

鉄鋼材料のねじり変形の X 線回折その場観測 Operando X-ray Diffraction Dynamics during Torsion Deformation of Steel

菅野 聡^a, 米村 光治^a, 大浦 夏実^a, 山口 樹^b, 豊川 秀訓^c
Satoshi Sugano^a, Mitsuharu Yonemura^a, Natsumi Ooura^a, Itsuki Yamaguchi^b, Hidenori Toyokawa^c

^a 日本製鉄株式会社, ^b 日鉄テクノロジー株式会社, ^c 高輝度光科学研究センター
^a Nippon Steel Corporation, ^b Nippon Steel Technology Corporation, ^c JASRI

構造材料としての鉄鋼製品は、しばしば外力によってねじりの力を受ける。例えば、自動車の駆動系やフレームに使用される鉄鋼材料は、使用時にねじりを含む複雑な複合荷重を受ける。本課題では、フェライト鋼およびオーステナイト鋼のねじり変形（大変形）中の現象を明らかにするためのその場観測に向けた、実験系制御・解析技術の開発・評価を試みた。まず、市販の SUS304 試料をねじり変形させながら X 線回折でその場観測した結果、ねじり変形に伴う回折パターンの変化を観測できた。

キーワード：ねじり、鉄鋼、転位密度、X 線回折

背景と研究目的：

基幹産業である鉄鋼分野の研究開発は、新しい機能性材料、構造材料の商品化に見られるように、鉄鋼材料の高性能化、新合金またはプロセスの開発などがますます盛んであり、特に鉄鋼材料の製造プロセス制御は、自動車メーカーやプラント企業などのユーザーからも大きく注目されている。

多くの鉄鋼製品は、その動作中にねじりの力を受ける。例えば、自動車の駆動系やフレームに使用される鉄鋼材料は、使用時にねじりを含む複雑な複合荷重を受ける[1]。そこで、自動車用鋼板などに使用されるフェライト鋼およびオーステナイト鋼のねじり変形（大変形）中の転位密度変化のその場観測に向けた、実験系制御・解析技術の開発・評価のため、金属試料をねじり変形させながら、X 線回折で転位密度変化および加工誘起マルテンサイト変態をその場観測した。

ねじり変形のその場観測を実現できれば、例えば単純ねじりの加工プロセスやねじり疲労といった、ねじりによる大変形過程・せん断変形過程の現象を解明可能となると期待される。その場観測した回折強度の時間変化から相分率を定量評価でき、さらに転位密度解析により、ねじり変形過程の転位密度変化および加工誘起で生じる相変態の挙動を系統的に調査可能となる。そして、実機加工や疲労による経年劣化で生じる諸現象を明確化でき、産業および科学的にも重要な、ねじり変形による組織変化の知見が得られる。本課題の結果を基に測定技術をブラッシュアップし、ねじりのその場観測で現象を解明し、適切な材料開発へフィードバックする。

実験：

本課題での測定試料には、室温での変形で加工誘起マルテンサイト変態を生じるオーステナイトステンレス鋼 SUS304（市販品）を使用した[2]。ねじり変形中のその場観測のために、小型ねじり試験装置を用いて室温・大気中で SUS304 の棒状試料をねじりながら、透過法で X 線回折測定を実施した。実験は BL13XU の 2 番ハッチを利用して実施し、70keV の単色光を試料に入射して JASRI で開発されたエネルギー閾値型 2 次元 CdTe 検出器（ピクセル数：幅 191 高さ 201、ピクセルサイズ：幅 0.2 mm 高さ 0.2 mm）[3]で回折 X 線を検出し、変形開始から終了まで時間分解測定を行った。ねじり試験装置の設置にはビームラインに付設のヘキサポッドを使用した。

その場観測に先立ち、ビームサイズ、露光時間、ねじり速度の上限を調整するため、測定試料をねじりながら時間分解測定し、回折パターンと強度（ピクセルあたりのカウント数）を確認した。その結果、良好な回折パターンを得られる条件として、ビームサイズは縦 0.2 mm × 横 0.5 mm とし、測定 1 回あたりの露光時間は 0.01 ~ 1 s、ねじり速度の上限は 180°/s と見積もった。

結果および考察：

測定例として、露光時間 0.5 s、ねじり速度 10%/s で測定した際の回折パターン変化を図 1 に示す。概ね良好なねじり変形に伴う回折パターンの変化を観測できた。変形開始前の回折パターンは試料がほぼオーステナイト相 (FCC) 単相であることを示したが、ねじり変形とともに、マルテンサイト相に由来する BCC の回折パターンが発達していく様子が確認できた。また、マルテンサイト相の発達に先んじて、中間相として存在が知られている ϵ 相 (HCP) [4] の回折パターンの発達も確認できた。以前、SPring-8 で実施した圧縮中の相変化では、 ϵ 相がまずスポット状に現れ異方性を示したが[5]、ねじりでは均一な回折リングとして現れ、変形により組織形成の相違が観られた。回折パターンから転位密度など定量評価中であり、詳細については鋭意検討中である。

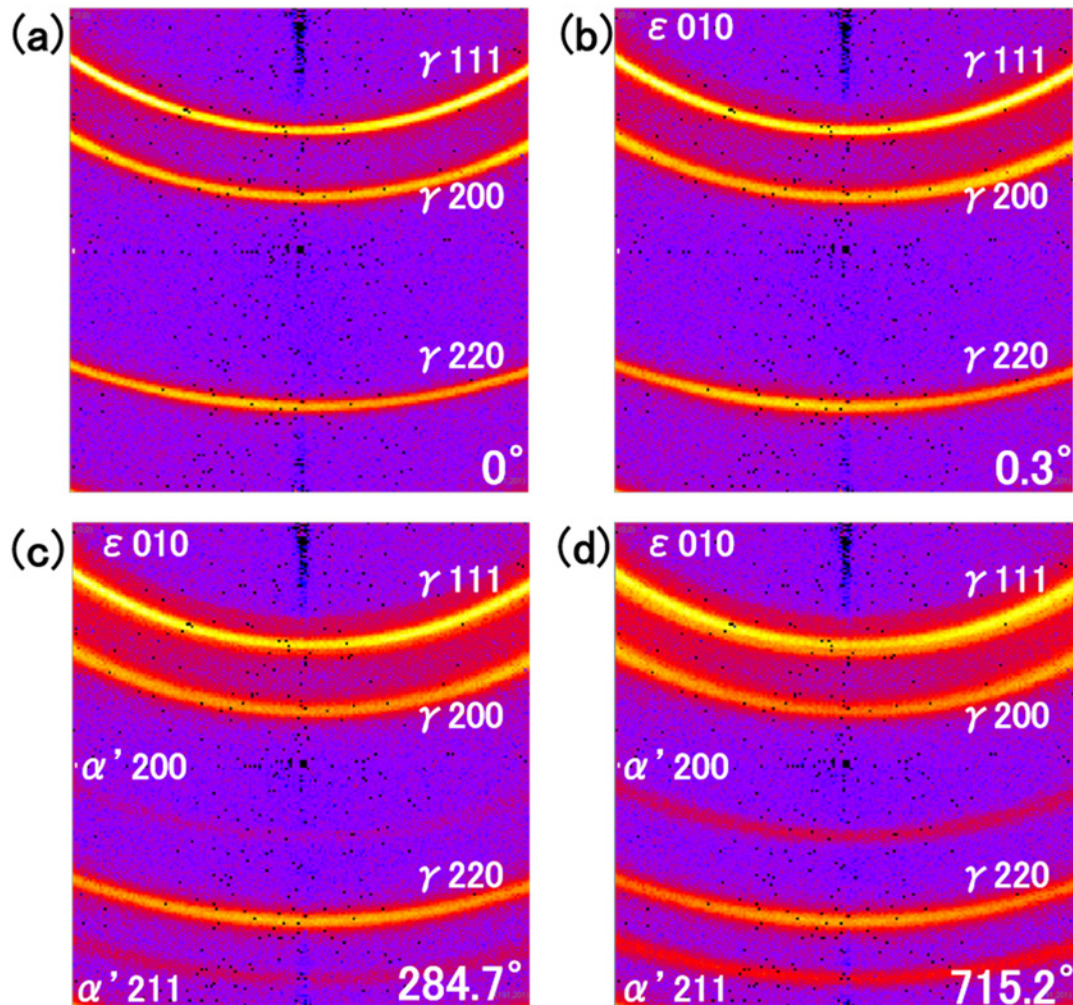


図 1 ねじり変形の進行に伴う回折パターン変化
(a) ねじり角 0°、(b) ねじり角 0.3°、(c) ねじり角 284.7°、(d) ねじり角 715.2°

参考文献：

- [1] 河村 力, 他、自動車技術会論文集、**54**(4), 738 (2023).
- [2] 田村 今男, 他、鉄と鋼、**56**, 429 (1970).
- [3] H. Toyokawa: Development of CdTe pixel detectors for energy-resolved X-ray diffractions, to be published in JPS conference proceedings.
- [4] 久保田 佳基, 他、日本結晶学会誌、**58**, 273 (2016).
- [5] 米村 光治, 他、SPring-8/SACLA 利用研究成果集、**10** (2), 215 (2022).