) beamline BL14B1, SPring-8, with the approval of the Japan Synchrotron Radiation Research Institute (JASRI) (Proposal No. 2024A3681, 2025A3681).

This paper has been accepted in ISIJ International, Vol. 66 (2026), No. 4, pp. OO-OO.  
<https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2025-335>

## References

- 1) G. Krauss: *steel res. int.*, **88**(2017), 1700038.
- 2) X. Long, F. Zhang, Z. Yang and B. Lv: *Mater. Sci. Eng. A*, **715**(2018), 10.
- 3) Y. Matsuki, K. Nakagawa, T. Shinmiya and Y. Tamai: *The Int. J. Adv. Manufact. Technol.*, **135**(2024), 4437.
- 4) K. Sugimoto, J. Sakaguchi, T. Iida and T. Kashima: *ISIJ Int.*, **40**(2000), 920.
- 5) M. Calcagnotto, Y. Adachi, D. Ponge and D. Raabe: *Acta Mater.*, **59**(2011), 658.
- 6) P. Movahed, S. Kolahgar, S. P. H. Marashi, M. Pouranvari and N. Parvin: *Mater. Sci. Eng. A*, **518**(2009), 1.
- 7) V. F. Zackay, E. R. Parker, D. Fahr and R. Bush: *Trans. Am. Soc. Met.*, **60**(1967), 252.
- 8) K. Sugimoto, M. Tsunazawa, T. Hojo and S. Ikeda: *ISIJ Int.*, **44**(2004), 1608.
- 9) M. Mukherjee, O. N. Mohanty, S. Hashimoto, T. Hojo and K. Sugimoto: *ISIJ Int.*, **46**(2006), 316.
- 10) K. Sugimoto, K. Nakano, S. Song and T. Kashima: *ISIJ Int.*, **42**(2002), 450.
- 11) K. Sugimoto, A. Nagasaka, M. Kobayashi and S. Hashimoto: *ISIJ Int.*, **39**(1999), 56.
- 12) G. Avramovic-Cingara, Y. Ososkov, M. K. Jain and D. S. Wilkinson: *Mater. Sci. Eng. A*, **516**(2009), 7.
- 13) M. Koyama, C. C. Tasan, E. Akiyama, K. Tsuzaki and D. Raabe: *Acta Mater.*, **70**(2014), 174.
- 14) M. Kikuzuki, K. Hayashi, Y. Tsunemi, S. Yabu and T. Matsuno: *Tetsu-to-Haganè*, **106**(2020), 244. (in Japanese)
- 15) Y. Mugita, M. Aramaki, M. Yamamoto, A. Takeuchi, M. Takeuchi, T. Yokota, Y. Funakawa and O. Furukimi: *ISIJ Int.*, **59**(2019), 1362.
- 16) A. Nagasaka, K. Sugimoto, M. Kobayashi and S. Hashimoto: *Tetsu-to-Haganè*, **85**(1999), 552. (in Japanese)
- 17) D. Van Pham, J. Kobayashi and K. Sugimoto: *ISIJ Int.*, **54**(2014), 1943.
- 18) K. Sugimoto, S. Song, J. Sakaguchi, A. Nagasaka and T. Kashia: *Tetsu-to-Haganè*, **91**(2005), 278. (in Japanese)
- 19) G. Lacroix, T. Pardoën and P. J. Jacques: *Acta Mater.*, **56**(2008), 3900.
- 20) D. J. Dyson and B. Holmes: *J. Iron Steel Inst.*, **208**(1970), 469.
- 21) T. Shobu, A. Shiro and Y. Yoshida: *J. Soc. Mater. Sci. Jpn.*, **56**(2020), 985. (in Japanese)
- 22) H. Ashrafi, M. Shamanian, R. Emadi and E. Ghassemali: *Acta Metallur. Sinica (English Letters)*, **33**(2019), 299.
- 23) M. Agnani, K.O. Findley and S.W. Thompson: *Int. J. Fatigue*, **188**(2024), 108529.
- 24) I.B. Timokhina, P.D. Hodgson and E.V. Pereloma: *Metallur. Mater. Trans. A*, **35A**(2004), 2331.
- 25) M.-h. Park, Y. Fujimura, A. Shibata and N. Tsuji: *Mater. Sci. Eng. A*, **916**(2024), 147301.
- 26) N. Koga, M. Fujita and C. Watanabe: *Mater. Trans.*, **62**(2021), 1424.
- 27) N. Koga, M. Fujita, K. Shibata and S. Nanba: *ISIJ Int.*, **64**(2024), 491.