

引張変形中の in-situ 局所内部応力測定による 変形誘起マルテンサイト変態挙動の解析

Deformation-induced Martensitic Transformation Behavior Analyzed by In-situ Measurement of Local Internal Stress Field

柴田 暁伸^a, 陳 美伝^a, 松本 晃英^a, 坪井 瑞記^a, 桃谷 裕二^a,
寺田 大将^a, 宮澤 知孝^b, 佐藤 眞直^b, 辻 伸泰^a
Akinobu Shibata^a, Meichuan Chen^a, Akihide Matsumoto^a, Mizuki Tsuboi^a, Yuji Momotani^a,
Daisuke Terada^a, Tomotaka Miyazawa^b, Masugu Sato^b, Nobuhiro Tsuji^a

^a 京都大学, ^b(公財)高輝度光科学研究センター
^aKyoto University, ^bJASRI

Fe-24Ni-0.3C 合金の引張変形中の局所内部応力テンソルを、白色 X 線マイクロビームとエネルギー分散型 X 線回折を用いて測定し、変形誘起マルテンサイト変態とオーステナイトの局所内部応力テンソルの関係を調べた。その結果、母相オーステナイトの局所内部応力テンソルとマルテンサイト変態に伴う形状ひずみの相互作用エネルギーが大きいマルテンサイトバリエーションが優先的に生成していることが明らかとなった。

キーワード： 変形誘起マルテンサイト変態、バリエーション選択則、白色 X 線マイクロビーム、エネルギー分散型 X 線回折、EXDM、局所内部応力テンソル

背景と研究目的：

鉄鋼材料を代表とする構造用金属材料は、高強度であり、かつ加工性・成形性といった延性にも優れていることが求められる。変態誘起塑性(Transformation Induced Plasticity, TRIP)は、母相オーステナイトが変形中に強度の高いマルテンサイトに変態(変形誘起マルテンサイト変態)することによって、ネッキングの発生と伸展を抑制する現象であり、高強度・高延性を実現する手法の一つである。

鉄合金におけるマルテンサイト変態の場合、母相オーステナイトとマルテンサイトは Kurdjumov - Sachs の結晶方位関係($\{111\}_A // \{011\}_M$, $\langle -101 \rangle_A // \langle -1-11 \rangle_M$)を満たすため、一つのオーステナイト粒から 24 種類のマルテンサイトバリエーションが生成し得る。TRIP 効果の発現機構である変形誘起マルテンサイト変態では、種々の方位を有するマルテンサイトバリエーションがランダムに生成するわけではなく、特定の方位のマルテンサイトバリエーションが優先的に生成する。この現象はバリエーション選択則と呼ばれている。変形誘起マルテンサイト変態におけるバリエーション選択則を理論的に解明することができれば、生成するマルテンサイトの方位を制御することが可能になり、TRIP 効果をさらに向上させることができるようになると思われる。

変形誘起マルテンサイト変態のバリエーション選択則に関しては、これまでにいくつかのモデルが提案されてきている[1, 2]が、特に多結晶材でのバリエーション選択則について十分な理解が得られていないのが現状である。これは引張変形中の多結晶材の局所的な応力テンソルが、外部応力とは異なった不均一なものであることに起因していると考えられる。

近年、Kajiwara らは白色 X 線マイクロビームとエネルギー分散型 X 線回折を用いた局所内部応力測定技術(Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy, EXDM)を開発している[3]。この手法を用いれば、変形誘起マルテンサイト変態が生じる前の母相オーステナイト中の局所的な内部応力テンソルを直接測定することができる。そこで本研究では、EXDM による局所内部応力テンソル測定技術[3]を利用して、引張変形中の多結晶オーステナイトの局所内部応力テンソルを測定し、変形誘起マルテンサイト変態におけるバリエーション選択則とオーステナイトの局所内部応力テンソルの関係を明らかにすることを目的として実験を行った。

実験：

試料は室温での引張変形によりレンズ状マルテンサイトが生成する Fe-24Ni-0.3C(wt %)合金を用いた。放電加工により平行部長さ：3 mm、平行部幅：1 mm、厚さ：0.3 mm の引張試験片を切り出し、1300°C、10 min の焼鈍処理を施した後、水冷した。熱処理後の試料はオーステナイト単相組織となっており、示差走査熱量計により測定したマルテンサイト変態開始温度(M_s 点)は-20°Cであった。

熱処理後、10% HClO₄ + 90% CH₃COOH 溶液を用いた電解研磨により表面加工層を除去し、走査型電子顕微鏡により得られる電子線後方散乱回折(EBSD)パターンを解析することにより、試験片の結晶方位マップを作成した。EBSD パターン解析により測定した平均結晶粒径は 350 μm であった。

ビームライン BL28B2 において、ビーム径を 10 μm×10 μm まで絞った白色 X 線マイクロビームを小型引張試験機に取り付けた引張試験片に照射しながら試料ステージを走査することによって、各照射位置での透過ラウエパターンをフラットパネル検出器にて測定し、隣接する測定位置での透過ラウエパターンの変化から試験片の結晶粒界マップを構築した(測定範囲：1 mm×2 mm 程度、測定ステップ：10 μm)。

結晶粒界マップおよび EBSD 方位マップから局所内部応力テンソルを測定する領域を選定し、回折 X 線の回折角とエネルギースペクトルを半導体検出器により測定することにより、測定領域中の種々の回折面の格子面間隔を求めた。そして、試験片に種々の引張ひずみを付加し、同一領域に関して上記の解析を繰り返すことにより、引張ひずみの増加に伴う格子面間隔の変化を測定し、格子面間隔の変化と弾性定数から局所内部応力テンソルを算出した。

結果および考察：

図 1 に引張変形前の試験片の(a)EBSD 方位マップ、(b)透過ラウエパターン解析によって得られた結晶粒界マップを示す。図 1(b)の結晶粒界マップは、(a)の EBSD 方位マップと良い一致を示しており、透過ラウエパターン解析によって結晶粒組織を正確に同定できていることがわかる。

図 2(a)、(b)は引張変形を付加した後に得られた結晶方位マップ((a)引張ひずみ：0.94%、(b)引張ひずみ：11%)であり、EXDM により測定した局所内部応力テンソルを測定した領域およびその局所領域の内部応力テンソルを主応力の方向とその大きさの形で同時に示してある(赤線：引張応力、青線：圧縮応力)。図 2 より引張変形中のオーステナイト中の局所内部応力テンソルは引張方向と平行な一軸引張応力状態とは大きく異なっており、非常に不均一であることがわかる。

図 3(a)、(b)に引張変形をさらに付加した試験片の光学顕微鏡写真(引張ひずみ：7.0%)および EBSD 解析により得られた相分布図(引張ひずみ：14%)を示す。図 3(b)の EBSD 相分布図では、緑色がマルテンサイト、赤色がオーステナイトを表しており、EBSD 測定領域は図 3(a)の白破線で示した領域である。室温での引張変形により変形誘起マルテンサイト変態が生じていることが確認できる。

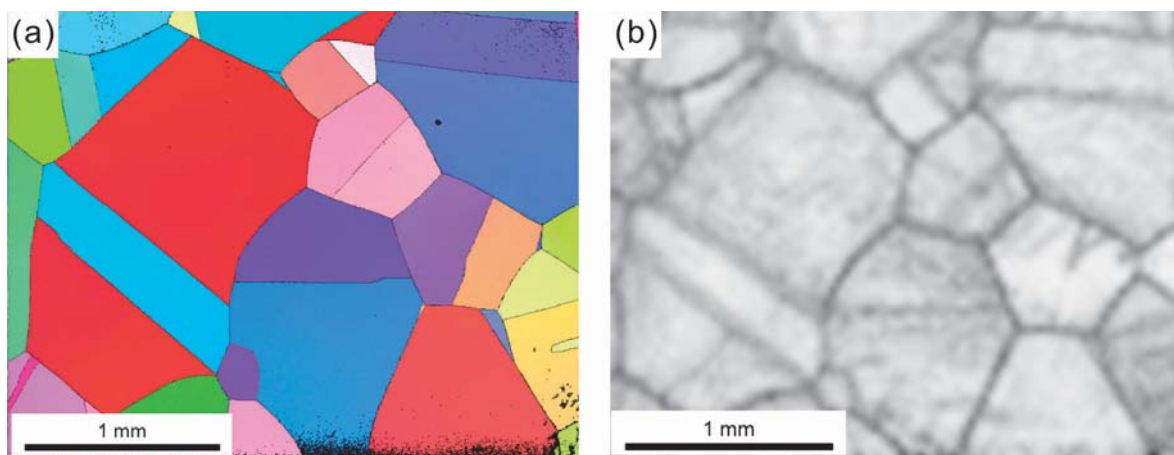


図 1. 引張変形前の試験片の(a) EBSD 方位マップおよび結晶粒界マップ

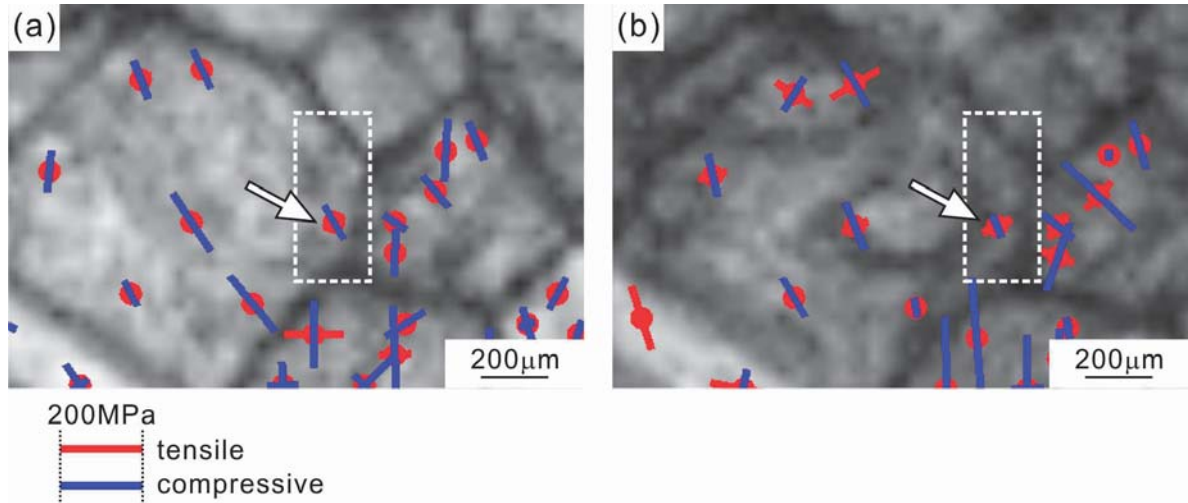


図 2. 引張変形を付加した試験片の結晶方位マップ((a)引張ひずみ:0.94%、(b)引張ひずみ:11%)。EXDMにより測定した局所内部応力テンソルを測定した領域およびその局所領域の内部応力テンソルを主応力の方向とその大きさの形で同時に示してある(赤線:引張応力、青線:圧縮応力)。

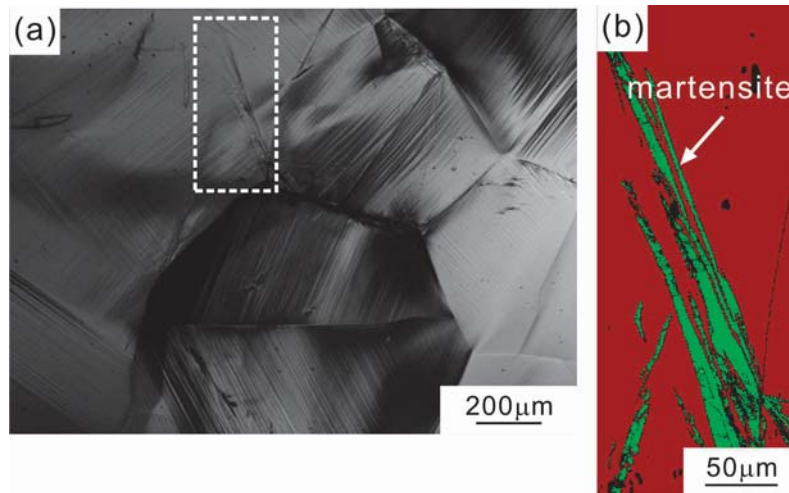


図 3. (a)引張変形を付加した試験片の光学顕微鏡写真(引張ひずみ:7.0%)および(b)EBSD解析により得られた相分布図(引張ひずみ:14%)。

図 3(a)の白破線は図 2 の白破線と同一の領域を示している。図 2(a)、(b)中の矢印で示した領域で測定した局所内部応力テンソルが変形誘起マルテンサイト変態前後の局所内部応力テンソルに対応しており、変形誘起マルテンサイト変態前後で母相オーステナイトの局所内部応力テンソルが大きく変化していることがわかる。

EBSD 解析によって、図 3(a)、(b)で生成したマルテンサイトバリエーションの晶癖面と形状ひずみ方向を測定し、マルテンサイト変態に伴う形状ひずみテンソルと母相オーステナイトの局所内部応力テンソル(図 2(a)の矢印で示した領域の局所内部応力テンソル)の相互作用エネルギーを計算した。その結果、生成していたマルテンサイトバリエーションは、生成し得る 24 個のマルテンサイトバリエーションのうち、相互作用エネルギーが大きいものに対応していることが明らかとなった。つ

まり変形誘起マルテンサイト変態においては、マルテンサイト変態に伴う形状ひずみテンソルと母相オーステナイトの局所内部応力テンソルの相互作用エネルギーが大きいマルテンサイトバリエーションが優先的に生成すると言える。

今後の課題：

変形誘起マルテンサイト変態挙動は変形温度に強く影響を受け、 M_s 点近傍の低温ではオーステナイトが降伏する前の弾性変形状態でマルテンサイト変態が生じる(応力誘起マルテンサイト変態)のに対し、 M_s 点よりも比較的高い温度では、オーステナイトの降伏が起こり、塑性変形によって加工硬化したオーステナイトからマルテンサイト変態が生じる(ひずみ誘起マルテンサイト変態)。本研究ではひずみ誘起マルテンサイト変態におけるバリエーション選択則に関して調べた。そこで、弾性変形状態で生じる応力誘起マルテンサイト変態によるバリエーション選択則を EXDM を用いて同様に解析し、今回得られたひずみ誘起マルテンサイト変態のバリエーション選択則を比較することによって、包括的に変形誘起マルテンサイト変態挙動を調べていくことが今後の課題として考えられる。

参考文献：

- [1] J.R. Partel, M. Cohen, *Acta Metall.* **1**, 531 (1953).
- [2] A.J. Bogers, W.G. Burgers, *Acta Metall.* **12**, 225 (1964).
- [3] K. Kajiwara et al, *ISIJ Int.* **53**, 165 (2013).