

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

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

柴田 暁伸<sup>a</sup>, 陳 美伝<sup>a</sup>, 松本 晃英<sup>a</sup>, 坪井 瑞記<sup>a</sup>, 宮澤 知孝<sup>b</sup>,  
佐藤 眞直<sup>c</sup>, 辻 伸泰<sup>a</sup>

Akinobu Shibata<sup>a</sup>, Meichuan Chen<sup>a</sup>, Akihide Matsumoto<sup>a</sup>, Mizuki Tsuboi<sup>a</sup>, Tomotaka Miyazawa<sup>b</sup>,  
Masugu Sato<sup>c</sup>, Nobuhiro Tsuji<sup>a</sup>

<sup>a</sup>京都大学, <sup>b</sup>東京工業大学, <sup>c</sup>(公財)高輝度光科学研究センター  
<sup>a</sup>Kyoto University, <sup>b</sup>Tokyo Institute of Technology, <sup>c</sup>JASRI

SUS304 オーステナイト系ステンレス鋼および Fe-33Ni 合金の弾性変形中の局所応力場を白色 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、応力誘起マルテンサイト変態と母相オーステナイトの局所応力場の関係を調べた。その結果、局所応力場とマルテンサイト変態に伴う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する傾向が観察されたが、相互作用エネルギーの観点では、応力誘起マルテンサイト変態におけるバリエーション選択を完全に説明することはできないことが明らかとなった。

**キーワード：** 応力誘起マルテンサイト変態、バリエーション選択則、局所応力場、  
白色 X 線マイクロビーム、透過ラウエパターン、エネルギー分散型 X 線回折

**背景と研究目的：**

近年、鉄鋼材料のような構造用金属材料の高強度化・高延性化が重要な課題となっている。強度と延性を共に向上させる手法の一つとして、変態誘起塑性(Transformation induced plasticity : TRIP)効果の利用が挙げられる。TRIP 効果とは、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進展を抑制するものである。

変形誘起マルテンサイトでは種々の方位を有するマルテンサイトがランダムに生成するわけではなく、ある特定の方位を有するマルテンサイトが優先的に生成する(バリエーション選択則)。この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となり、TRIP 効果を向上させることができると考えられる。

変形誘起マルテンサイト変態の挙動は変形温度に強く影響を受ける。マルテンサイト変態開始温度( $M_s$  点)近傍の温度では、オーステナイトが弾性変形中にマルテンサイト変態が生じる。一方、 $M_s$  点よりも比較的高い温度では、オーステナイトが塑性変形し、加工硬化した状態からマルテンサイト変態が生じる。前者は「応力誘起マルテンサイト変態」、後者は「ひずみ誘起マルテンサイト変態」と呼ばれており、明確に区別されている。また、鉄合金マルテンサイトには大きく分けて、低合金鋼やオーステナイト系ステンレス鋼にて生成するラスマルテンサイトと高合金鋼にて生成するレンズマルテンサイトの 2 種類の形態が存在する。

我々は、SPring-8 BL28B2 にて白色 X 線マイクロビームを用いた局所応力測定技術(Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy: EXDM)[1] により、ひずみ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応力場を測定し、母相オーステナイト中の局所応力場とひずみ誘起マルテンサイトの結晶学的特徴との関係を調べてきている(2013A 期(課題番号 2013A1144) : ラスマルテンサイト、2013B 期(課題番号 2013B1547) : レンズマルテンサイト)。本研究では、応力誘起マルテンサイト変態を研究対象にし、応力誘起変態により生成したラスマルテンサイトおよびレンズマルテンサイトの結晶学的特徴と EXDM 測定により求めた変態前の母相オーステナイトの局所応力場と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：

試料はラスマルテンサイトが生成する SUS304 オーステナイト系ステンレス鋼およびレンズマルテンサイトが生成する Fe-33Ni(wt%)合金を用いた。放電加工機により平行部長さ：3 mm、幅：1 mm、厚さ：0.3 mm の引張試験片を作製し、1100°C、85 時間(SUS304)もしくは 1200°C、1 時間(Fe-33Ni)で焼鈍処理を施し、オーステナイト単相組織を得た。熱処理後の試験片に対して、10% HClO<sub>4</sub> + 90% CH<sub>3</sub>COOH 溶液を用いた電解研磨により表面加工層を除去した。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製した。

ビームライン BL28B2 の試料ステージ上に設置した小型引張試験機を用いて引張試験片に弾性変形を付与した後、10×10 μm のサイズの白色 X 線マイクロビームを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センサーにより測定した。隣接する測定位置での透過ラウエパターンの微小変化を解析し、結晶粒界マップを構築した。結晶粒界マップおよび事前に EBSD 解析することによって得られた EBSD 方位マップから局所応力場を測定する場所を選定した。そしてそれぞれの測定点における回折 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し、得られた測定結果から種々の回折面間隔を求め、無変形時と弾性変形付加時の回折面間隔の変化から局所応力場を算出した。その後、弾性変形を付加した状態のまま試験片を Ms 点以下の温度まで冷却し、応力誘起マルテンサイト変態を生じさせた。生成した応力誘起マルテンサイトの結晶学的特徴を EBSD により解析した。

## 結果および考察：

図 1(a)、(b)に SUS304 オーステナイト系ステンレス鋼の引張変形前の EBSD 方位マップおよび弾性変形中(付加応力：50 MPa)の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)は(a)の黒破線で囲った領域に対応している。図 1(a)、(b)から EBSD 方位マップと結晶粒界マップは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構築できていることがわかる。また図 1(b)には、EXDM により局所応力場を測定した領域およびその局所領域での応力場を主応力の方向とその大きさの形で図中に表してある。赤線と青色はそれぞれ引張応力と圧縮応力を意味している。オーステナイト結晶粒内の局所応力場は均一ではなく、ほとんどの測定点において、引張応力成分は外部印加引張応力方向(水平方向)と異なっている。これは他の結晶粒からの拘束が影響していると考えられる。また、図 1(c)、(d)に Fe-33Ni 合金における引張変形前の EBSD 方位マップおよび弾性変形付加中の結晶粒界マップを示す。図 1(d)に示した局所応力場は、図 1(b)と同様に均一ではないことがわかる。

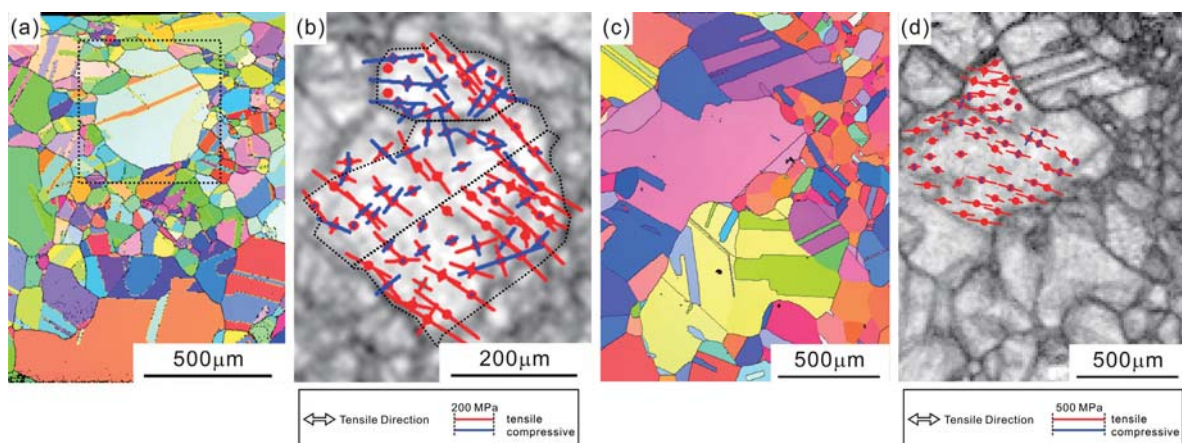


図 1. (a)、(b)：SUS304 オーステナイト系ステンレス鋼の引張変形前の EBSD 方位マップおよび弾性変形中の透過ラウエパターン解析により得られた結晶粒界マップ。(c)、(d)：Fe-33Ni 合金の引張変形前の EBSD 方位マップおよび弾性変形中の透過ラウエパターン解析により得られた結晶粒界マップ。(b)、(d)には算出した局所応力場を主応力の方向と大きさの形で表してある。

弾性変形を付加したまま冷却することにより生成した応力誘起マルテンサイトの光学顕微鏡写真を図 2(a)に示す。図 2(a)より、3つのマルテンサイトプレートが生成していることがわかる。ところが、EBSD によって方位解析を行ったところ、それぞれのマルテンサイトプレートは複数の細かなバリエントで構成されており、ラスマルテンサイトが生成していることがわかった(図 2(b)、(c)、(d))。

変形誘起マルテンサイト変態では、変態に伴うひずみと印加応力場の相互作用エネルギーが大きなバリエントが選択的に生成する可能性が指摘されている[2-4]。そこで、解析したオーステナイト粒から生成し得る 24 個のマルテンサイトバリエントの変態ひずみをマルテンサイト変態の現象論[5-8]を用いて算出し、局所応力場との相互作用エネルギーを計算した結果を図 2(e)に示す。また、外部引張応力(単軸引張応力)を用いて相互作用エネルギーを計算した結果も図 2(f)に示してある。図 2(e)、(f)より、単軸引張応力の場合、相互作用エネルギーが負の値のマルテンサイトバリエントが生成しているのに対し、EXDM 測定により求めた局所応力場を考慮した場合には、生成したほとんどのマルテンサイトバリエントは大きな相互作用エネルギーを有していることがわかる。しかし、最も相互作用エネルギーの大きなバリエント(V14)は生成していなかった。そのため、応力場と変態ひずみの相互作用エネルギーでは、変形誘起マルテンサイト変態におけるバリ

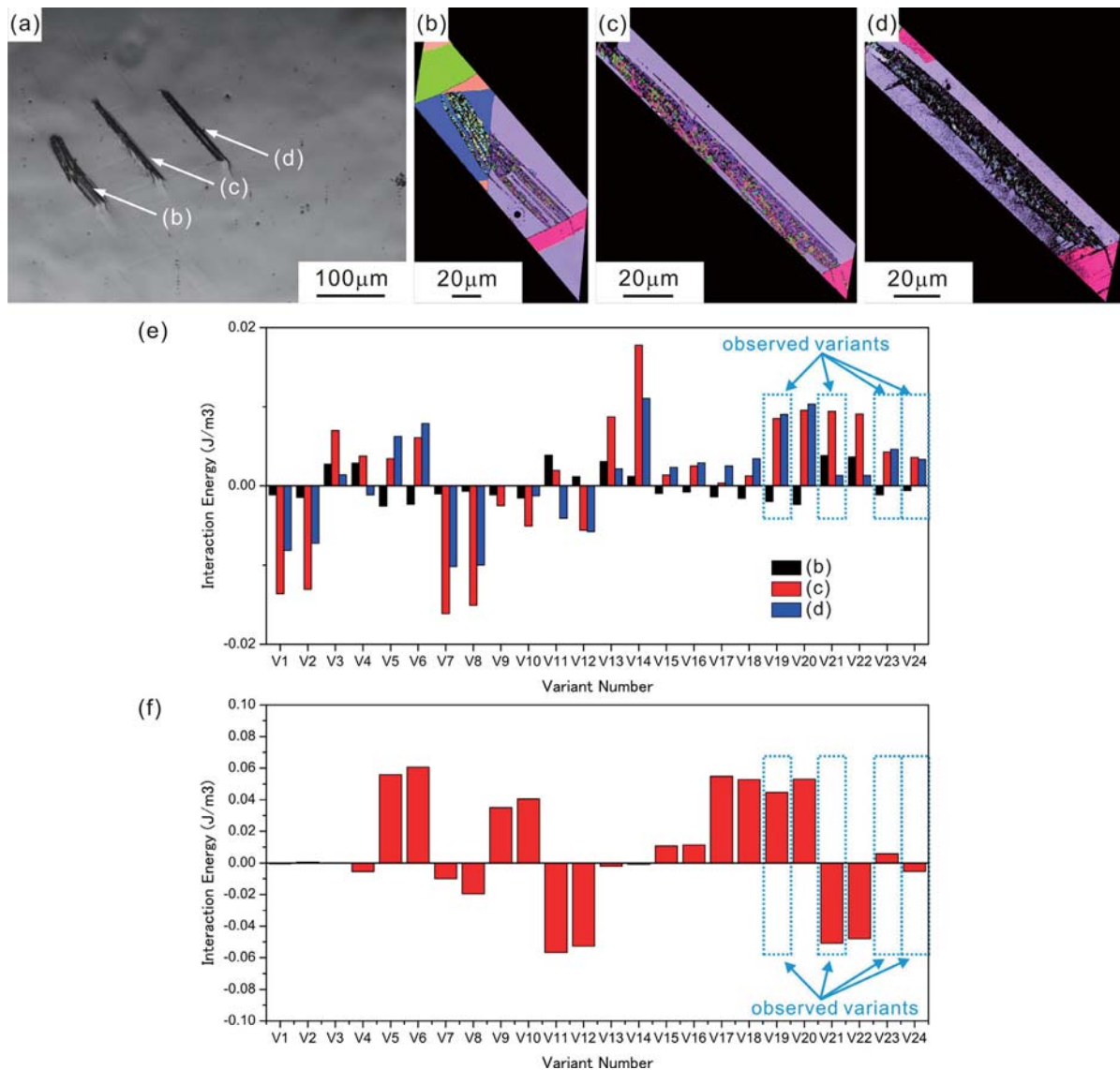


図 2. (a)–(d) : 弾性変形を付加したまま冷却することによって生成した応力誘起マルテンサイト (ラスマルテンサイト)の光学顕微鏡写真および EBSD 方位マップ。(e)、(f) : 局所応力場および単軸引張応力と変態ひずみの相互作用エネルギー。

アント選択の大まかな傾向を示すことができるが、正確にバリエーション選択を説明するには別のモデルを考える必要があると考えられる。また、Fe-33Ni 合金において生成したレンズマルテンサイトについても、マルテンサイト変態に伴うひずみと局所応力場の相互作用エネルギーの観点からバリエーション選択を解析したところ、図 2(e)と同様の結果が得られた。

**参考文献：**

- [1] T. Kajiwara et al., *ISIJ Int*, **53**, 165 (2013).
- [2] J.R. Patel, M. Cohen, *Acta Metall*, **1**, 531 (1953).
- [3] S. Kundu, H.K.D.H. Bhadeshia, *Scripta Mater*, **55**, 779 (2006).
- [4] S. Kundu, *Mater. Sci. Eng. A*, **516**, 290 (2009).
- [5] M.S. Wechsler, D.S. Lieberman, T.A. Reed, *Trans AIME*, **197**, 1503 (1953).
- [6] J.S. Bowles, J.K. Mackenzie, *Acta Metall*, **2**, 129 (1954).
- [7] J.K. Mackenzie, J.S. Bowles, *Acta Metall*, **2**, 138 (1954).
- [8] M.S. Wechsler, *Acta Metall*, **7**, 793 (1959).