

In-situ 局所応力場測定によるひずみ誘起マルテンサイト変態挙動の解析 Analysis of Strain-induced Martensitic Transformation Behavior through In-situ Measurement of Local Stress Field

柴田 暁伸^a, 陳 美伝^a, 松本 晃英^a, 坪井 瑞記^a, 勝野 友之^a,
松井 洋一郎^a, 宮澤 知孝^b, 佐藤 眞直^c, 辻 伸泰^a
Akinobu Shibata^a, Meichuan Chen^a, Akihide Matsumoto^a, Mizuki Tsuboi^a, Tomoyuki Katsuno^a,
Yoichiro Matsui^a, Tomotaka Miyazawa^b, Masugu Sato^c, Nobuhiro Tsuji^a

^a京都大学, ^b東京工業大学, ^c(公財)高輝度光科学研究センター
^aKyoto University, ^bTokyo Institute of Technology, ^cJASRI

SUS304 オーステナイト系ステンレス鋼の引張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, ひずみ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, ひずみ誘起マルテンサイト変態におけるバリエント選択則は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の観点からは説明できなかった. ひずみ誘起マルテンサイト変態におけるバリエント選択則を解明するためには, 遷移段階で生成する ϵ マルテンサイトを考慮する必要があると考えられる.

キーワード: ひずみ誘起マルテンサイト変態, バリエント選択則, 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:

変形誘起マルテンサイトは, オーステナイトの変形中にマルテンサイト変態が生じる現象である. 特に, 母相オーステナイトの降伏後の塑性変形中に変態が生じる場合は, 「ひずみ誘起マルテンサイト変態」と呼ばれており, ひずみ誘起マルテンサイト変態が生じると, 変態誘起超塑性 (Transformation-induced Plasticity: TRIP)により, ネッキングの発生と伸展を抑制できる. 二酸化炭素排出量削減の観点から, 自動車などの輸送機器の車体重量軽量化が強く求められている現状において, TRIP 効果を有効利用した高強度・高延性材料の開発が重要な課題となっている.

ひずみ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(バリエント選択則). ひずみ誘起マルテンサイト変態におけるバリエント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思われる.

我々はこれまで, SPring-8 BL28B2 にて白色 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応力場解析技術 (Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy,

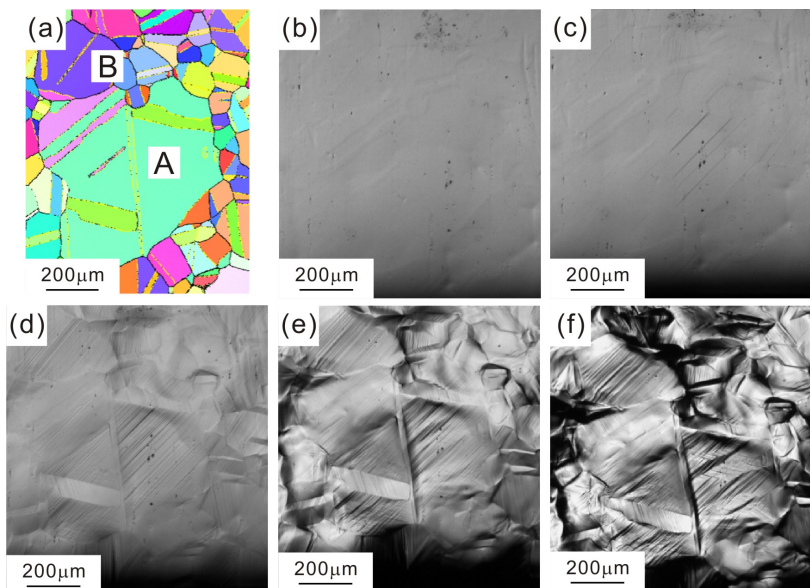


図 1. 引張変形中の試験片の(a)EBSD 方位マップおよび(b)–(f) 光学顕微鏡像((a), (b): 0%, (c) 1.7%, (d) 3.5%, (e) 10.3%, (f) 19.1%)

EXDM)[1]を利用して、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とオーステナイト中の局所応力場の関係について調べてきた (SPring-8 課題番号：2013A1144, 2013B1547)。しかし、手動にて変位を制御する小型引張試験機を用いて実験を行ったため、局所応力場測定中(測定時間：約8時間)に大きな応力緩和が生じてしまい、測定した局所応力場はマルテンサイトが生成した時点のものとは異なる可能性が問題となっていた。ところが、2014A期よりBL28B2にコンピュータ制御型引張試験機が新たに導入された。このコンピュータ制御型引張試験機を使用すれば、局所応力場の測定中に荷重一定条件で試験片を保持できるため、応力緩和を防ぎ、マルテンサイト変態が生じる前のオーステナイトの局所応力場を正確に測定することが可能である。そこで、本課題では、コンピュータ制御型引張試験機を利用して局所応力場測定を行い、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をオーステナイトの局所応力場の観点から明らかにすることを目標として実験を行った。

実験：

試料はSUS304オーステナイト系ステンレス鋼を用いた。平行部長さ：3mm，平行部幅：1mm，平行部厚さ：0.3mmである板状引張試験片を放電加工機により作製し、1100℃で85時間の焼鈍を施し、オーステナイト単相組織を得た。焼鈍処理後の試験片に10% HClO₄ + 90% CH₃COOH溶液を用いた電解研磨を施すことによって表面加工層を除去した。光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡(SEM)により得られる電子線後方散乱回折(EBSD)パターン解析により、試験片の組織を観察した。

ビームラインBL28B2において、コンピュータ制御型引張試験機に試験片を取り付け、試験片に引張変形を段階的に負荷し、それぞれの変形量の引張変形を負荷した状態で、ビーム径：10 μm×10 μmのサイズの白色X線マイクロビーム(50~120 eV)を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。画像処理により、隣接する測定位置での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SEM / EBSDにより測定した結晶方位マップから局所応力場を測定する場所を選定し、それぞれの場所における回折X線の回折角を求めるとともにエネルギースペクトルを半導体検出器により測定した。得られた回折角およびエネルギースペクトルをBraggの式に代入することによって、種々の回折面の面間隔を求め、無変形時と変形負荷後の格子面間隔の変化から各測定位置での応力場(応力テンソル)を算出した。測定中は荷重一定条件にて試験片を保持し、応力緩和を防いだ。また、それぞれの変形量の引張変形を

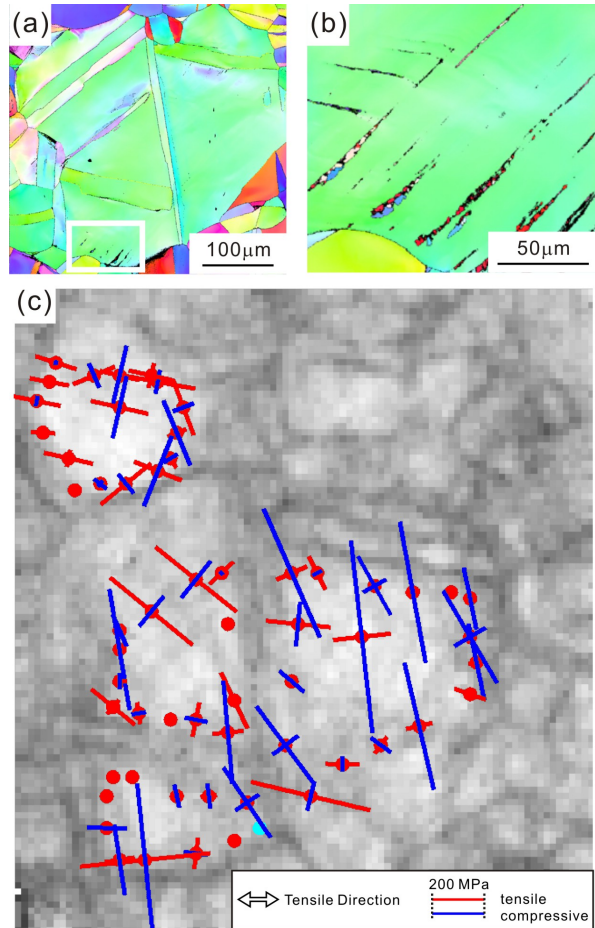


図2. (a), (b)19.1%引張変形を負荷した後の試験片のEBSD方位マップ, (c)3.5%引張変形を負荷した試験片の結晶粒界マップ(局所応力場を主応力の方向とその大きさの形で重ねて表している(赤線：引張応力, 青線：圧縮応力))。

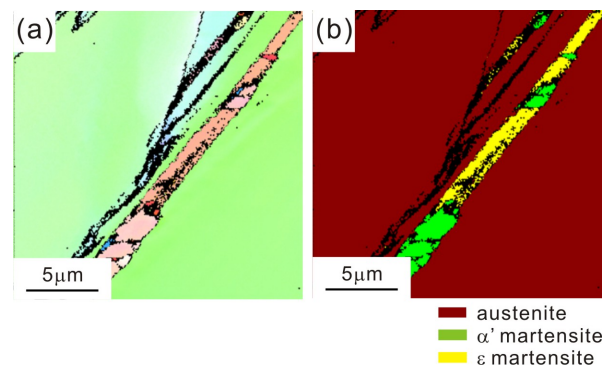


図3. 19.1%引張変形を負荷した後の試験片の (a)EBSD方位マップ, (b)EBSD相マップ

負荷した状態での試験片の組織を光学顕微鏡により観察し、ひずみ誘起マルテンサイトが生成しているかどうかを確認した。

SPring-8 BL28B2 で局所応力場を測定した試験片を研究室に持ち帰り、引張変形によって生成したひずみ誘起マルテンサイトの結晶学的特徴を SEM / EBSD により解析した。

結果および考察：

図 1(a)に焼鈍処理後の SUS304 オーステナイト系ステンレス鋼の EBSD 結晶方位マップを示す。焼鈍双晶を含んだ粗大粒オーステナイト組織となっており、切片法により求めた平均結晶粒径は約 300 μm であった。この試験片に対して SPring-8 BL28B2 にて 1.7%, 3.5%, 10.3%, 19.1%の引張変形を負荷し、各引張変形量において、白色 X 線マイクロビームとエネルギー分散型 X 線回折を利用して局所応力場を算出した。図 1(b) – (f)に各引張変形段階の(a)と同一視野の光学顕微鏡を示す((b): 0%, (c): 1.7%, (d): 3.5%, (e): 10.3%, (f): 19.1%)。引張変形量が増加するにつれて、試験片表面にすべり線が多く生成していることがわかる。また、図 1(e), (f)の左下の領域にすべり線とは異なる表面起伏が観察される。図 2(a)は 19.1%の引張変形を施した後の試験片の EBSD 結晶方位マップであり、(b)は(a)の白枠で囲った領域を拡大したものである。図 1 と図 2 を比較すると、引張変形量が 3.5%~10.3%のときに“結晶粒 A”からひずみ誘起マルテンサイトが生成したことがわかる。一方、“結晶粒 B”からは、19.1%の引張変形を負荷した後もひずみ誘起マルテンサイトは生成しなかった。そこで、引張変形量が 3.5%のときに、白色 X 線マイクロビームとエネルギー分散型 X 線回折を利用して算出した局所応力場を図 2(c)に示す。図 2(c)は、結晶粒界マップ上に算出した局所応力場を主応力の方向とその大きさの形で重ねて表しており、赤線が引張応力、青線が圧縮応力である。図 2(c)から、結晶粒ごとで局所応力場の傾向が異なっており、更に同一結晶粒内でも局所応力場は均一ではないことがわかる。またほとんどの測定点において、主応力の引張成分の方向は外部から印加した巨視的な引張応力方向(水平方向)とは異なっている。

図 2(b)から、引張変形量が 3.5%~10.3%に生成したひずみ誘起マルテンサイトは方位の異なる 4 種類の領域で構成されていることがわかる。つまり 4 つのマルテンサイトバリエーションで構成されていると言える。母相オーステナイトと生成したマルテンサイトが Kurdjumov – Sachs(K-S)関係($\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$, $\langle -101 \rangle_\gamma // \langle -1-11 \rangle_\alpha$ (γ , α' はそれぞれオーステナイトおよびマルテンサイトを表している))を満たす場合、結晶学的に等価な 24 個のマルテンサイトバリエーションが存在する。SEM / EBSD による方位解析の結果、図 2(b)において生成していた 4 つのマルテンサイトバリエーションは母相オーステナイトと K-S 関係を満たしており、かつ K-S 関係において同じ面平行関係を満たすバリエーションであった。

ひずみ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ーションが優先的に選択される可能性が報告されている[2][3][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ーション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。その結果、生成した 4 つのバリエーションはすべて相互作用エネルギーの小さいバリエーションであった。

図 3 は生成したひずみ誘起マルテンサイトの(a): EBSD 結晶方位マップおよび(b): EBSD 相マップである。bcc 構造である α' マルテンサイトの近傍に hcp 構造の ϵ マルテンサイトが存在していることがわかる。そのため、SUS304 オーステナイト系ステンレス鋼におけるひずみ誘起マルテンサイト変態では、オーステナイト(fcc) \rightarrow ϵ マルテンサイト(hcp) \rightarrow α' マルテンサイト(bcc)のように変態が進行していると考えられる。オーステナイトと ϵ マルテンサイトが Shoji - Nishiyama の方位関係($\{111\}_\gamma // \{0001\}_\epsilon$, $\langle -101 \rangle_\gamma // \langle 11-20 \rangle_\epsilon$ (ϵ は ϵ マルテンサイトを表している))を満足し、 ϵ マルテンサイトと α' マルテンサイトが Burgers の方位関係($\{0001\}_\epsilon // \{011\}_\alpha$, $\langle 11-20 \rangle_\epsilon // \langle -1-11 \rangle_\alpha$)を満足すると、母相オーステナイトと最終的に生成した α' マルテンサイトは K-S 関係を満たすことになる。そのため、SUS304 オーステナイト系ステンレス鋼の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を解明するためには、オーステナイト \rightarrow ϵ マルテンサイトおよび ϵ マルテンサイト \rightarrow α' マルテンサイトのひずみ誘起変態における局所応力場の影響を調べる必要があると考えられる。

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).