

令和 4 年 6 月 27 日現在

機関番号：82108

研究種目：挑戦的研究(萌芽)

研究期間：2020～2021

課題番号：20K21083

研究課題名(和文)ミクロスケール塑性変形挙動に基づいたマルテンサイト鋼の脆性破壊特性の定量理解

研究課題名(英文)Quantitative understanding on brittle fracture of martensitic steel based on microscopic plastic deformation behavior

研究代表者

柴田 暁伸 (SHIBATA, Akinobu)

国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究拠点・グループリーダー

研究者番号：60451994

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 5,000,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では破壊過程に伴うミクロスケール塑性変形挙動を定量的に評価することを目的として実験を行った。水素脆性粒界クラック先端には塑性ひずみが局所集中していることをSEM-EBSD解析によって明らかにした。また、水素脆性擬へき開クラックの発生サイトは有限要素シミュレーションにおける塑性ひずみ最大の領域に対応しており、デジタル画像相関法により水素の存在によって塑性ひずみ量が増加する傾向を確認した。さらに、引張変形により導入される局所塑性ひずみ分布とマルテンサイト微視組織の関係をデジタル画像相関法によって調べた結果、旧オーステナイト粒界に優先的に塑性ひずみが集中することが明らかとなった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究では、マルテンサイト鋼の脆性破壊という具体的な現象において、その破壊過程におけるミクロスケール塑性変形挙動をSEM-EBSD解析、デジタル画像相関法、有限要素シミュレーションにより定量的に評価した。この結果は、破壊現象における原子スケール破壊特性 / ミクロスケールでの塑性変形挙動 / マクロ破壊特性の定量相関解明に関しての道筋を示したものであるため、破壊研究分野を飛躍的に発展させる契機となる可能性を十分に有していると言える。さらに脆性破壊を抑制するための材料組織制御法に繋がるため、耐破壊特性に優れた材料開発を通して、安全・安心な社会を構成するための社会基盤の構築に貢献しうるものである。

研究成果の概要(英文)：The present study investigated microscopic plastic deformation behavior accompanying fracture through scanning electron microscopy - electron backscattering diffraction (SEM-EBSD), digital image correlation(DIC) technique, and finite element simulation. For hydrogen-related intergranular fracture, the intense localization of plastic deformation around the crack tip was confirmed by SEM-EBSD. The hydrogen-related quasi-cleavage cracks formed at the surface of the notch root. The finite element simulations revealed that the plastic strains were maximum at the initiation sites of the quasi-cleavage cracks. Moreover, we confirmed by DIC technique that hydrogen enhanced the local plastic deformation. The relationship between martensite microstructure and plastic deformation behavior under tensile deformation was analyzed by DIC technique. The results suggested that plastic deformation was preferentially accumulated around the prior austenite grain boundaries.

研究分野：材料組織学

キーワード：脆性破壊 マルテンサイト鋼 塑性変形

1. 研究開始当初の背景

近年、二酸化炭素排出量削減などの観点から、燃費向上を目的とした輸送機器の車体重量軽量化が急務な状況となっており、鉄鋼材料のような構造用金属材料の高強度化を目指した研究が盛んに行われている。材料強度が上昇するにつれて、マクロな塑性変形を示さずに突然破壊に至る脆性破壊の発生頻度が高くなるため、この脆性破壊を抑制しない限り、高強度金属材料を実用化していくことは困難である。

耐脆性破壊特性に優れた高強度金属材料開発のための材料設計概念を提案していくためには、原子スケール・ミクロスケール(ナノ・マイクロメートルオーダー)の破壊挙動からマクロスケール(ミリメートルオーダー以上)での破壊特性を予測する理論を構築していく必要がある。ところが、第一原理計算などの計算シミュレーションによって求められる原子スケール破壊特性(原子間結合エネルギーや結晶粒界凝集エネルギーなど)と、実験研究により測定される材料全体の引張特性や破壊靱性値などのマクロ破壊特性の間には非常に大きなギャップが存在するのが現状である。例えば、鉄鋼材料の結晶粒界脆化に関して、第一原理計算によって見積もった種々の元素添加による原子スケールでの結晶粒界凝集エネルギーの変化量は数 J m^{-2} であると報告されている。一方、通常の破壊靱性試験により見積もられる鉄鋼材料のマクロ試験片における破壊エネルギーは数千～数万 J m^{-2} であり、数 J m^{-2} 程度の結晶粒界凝集エネルギーの変化が千倍以上のマクロ破壊エネルギーにどのように影響をおよぼすかは不明である。

原子スケール破壊特性とマクロ破壊特性を繋ぐための重要なファクターとなるのが、破壊に伴うマイクロレベルでの塑性変形である。金属材料のような塑性変形が容易に生じる材料では、例えマクロレベルにおいて脆性破壊が生じる場合であっても、クラック先端領域では塑性変形が必ず生じる。実際、破壊力学においても、塑性変形によるエネルギー吸収の重要性は認識されている。しかし、破壊に伴う塑性変形挙動を定量評価する技術がなかったため、これまで定性的な議論しかなされてこなかったのが現状である。一方で、最近、放射光 X 線回折法やデジタル画像相関法などのミクロスケールでの塑性変形挙動を正確に測定する手法が開発されてきており、破壊過程に伴うミクロスケールでの塑性変形挙動を定量的に評価することが可能となってきた。

2. 研究の目的

本研究では、原子スケール・ミクロスケールでの破壊挙動からマクロスケールでの破壊特性を予測する理論を構築していくことを最終ゴールとし、その端緒として、破壊過程に伴うミクロスケールでの塑性変形挙動を実験的に調べることを目的とした。

3. 研究の方法

一般的に、金属材料の破壊は、(i) クラック発生、(ii) クラック伝播開始、(iii) クラック伝播といった素過程からなる。これまでの脆性破壊に関する研究では、破壊特性をシャルピ衝撃試験や引張試験により評価している場合が多い。しかし、これらの試験により得られる特性値(シャルピ衝撃吸収エネルギー、破断応力、破断伸びなど)は、脆化感受性の相対指標としては有用であるが、各破壊素過程に対応する力学応答に分解することはできず、ミクロスケール領域での破壊挙動と関連させて議論していくことは難しい。一方で、破壊靱性試験によって、クラック進展距離(Δa)と破壊靱性値(J 積分値)の関係であるクラック進展抵抗曲線($J - \Delta a$ 曲線)を作成することができれば、クラック伝播過程に関連する特性値を得ることができる。

本研究では、マルテンサイト鋼において生じる破壊を研究対象とする。破壊進行時のクラック進展抵抗曲線を作成することによってマクロ破壊特性を評価すると共に、SEM-EBSD 解析、デジタル画像相関法、有限要素シミュレーションにより、破壊過程におけるクラック近傍領域のミクロスケールでの塑性変形挙動を詳細に調べた。

4. 研究成果

(1) 低炭素マルテンサイト鋼の水素脆性粒界破壊に伴う塑性変形挙動

Fig. 1(a)に、種々の水素濃度を有する試験片に対する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得られたクラック進展抵抗曲線を示す。除荷コンプライアンス試験は一定の変位量ごとに除荷-再荷重プロセスを含んでおり、この除荷-再荷重時のコンプライアンスを測定することによって、それぞれの段階でのクラック進展距離を評価することができる。水素濃度が高い水素チャージ材では、未チャージ材に比べて非常に小さな J 積分値でクラックが進展開始している。しかしクラックが進展開始した後、クラック進展抵抗曲線の傾きがゼロではなく、正の値を持っていることがわかる。これはクラックが一種の安定成長していることを意味している。そのため、水素濃度が高い場合であっても、水素脆性破壊は完全な不安定破壊ではなく、

安定クラック成長段階がある程度生じていると言える。Fig. 1(b)は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得られた開口変位量とクラック進展距離の関係を表したものである。クラック進展距離が同じ場合、開口変位量は水素濃度の増加に伴って減少している。そのため、水素チャージ材では未チャージ材と比べて同じ負荷荷重では開口変位量が大きくなるためにクラック伝播が容易に起こるのではなく、開口変位量が小さくてもクラックが伝播できるという特徴があることが明らかとなった。

Fig. 2 は粒界クラック先端領域の SEM-BSE 像および EBSD-KAM マップである ((a, b) 未チャージ材, (c, d) 水素チャージ材 ($H_0 = 4.00$ wt. ppm)). 未チャージ材ではクラック先端が顕著に鈍化しているが、クラック先端領域の KAM 値は比較的低い。これはクラック先端領域の塑性緩和が比較的広範囲で生じていることを意味している。水素チャージ材では、未チャージ材と比べるとクラック先端がほとんど鈍化していなかつ

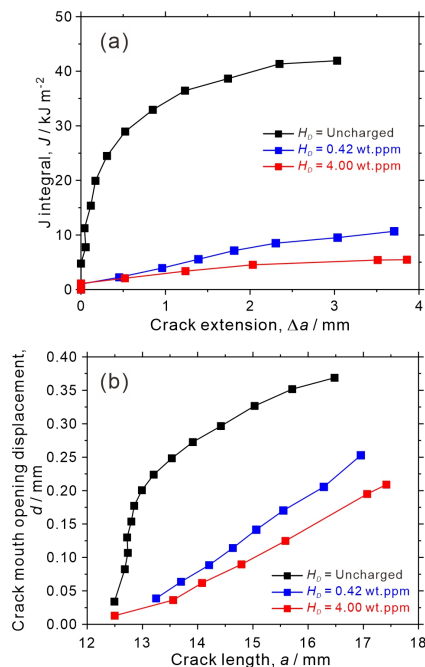


Fig.1 (a) クラック進展抵抗曲線, (b) 開口変位とクラック進展距離の関係. (A. Shibata et al., Mater. Sci. Eng. A, 831 (2022) 142288)

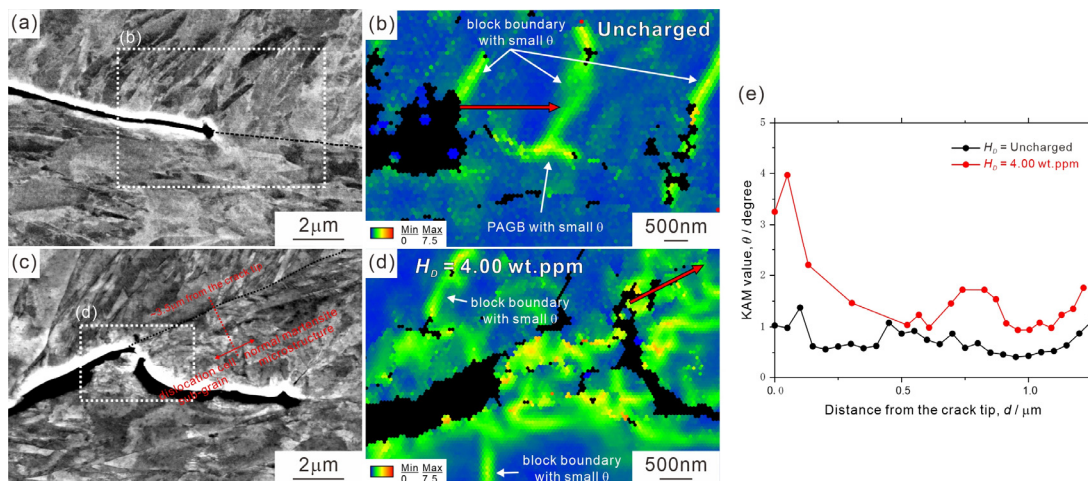


Fig.2 粒界クラック近傍の SEM 像および EBSD-KAM マップ ((a, b) 未チャージ材, (c, d) 水素チャージ材)と (e) KAM プロファイル (測定箇所は(b, d) に赤矢印で示している). (A. Shibata et al., Mater. Sci. Eng. A, 831 (2022) 142288)

た。また, Fig. 2(c, d) は水素脆性粒界クラックが旧オーステナイト粒内へと伝播経路を変化させる箇所を観察したものであり、粒界クラック先端領域では KAM 値が非常に高くなっている。これはクラック先端で局所的な塑性緩和が生じていることを意味している。そのため、未チャージ材では、クラック伝播が一旦停止すると、クラック先端が顕著に鈍化するため、マクロなクラック成長には更なる開口変位の増加（つまり J 積分値の増加）が必要となると考えられる。一方、水素チャージ材ではクラック先端がほとんど鈍化せず、粒界クラックの伝播が一旦停止しても、クラック前方で局所的な塑性緩和が生じた結果、旧オーステナイト粒内へとクラックが伝播経路を変化させるため、開口変位量が小さいままでクラック伝播が生じるのではと考えられる。

(2) 低炭素マルテンサイト鋼の水素脆性擬へき開破壊に伴う塑性変形挙動

応力集中係数 2.1 のノッチを導入した試験片の引張試験後のノッチ近傍領域を観察した SEM 像および EBSD 方位マップを Fig. 3 に示す。Fig. 3(b)の EBSD 方位マップには、結晶方位解析によって同定した各種境界・粒界（ブロック境界、パケット境界、旧オーステナイト粒界）の場所も示してある。ノッチ底でクラックが発生し、試験片内部へと伝播していることがわかる。またこのクラックはオレンジ色で示す{011}面のトレースと平行に伝播している。Fig. 4 は有限要素シミュレーションにより評価した最大荷重負荷時の(a, d) 最大主応力, (b, e) 相当塑性ひずみ, (c, f) 局所水素濃度である。Fig. 3 から同定した初期クラックの位置も示してあり、水素

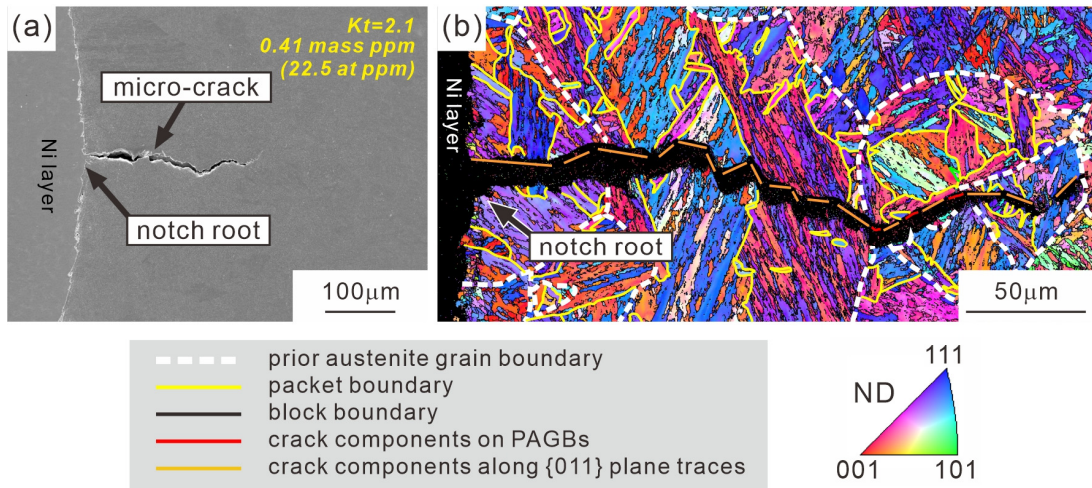


Fig.3 擬へき開クラック近傍のSEM像およびEBSD方位マップ. (A. Shibata et al., Acta Mater., 210 (2021) 116828)

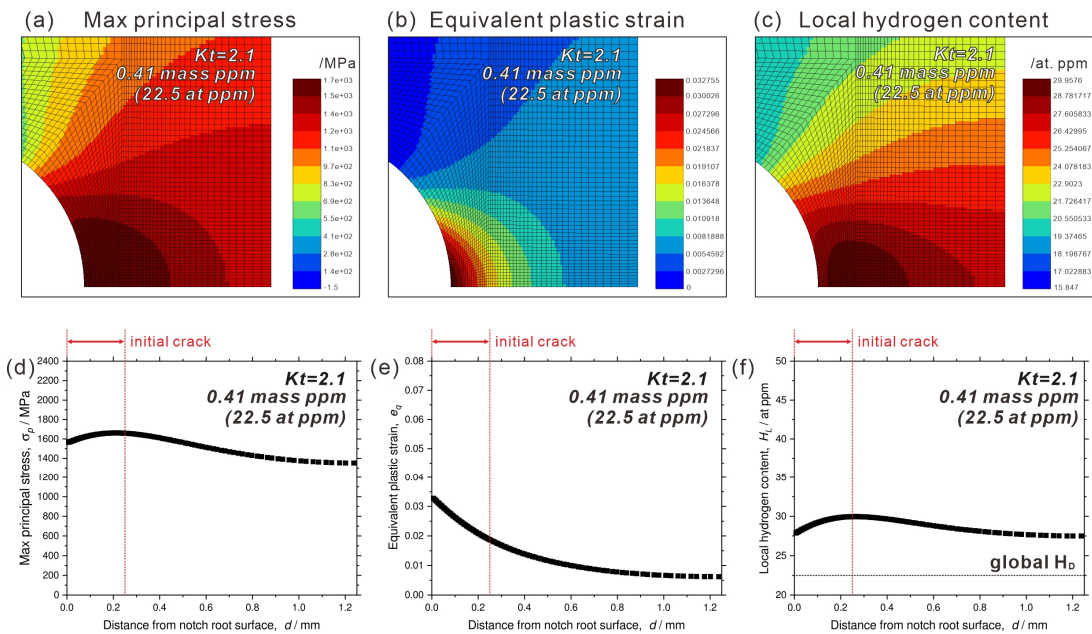


Fig.4 ノッチ底近傍の有限要素シミュレーション結果. (A. Shibata et al., Acta Mater., 210 (2021) 116828)

脆性擬へき開クラックは最大塑性ひずみ領域から発生していることがわかる。**Fig. 5** はノッチ近傍のデジタル画像相関解析結果であり、無負荷と最大荷重荷後に除荷した状態のSEM像を用いて解析したものである。塑性ひずみは均一ではなく、ブロック境界と平行に伸長したいくつかの高塑性ひずみ領域が観察できる (**Fig. 5** (b, c))。またこの高塑性ひずみ領域は{011}面と平行に近い。**Fig. 5**(d)は(c)に赤矢印で示した領域の結晶方位から作成した{011}極点図であり、各{011}面のSchmidt因子も併せて表示している。高塑性ひずみ領域と平行な{011}面はブロック境界に対応していること、そして高塑性ひずみ領域に対応している{011}面よりもSchmidt因子が高い{011}面が存在していることがわかる。つまり局所塑性変形挙動はマルテンサイト微視組織に大きく影響を受けることが明らかとなった。**Fig. 6** は

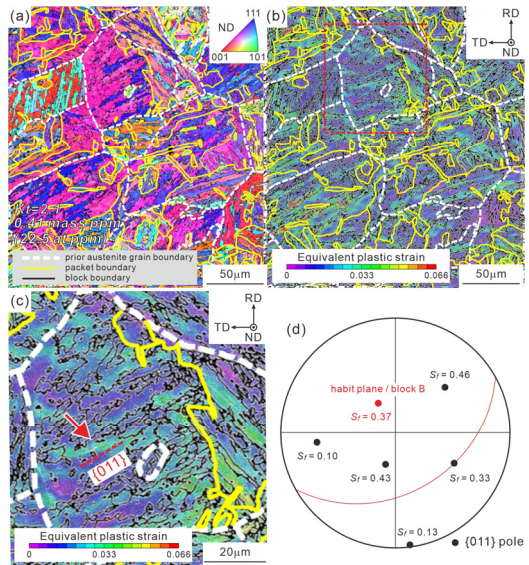


Fig.5 デジタル画像相関解析によって調べたノッチ底近傍の局所塑性ひずみ分布. (A. Shibata et al., Acta Mater., 210 (2021) 116828)

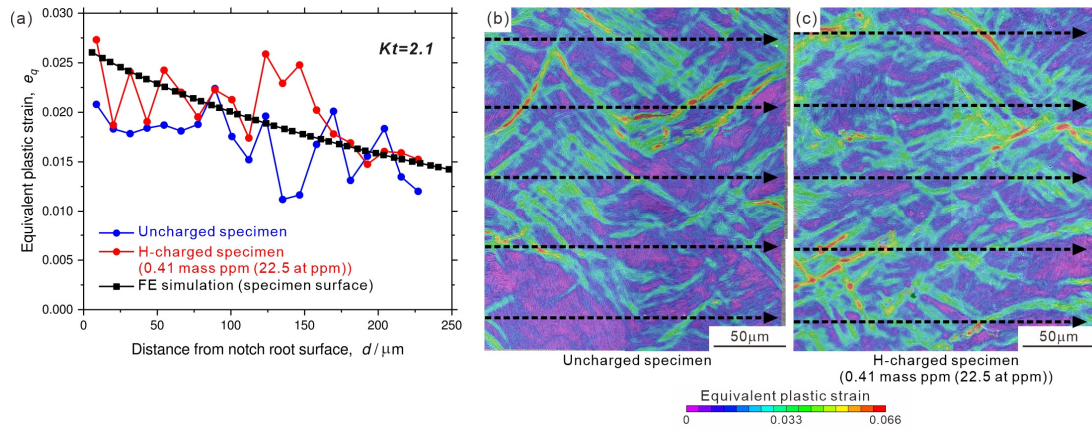


Fig.6 未チャージ材および水素チャージ材のノッチ近傍の塑性ひずみ分布の比較. (A. Shibata et al., *Acta Mater.*, 210 (2021) 116828)

水素の影響を明らかにするため、未チャージ材および水素チャージ材のノッチ近傍の塑性ひずみ分布を比較したものである。ノッチ底から離れるに従って、塑性ひずみ量が減少している。有限要素シミュレーション結果も表しており、デジタル画像相関解析によって評価した塑性ひずみ量は有限要素シミュレーション結果と同程度であることがわかる。水素チャージ材の方が、未チャージ材よりも、わずかではあるが、塑性ひずみ量が大きくなっており、これは水素によって塑性変形が助長されたことを示している。

(3) 低・中炭素マルテンサイト鋼を用いたその場塑性変形解析

SEM 内小型引張試験機を用いて、低炭素マルテンサイト鋼の各変形量における塑性変形挙動をデジタル画像相関法によりその場解析した結果を **Fig. 7** に示す (a) EBSD 結晶方位マップ, (b-f) 局所塑性ひずみ分布 (ϵ_{xx}) (公称応力: (b) 0 MPa, (c) 346 MPa, (d) 722 MPa, (e) 1024 MPa, (f) 1271 MPa). EBSD 方位マップと比較すると、マルテンサイト組織中に存在するブロック境界、パケット境界、旧オーステナイト粒界といったような様々な大角境界・粒界の近傍に塑性ひずみが局所的に集中していることがわかる。特に旧オーステナイト粒界近傍に塑性ひずみが大きく集中している箇所が確認される。各種粒界・境界近傍の塑性ひずみ量を定量的に評価したところ、負荷応力が降伏応力 (722 MPa) 以下の場合、塑性ひずみ分配は非常に小さかったが、それ以上になると塑性ひずみ分配が大きくなり、平均局所塑性ひずみ量は旧オーステナイト粒界が一番高かった。また中炭素マルテンサイト鋼およびマルテンサイト・フェライト 2 相鋼を用いて同様の解析を行った後に、水素チャージを行うことによって水素を導入した後、再度引張試験を行った。その結果、塑性変形が集中した領域にクラックが形成されることが明らかとなった。

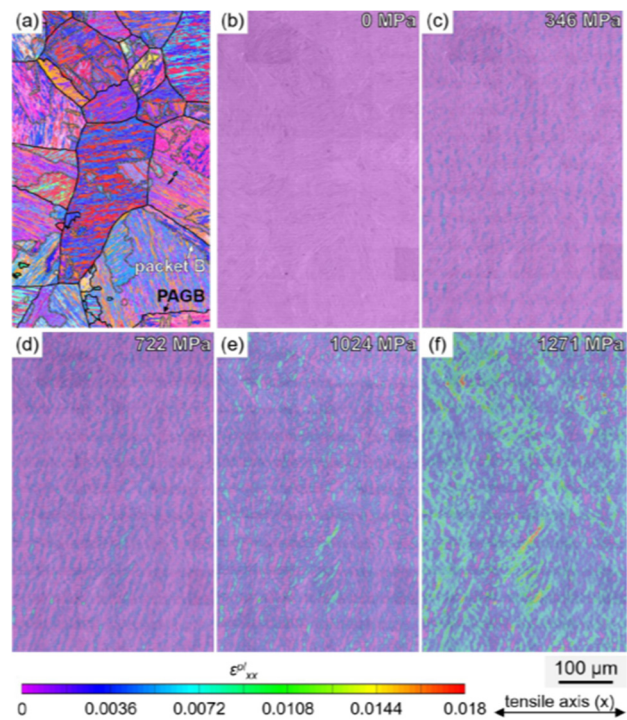


Fig.7 その場面画像相関解析によって局所塑性ひずみ分布。

また中炭素マルテンサイト鋼およびマルテンサイト・フェライト 2 相鋼を用いて同様の解析を行った後に、水素チャージを行うことによって水素を導入した後、再度引張試験を行った。その結果、塑性変形が集中した領域にクラックが形成されることが明らかとなった。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計7件（うち査読付論文 7件/うち国際共著 1件/うちオープンアクセス 3件）

1. 著者名 Matsumiya Hisashi, Shibata Akinobu, Okada Kazuho, Tsuji Nobuhiro	4. 巻 46
2. 論文標題 Characteristics of hydrogen-related fatigue fracture in 2Mn-0.1C martensitic steel	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 International Journal of Hydrogen Energy	6. 最初と最後の頁 37509 ~ 37517
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ijhydene.2021.09.011	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Momotani Yuji, Shibata Akinobu, Tsuji Nobuhiro	4. 巻 47
2. 論文標題 Hydrogen embrittlement behaviors at different deformation temperatures in as-quenched low-carbon martensitic steel	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 International Journal of Hydrogen Energy	6. 最初と最後の頁 3131 ~ 3140
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ijhydene.2021.10.169	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Shibata Akinobu, Gutierrez-Urrutia Ivan, Okada Kazuho, Miyamoto Goro, Madi Yazid, Besson Jacques, Tsuzaki Kaneaki	4. 巻 831
2. 論文標題 Relationship between mechanical response and microscopic crack propagation behavior of hydrogen-related intergranular fracture in as-quenched martensitic steel	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering: A	6. 最初と最後の頁 142288 ~ 142288
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.msea.2021.142288	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Okada Kazuho, Shibata Akinobu, Gong Wu, Tsuji Nobuhiro	4. 巻 225
2. 論文標題 Effect of hydrogen on evolution of deformation microstructure in low-carbon steel with ferrite microstructure	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Acta Materialia	6. 最初と最後の頁 117549 ~ 117549
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.actamat.2021.117549	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

1. 著者名 Shibata Akinobu, Takeda Yasunari, Kimura Yuuji, Tsuji Nobuhiro	4. 巻 12
2. 論文標題 Hydrogen-Related Fracture Behavior under Constant Loading Tensile Test in As-Quenched Low-Carbon Martensitic Steel	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Metals	6. 最初と最後の頁 440 ~ 440
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.3390/met12030440	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 Park Myeong-heom, Shibata Akinobu, Tsuji Nobuhiro	4. 巻 7
2. 論文標題 Challenging Ultra Grain Refinement of Ferrite in Low-C Steel Only by Heat Treatment	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Frontiers in Materials	6. 最初と最後の頁 604792 ~ 604792
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.3389/fmats.2020.604792	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 Shibata Akinobu, Yonemura Takashi, Momotani Yuji, Park Myeong-heom, Takagi Shusaku, Madi Yazid, Besson Jacques, Tsuji Nobuhiro	4. 巻 210
2. 論文標題 Effects of local stress, strain, and hydrogen content on hydrogen-related fracture behavior in low-carbon martensitic steel	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Acta Materialia	6. 最初と最後の頁 116828 ~ 116828
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.actamat.2021.116828	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

〔学会発表〕 計13件 (うち招待講演 5件 / うち国際学会 1件)

1. 発表者名 岡田和歩, 柴田暁伸, 辻伸泰
2. 発表標題 BCC鋼の水素脆性擬へき開破壊におけるserrated markingsの起源
3. 学会等名 日本鉄鋼協会秋季講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 岡田和歩, 柴田暁伸, 辻伸泰
2. 発表標題 マルテンサイト鋼およびフェライト鋼における水素脆性擬へき開破壊の微視的特徴
3. 学会等名 日本鉄鋼協会秋季講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 柴田暁伸, グティエレス ウルティア イヴァン, 中村晶子, 宮本吾郎, Yazied Madi, Jacques Besson, 原 徹, 津崎兼彰
2. 発表標題 マルテンサイト鋼における粒界クラックのマルチスケール3次元解析
3. 学会等名 日本金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 柴田暁伸, グティエレス ウルティア イヴァン, 岡田和歩, 宮本吾郎, Yazied Madi, Jacques Besson, 津崎兼彰
2. 発表標題 マルテンサイト鋼の水素脆性クラック伝播挙動
3. 学会等名 ISSS 2021ポストシンポジウム (招待講演)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Akinobu Shibata, Kazuho Okada, Yuji Momotani, Yu Bai, Nobuhiro Tsuji
2. 発表標題 Microstructural and Crystallographic Studies on Hydrogen-related Fracture in Martensitic Steels
3. 学会等名 International Conference on Martensitic Transformation (ICOMAT) 2022 (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 松宮 久, 岡田和歩, 前河佳晃, 柴田暁伸, 辻 伸泰
2. 発表標題 低炭素マルテンサイト鋼における水素誘起疲労破壊と微視組織の関係
3. 学会等名 日本鉄鋼協会春季講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 柴田暁伸, Ivan Gutierrez-Urrutia, 中村晶子, 宮本吾郎, 原 徹, 津崎兼彰
2. 発表標題 マルテンサイト鋼における水素脆性粒界クラックの3次元形態
3. 学会等名 日本鉄鋼協会春季講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 松宮 久, 辻 伸泰, 柴田 暁伸, 岡田 和歩
2. 発表標題 マルテンサイト鋼とフェライト・パーライト鋼の疲労破壊挙動に及ぼす水素の影響
3. 学会等名 日本鉄鋼協会秋季講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 岡田 和歩, 柴田 暁伸, 辻 伸泰
2. 発表標題 フェライト鋼の水素脆性擬へき開破壊におけるserrated markingsの起源
3. 学会等名 日本鉄鋼協会秋季講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 柴田 暁伸, Ivan GUTIERREZ URRUTIA, 岡田 和歩, 宮本 吾郎, Yazied Madi, Jacques Besson, 辻 伸泰
2. 発表標題 高強度マルテンサイト鋼の水素脆性粒界クラック
3. 学会等名 MRMフォーラム (招待講演)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 柴田暁伸, Ivan GUTIERREZ URRUTIA, 岡田和歩, 宮本吾郎, Yazid MADI, Jacques BESSON, 津崎兼彰
2. 発表標題 マルテンサイト鋼の水素脆性粒界クラック
3. 学会等名 日本金属学会春期講演大会 (招待講演)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 柴田暁伸
2. 発表標題 マルテンサイト鋼の低温脆性破壊および水素脆性破壊
3. 学会等名 日本鉄鋼協会春季講演大会 (招待講演)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 松宮久, 前河佳晃, 岡田和歩, 柴田暁伸, 辻伸泰
2. 発表標題 マルテンサイト鋼における水素誘起疲労クラック伝播挙動
3. 学会等名 日本鉄鋼協会春季講演大会
4. 発表年 2021年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関			
フランス	Mines ParisTech			