

引張変形中 In-situ X 線回折を用いたヘテロナノ組織を有するオーステナイト鋼の変態・双晶誘起塑性の解析

Analysis on Transformation/Twinning Induced Plasticity in Austenitic Steel having Hetero-nanostructure by In-situ XRD during Tensile Deformation

宮嶋 陽司^a, 渡邊 千尋^a
Yoji Miyajima^a, Chihiro Watanabe^a

^a金沢大学

^aKanazawa University

ヘテロナノ組織を有するオーステナイト系ステンレス鋼の引張試験中の組織変化をその場 XRD 測定を用いて調査した。ひずみ速度の増加に伴い、引張強さ、破断伸びが増加した。変形中にピークシフトに加えて、半値幅の変化も観察された。それぞれより、積層欠陥出現頻度、転位密度変化を見積もった。積層欠陥出現頻度、引張強さ、破断伸びのひずみ速度依存性は良く対応し、双晶誘起塑性が発現していることを示す結果が得られた。

キーワード： オーステナイト鋼, In-situ XRD, ヘテロナノ組織, 変態誘起塑性、双晶誘起塑性

背景と研究目的：

申請者らは、近年、オーステナイト鋼へ冷間で強圧延を施すことにより、ナノメートルオーダーの変形誘起組織が混在した、いわゆるヘテロナノ組織が形成することを見いだした。ヘテロナノ組織は、目玉状の変形双晶領域が圧延ラメラ組織に埋め込まれるように形成し、変形双晶領域と圧延ラメラ組織を隔てるようにせん断帯が存在する複雑な組織を有している。このヘテロナノ組織の形成によって、単純な強圧延プロセスによって材料強度を飛躍的に向上することが可能である[1]。また、ヘテロナノ組織オーステナイト鋼は、高い強度に加え、十分な延性を有しており、非常に優れた強度/延性バランスを示すことも明らかにしている。この機械的特性は、巨大ひずみ加工と呼ばれる特殊な塑性加工プロセスで作製した、結晶粒径が nm オーダーの均一組織を持つ金属に匹敵する。巨大ひずみ加工は研究室レベルの加工法であるため cm オーダーの試料しか得られないが、実際の製品工程に用いられる冷間強圧延を用いて、実験室レベルの高強度金属を凌ぐ強度が得られるのは驚異的である。そのため、ヘテロナノ組織オーステナイト鋼の実用化がなされた場合のインパクトはオーステナイト鋼の生産量を考えると極めて大きく、産業界からの注目度も極めて高いにもかかわらず、その変形機構は不明である。

以上のような、基礎的研究の中で、ヘテロナノ組織オーステナイト鋼が示す優れた延性は、特異な集合組織に加えて、双晶誘起塑性が関与していることが示唆された。また、変形温度を低下することで、高い加工硬化率が高ひずみ領域まで持続し、50%を越える延性を示すことも明らかにしている。低温下での変形後の試料の X 線回折より BCC (体心立方構造) 相が形成していることが明らかになり、変形中にオーステナイト→フェライト/マルテンサイト変態が生じ、先に述べた双晶誘起組成に加え、変態誘起組成も重畳していることも予測された。

本課題では、室温において種々のひずみ速度で引張変形中 in-situ X 線回折測定を高時間分解能(約 1 秒)で行い、XRD ピークプロファイル解析から組織の定量を行う。引張試験中の双晶変形や相変態は、転位密度の増加だけでは塑性変形が担えなくなった時に起こると考えられるため、本実験で得られる組織の定量結果は、ヘテロナノ組織オーステナイト鋼の各種変形機構の発現タイミング、ひいては変形機構の解明に資するものである。

実験：

企業の通常圧延機を用いて、図 1 に示すようなヘテロナノ組織を有するオーステナイト鋼圧延板を作製した。図 1 の組織は、圧延方向に伸長した超微細ラメラ状結晶粒領域と、目玉の様に見えるせん断帯で囲まれた双晶領域から構成される。双晶領域内の双晶界面間隔は約 30 nm、ラメラ状結晶粒領域のラメラ間隔は 70~100 nm 程度となっており、単純な冷間圧延によって、nm オー

ダーの超微細組織が形成していることがわかる。このような圧延板から、放電加工機を用いて図2に示すような引張試験片を切り出した。この際、試験片長手方向（引張方向）が圧延方向と平行となるように切り出した。試料の幅は2段階に分かれて絞る形となっており、実際の変形は最も断面積が小さくなる幅約2mm、長さ約5mmのゲージ部で起こることとなる。この引張試験片を、アンジュレータ光源を備える BL-46XU のゴニオメータ上に設置した小型引張試験機に取り付けた。

引張試験中のそのX線回折測定は透過配置にて行った。ヘテロナノ組織の結晶粒径はサブミクロン以下であるため、X線を入射させるとデバイシェラーリングが派生するが、1次元半導体検出器 Mynthen を利用して検出する。入射X線のエネルギーは30 keV とした。カメラ長が約700mmとなる様に Mynthen を引張方向と入射X線を含む面上に設置し、この際、ビームがゲージ部中心に入射するようにセッティングを行った。測定は 2θ が 5° から 35° の範囲で回折X線を検出した(図3)。なお、その時の時間分解能は最大で約1sとなる。引張試験の初期ひずみ速度は $10^{-5} \sim 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ に設定した。

結果および考察：

図4に初期ひずみ速度 $10^{-4} \sim 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ で引張試験を行った時の応力-ひずみ曲線を示す。引張試験の開始とともに、応力が増加した後、巨視的な降伏を示し、引張応力に達した後、不均一変形を経て破断に至った。ひずみ速度が増加するに従って、引張応力と破断伸びが増加していることがわかる。

図5に、一例として、引張試験中の{111}面のピーク変化を示す。ピーク位置は弾性変形開始と同時に低角側にシフトし、さらに塑性変形中においても引張応力に達するまでは低角側へのシフトは続いていた。その後、破断までの間に広角側へシフトし、最終的に変形前のピーク位置へと戻った。実際の測定では、Williamson-Hall 法等を用いた格子歪の導出のために、複数のピークを取得できるような実験条件で引張試験を行っている。また、ピークの形状も変化しており、半値幅が塑性ひずみの増加に従って増加した。

半値幅の変化を利用して、Williamson-Hall 法を用いて、引張試験中の転位密度の変化を求めた。また、{111}面と{200}面のピークシフトを用いて、以下の式で示す Warren の方法[2]によって、積層欠陥の出現頻度を見積もった。

$$\Delta 2\theta_{hkl} = \frac{90\sqrt{3}\alpha \tan \theta}{\pi^2(h^2 + k^2 + l^2)(u + b)} \sum_b \{(\pm)L_0\}$$

これらの結果を、応力-ひずみ曲線と合わせて、図6に示す。転位密度、積層欠陥の出現頻度と

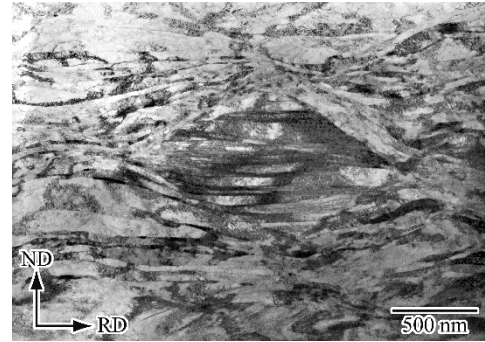


図1 オーステナイト鋼中のヘテロナノ組織

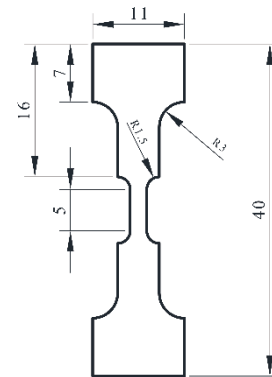


図2 試験片の模式図 (単位：mm)

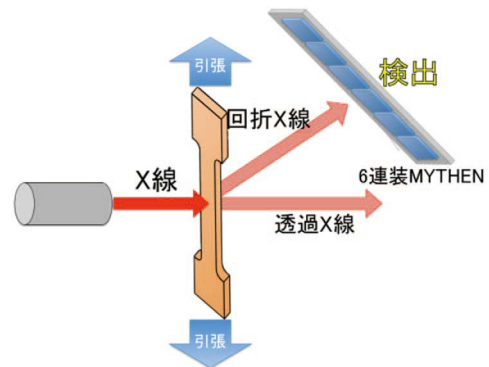


図3 実験の模式図

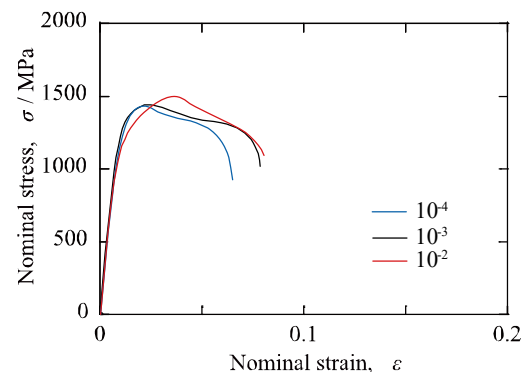


図4 応力-ひずみ曲線

もに、引張試験の進行とともに増加していることがわかる。転位密度については、簡易的に Williamson-Hall 法を用いたため、得られた値のばらつきが大きい。今後、Modified Williamson-Hall 法[3]と Modified Warren-Avenbach 法[3]を併用した、より精度の高い解析を行っていく必要がある。

図7に、各初期ひずみ速度毎に得られた、0.2%耐力、引張強さ、破断伸びと積層欠陥の出現頻度の関係を示す。初期ひずみ速度の増加に伴い、0.2%耐力、引張強さとともに増加している。一般的に、強度の増加は延性(伸び)の低下をもたらすが、ヘテロナノ組織オーステナイト鋼では逆に破断伸びが増加している事が分かる。積層欠陥エネルギーの出現頻度は初期ひずみ速度の増加に対応して、増加していることも見て取れる。

我々は先行研究において、引張破断後の試料の微細組織観察より、ラメラ状結晶粒領域に積層欠陥の一つである超々微細な変形双晶が高密度に形成することを示している[4]。変形中に双晶が形成することで、加工硬化率が増加し延性が向上する現象は双晶誘起塑性と呼ばれる。本課題で明らかとなった、引張試験中の積層欠陥の出現頻度増加と上記の組織観察の結果を合わせて考察すると、本ヘテロナノ組織オーステナイト鋼中で変形誘起塑性が発生していることは明らかである。このことが、ヘテロナノ組織オーステナイト鋼が極めて優れた強度/延性バランスを示す一因と言える。さらに、初期ひずみ速度の増加とともに積層欠陥の出現頻度が増加し、これに対応するように破断伸びが増加していることもこのことを強く支持している。

今後の課題：

本研究課題での引張試験中の In-situ 測定によって、ヘテロナノ組織オーステナイト鋼中で双晶誘起塑性が生じていることが明らかとなった。しかし、転位密度の解析においては、用いた解析手法のためか、非常にばらつきが大きく、転位密度と積層欠陥形成の関係について議論することができなかった。今後、本課題で得たデータをより高精度な解析手法を用いて整理し、ヘテロナノ組織オーステナイト鋼の変形メカニズムについてさらなる議論を進めていく予定である。

参考文献：

- [1] H. Miura *et al.*, *Scripta Mater.* **133**, 33 (2017).
- [2] B.E. Warren, *X-ray Diffraction*, 275, (Dover, New York, 1969).
- [3] T. Ungar, A. Borbely, *Appl. Phys. Lett.*, **69**, 3173, (1996).
- [4] 渡邊千尋 他, *鉄と鋼* **105**, 254 (2019).

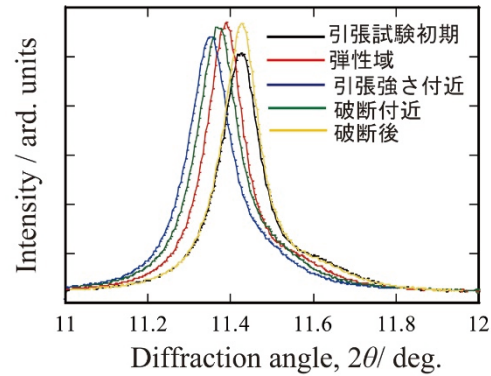


図5 引張試験中の{111}面のピーク変化

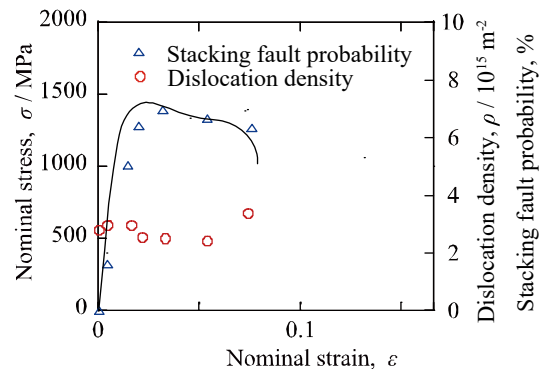


図6 応力-ひずみ曲線と転位密度・積層欠陥出現頻度の関係

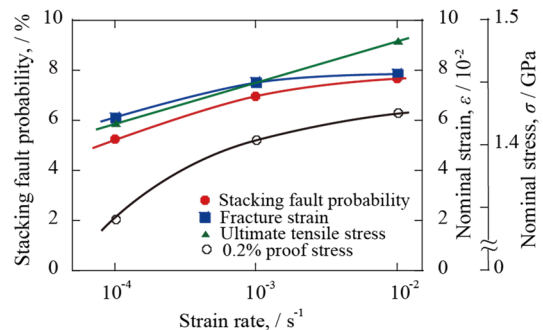


図7 0.2%耐力、引張強さ、破断伸びと積層欠陥の出現頻度の関係

今後、本課題で得たデータをより高精度な解析手法を用いて整理し、ヘテロナノ組織オーステナイト鋼の変形メカニズムについてさらなる議論を進めていく予定である。