

京都大学	博士 (工学)	氏名	HWANG SUK YOUNG
------	---------	----	-----------------

論文題目	Nature of serration behavior in high-Mn austenitic steel (高 Mn 鋼のセレーション挙動の本質)
------	--

(論文内容の要旨)

本論文は、高 Mn 鋼 (Fe-22Mn-0.6C, mass%) の応力-ひずみ曲線上に生じる鋸歯状の応力変動であるセレーション挙動の本質の解明を目的として、引張変形中のその場放射光 X 線回折法とデジタル画像相関法 (DIC 法) などを用いて系統的に調査し、材料全体の力学特性との関連を調査・議論した実験研究成果を取りまとめたものであり、全 5 章から成っている。

第 1 章は序論であり、本研究の背景と目的を示している。高強度と高延性を兼ね備えた優れた機械的特性を持つ高 Mn 鋼は、新世代の先進鉄鋼材料として大きな注目を受けている。高 Mn 鋼の塑性変形時には、転位すべりの他に変形双晶が発生することが知られている。高 Mn 鋼のように積層欠陥エネルギー (Stacking Fault Energy : SFE) の低い FCC 合金で変形双晶が生じると、高強度とともに大きな引張延性がしばしば得られるようになる。こうした現象は、Twinning Induced Plasticity (TWIP) 効果として知られている。一方、炭素を含有する高 Mn 鋼は応力-ひずみ曲線上にセレーションを示すことが多く、このことが同材料の優れた加工硬化特性と関係していると考えられている高 Mn 鋼に関する研究開発が大きく進展した一方で、TWIP 効果が生じる根本的な理由や、セレーション挙動が高 Mn 鋼の機械的性質に及ぼす影響は、まだ深く理解されていない。高 Mn 鋼を含む金属合金のセレーション挙動は古くから知られており、溶質原子と転位との相互作用、すなわち動的ひずみ時効 (Dynamic Strain Aging: DSA) や Portevin-Le Chatelier (PLC) 効果に起因するものと考えられてきた。しかし、ナノスケールで生じる溶質原子と転位の相互作用が、どのようにして材料の全体的な変形応答であるセレーションとして現れるのかについては、未だに明らかではなかった。本研究は、典型的な高強度 TWIP 鋼である Fe-22Mn-0.6C (mass%) 合金を題材とし、引張変形中のその場放射光 X 線回折法とデジタル画像相関法 (DIC 法) といった先端的な解析法を駆使して、材料のメゾスケールの変形挙動とセレーションの関係を詳細に調べることにより、セレーション挙動の本質を明らかにしようとしたものである。

第 2 章では、Fe-22Mn-0.6C のセレーション挙動のメゾスコピックな特徴を、DIC 法とその場放射光 X 線回折により明らかにした。引張試験中のその場 DIC 法を用いた試験片平行部の局所ひずみ分布解析により、引張変形中に試験片には Portevin-Le Chatelier band (PLC バンド) と呼ばれる不均一変形帯の形成、伝播、消滅が繰り返し生じ、その応答として応力-ひずみ曲線状にセレーションが現れることが明らかになった。塑性変形の大部分は PLC バンド内で生じ、PLC バンド外の塑性ひずみの増加はわずかであることが明らかになった。試験片平行部の特定の位置に放射光 X 線を照射し、引張試験中のその場 X 線回折測定を行なったところ、セレーションのピークごとに X 線ビーム位置の格子ひずみが増加した。これは、PLC バンドが平行部内から消滅したことにより、試験片全体の塑性変形が停滞し、大きな弾性変形が生じたためであることが明らかとなった。平行部内に再び PLC バンドが形成されると、塑性変形が再開して格子ひずみが大きく低下し、急激な応力低下をもたらす。これが鋸歯状の応力変動 (セレーション) が生じる理由である。また、X 線照射位置を PLC バンドが通過すると、その位置の転位密度が急激に増加し、PLC band 内に多数の転位が導入されるこ

京都大学	博士 (工学)	氏名	HWANG SUK YOUNG
<p>とも見いだした。</p> <p>第3章では、前章の結果を受け、同一の試験片に対して引張変形中の DIC 法による局所ひずみ・ひずみ速度測定と放射光 X 線回折をその場適用し、DSA 効果と PLC バンドの生長との相関関係を調べた。引張変形後期の平均転位速度を、得られた PLC バンド内外の転位密度と平均ひずみ速度から測定位置ごとに算定すると、PLC バンド外における転位の平均移動速度は <math>10^0 \text{ nm s}^{-1}</math> のオーダーであり、PLC バンド内では <math>10^{-2} \text{ nm s}^{-1}</math> のオーダーであった。一方、従来報告されている炭素の拡散係数データより求めた炭素の拡散距離は 1 秒あたり <math>2.1 \times 10^{-6} \text{ nm}</math> であり、転位速度と比較すると炭素の拡散が極めて遅いことが明らかとなった。これらの結果から、炭素が拡散して移動中の転位に追いつき転位を固着するという従来の考え方ではなく、PLC バンドの通過とともに領域の転位速度が低下すると、数多く存在する固溶炭素（あるいは C-Mn 対）に転位が捕捉されるという新しい DSA 現象の解釈モデルを示している。応力集中により新たな PLC バンドが生じると、PLC バンド内では転位は固着から解放されるが、PLC バンドの通過とともに再度転位のロッキングが生じる。このような局所的な DSA 効果が繰り返し起こり、PLC band の伝播とともに試験片が徐々に加工硬化していくことを明らかにした。</p> <p>第4章では、<math>0.86 \mu\text{m}</math> から <math>17 \mu\text{m}</math> までの様々な平均粒径を有する Fe-22Mn-0.6C 試験片を冷間圧延と焼鈍を繰り返す加工熱処理プロセスによって作製し、前章までに得られた知見をもとに、セレーション挙動に及ぼすマトリクス結晶粒径の影響を調べている。DIC 法を用いることによって、各平均粒径の試料中の PLC バンドの移動速度を調べると、結晶粒の微細化に伴って PLC バンドの移動速度が低下することがわかった。これは、結晶粒の微細化に伴って PLC バンド内の領域と PLC バンド外の領域との間の変形応力（強度）の差が拡大し、また試験片全体の加工硬化が進行して加工硬化速度が低下することによって、PLC バンド内に集中するひずみ量が大きくなるとともに、PLC バンドの移動により長い時間（マクロな一定ひずみ速度変形下でのより大きなひずみ集中量）が必要になったためであることを論考している。</p> <p>第5章は総括であり、本研究で得られた結果を要約しまとめている。</p>			

## (論文審査の結果の要旨)

本論文は、高 Mn 鋼におけるセレーション挙動を、引張変形中のその場放射光 X 線回折とデジタル画像相関法 (DIC 法) による局所ひずみ・ひずみ速度解析という先端的手法を用いた実験手法により系統的に調査し、議論した実験研究の結果を取りまとめたものである。得られた主な成果は次の通りである。

1. 典型的な高強度高 Mn 鋼である 22Mn-0.6C 鋼 (wt.%) におけるセレーション挙動のメゾスコピックな性質を、引張変形中の DIC 法とその場放射光 X 線回折により明らかにした。DIC 法により、セレーション挙動は引張試験片中の PLC バンドの形成・伝播・消滅と一対一対応することが明らかになった。試験片の塑性ひずみが主に PLC バンド内で担われ、それ以外の部分の塑性ひずみは小さくほぼ一定であることを見いだした。
2. 引張変形中のその場放射光 X 線回折と DIC 解析の結果を用いて、DSA 現象と PLC バンドの運動との相関関係を調べた。DIC により得られた局所ひずみムービーと X 線回折により得られた転位密度測定結果によれば、PLC バンド外における平均転位速度は  $10^{-2} \text{ nm s}^{-1}$  のオーダーであり、PLC バンド内の転位速度は  $10^0 \text{ nm s}^{-1}$  のオーダーであった。一方、室温における本合金中の炭素の拡散速度は  $2.1 \times 10^{-6} \text{ nm s}^{-1}$  であり、転位速度よりも極めて遅い値であった。こうした結果より、炭素が拡散して移動中の転位に追いつき転位を固着するという従来の考え方ではなく、PLC バンドの通過とともに領域の転位速度が低下すると、数多く存在する固溶炭素 (あるいは C-Mn 対) に転位が捕捉されるという新しい DSA 現象の解釈モデルを示した。
3.  $0.86 \mu\text{m}$  から  $17 \mu\text{m}$  までの様々な平均粒径を有する 22Mn-0.6C 鋼を作製し、前章までに得られた知見をもとに、セレーション挙動に及ぼすマトリクスの結晶粒径の影響を調べた。DIC 解析の結果、結晶粒微細化に伴って PLC バンドの移動速度が低下することが明らかになった。これは、マトリクスの結晶粒微細化に伴って PLC バンド内の領域と PLC バンド外の領域との間の変形応力 (強度) の差が拡大し、また試験片全体の加工硬化が進行して加工硬化速度が低下することによって、PLC バンド内に集中するひずみ量が大きくなるとともに、PLC バンドの移動により長い時間が必要になったためであると結論づけた。

以上の成果をまとめた本論文は、従来から知られていたがその本質が明らかでなかったセレーション現象が、PLC バンドの運動というメゾスコピックな材料の不均一変形挙動によるものであることを証明した初めての実験研究である。得られた結果より動的ひずみ時効 (DSA) 現象に対する新しい解釈モデルも提案している。セレーションは材料の加工硬化の促進を通じて高強度・高延性材料の実現をもたらすことができることから、得られた研究成果は学術上、實際上寄与するところが少なくない。よって、本論文は博士 (工学) の学位論文として価値あるものと認める。また、令和 3 年 1 月 21 日、論文内容とそれに関連した事項について試問を行って、申請者が博士後期課程学位取得基準を満たしていることを確認し、合格と認めた。

なお、本論文は、京都大学学位規程第 14 条第 2 項に該当するものと判断し、公表に際しては、(令和 6 年 3 月 22 日までの間) 当該論文の全文に代えてその内容を要約したものとすることを認める。