

白色 X 線微小ビームによる多結晶双晶誘起塑性合金の不均一応力の解析 Analysis of Inhomogeneous Stress in Polycrystalline Twinning Induced Plasticity Steel using White X-ray Microbeam

鈴木 茂^a, 堀田 孝治^a, 藤枝 俊^a, Kwon Eui Pyo^a,
篠田 弘造^a, 佐藤 成男^b, 梶原 堅太郎^c, 佐藤 眞直^c
Shigeru Suzuki^a, Koji Hotta^a, Shun Fujieda^a, Kwon Eui Pyo^a,
Kozo Shinoda^a, Shigeo Sato^b, Kentaro Kajiwara^c, Masugu Sato^c

^a 東北大学多元物質科学研究所, ^b 東北大学金属材料研究所, ^c (公財) 高輝度光科学研究センター

^a Institute of Multidisciplinary Research for Advanced Materials, Tohoku University,

^b Institute for Materials Research, Tohoku University, ^c Japan Synchrotron Radiation Research Institute

双晶誘起塑性により大きな不均一伸びを示す多結晶 Fe-Mn-C 合金の特性発現機構を検討するため、引張変形に伴う局所的な双晶形成、結晶方位変化、格子ひずみおよび残留応力を白色 X 線マイクロビーム回折により解析した。引張変形により粒界近傍に応力集中が生じ局所的に双晶変形が生じることが確認された。また、その双晶形成部近傍では、すべり変形により比較的大きな結晶方位の変化が生じていた。双晶変形が発生していた結晶粒内では、双晶形成部近傍における残留応力が双晶未形成部よりも小さかった。つまり、双晶変形により局所的に残留応力が解放されることを示唆する結果が得られた。Fe-Mn-C 合金における結晶粒界近傍での双晶発生による局所的な応力集中の抑制が、均一伸び特性と関係しているものと考えられる。

キーワード： 双晶誘起塑性、変形双晶、白色 X 線微小ビーム、残留応力、二次元検出器

背景と研究目的：

双晶誘起塑性 (Twinning Induced Plasticity: TWIP) 鋼と呼ばれる Mn 濃度が 15~30 mass% 程度のオーステナイト鋼では、塑性変形中に変形双晶が発生し、優れた高延性および高強度を示す[1]。これまでに、変形双晶の形成と組織との関連、変形双晶の発生に伴う組織の変化などに関する研究が盛んに行われてきた[2-4]。しかし、多結晶材料における双晶変形機構は複雑であり、その理解は十分とは言えない。例えば、引張応力の印加による多結晶材料中の格子ひずみおよび応力の分布は不均一であり、組織だけでなく、これらも変形双晶の形成と密接に関連すると予想される。また、変形双晶の発生に伴う組織の変化は、格子ひずみおよび応力の分布に強く影響を及ぼす可能性がある。つまり、格子ひずみおよび応力なども考慮して、双晶変形機構を理解することが重要と考えられる。

最近、SPRING-8 において白色 X 線マイクロビームを用いた格子ひずみおよび応力の評価・解析手法が開発された[5,6]。本手法では、白色 X 線ラウエ回折の試料スキャンによる結晶粒界イメージングと、個々のラウエスポットに対するエネルギー分散型 X 線回折による格子ひずみ解析を組み合わせることで、従来は困難であった多結晶合金中の任意の微小領域における応力分布の情報が得られ、金属組織における変形と局所的な応力形成を対応づけて議論することが可能となる[6,7]。このような手法により、マルテンサイト変態に起因した形状記憶効果を示す多結晶合金などの評価・解析が行われており、マルテンサイト変態の発生と格子ひずみおよび応力の関係などが議論されている[7]。

本研究では、双晶誘起塑性を示す Fe-Mn-C 多結晶合金において白色 X 線マイクロビームを用いたラウエ回折測定を行い、引張応力の印加による局所的な結晶方位変化を評価した。さらに回折スポットのエネルギースペクトルの測定を行い、双晶変形の発生と格子ひずみおよび残留応力との関係などについて調査した。また、試験片の引張変形前後の試料に対して、ほぼ同一の領域における電子後方散乱回折 (Electron backscatter diffraction : EBSD) 測定も行い、それらの結果を白色 X 線マイクロビームによる結果との対応についても検討した。

実験：

アーク溶解により Fe-24.0 %Mn-0.48 %C(mass %) の多結晶合金を作製した。真空中において高温で長時間の熱処理を施した後、放電加工により引張試験片(ゲージ部サイズ: 3×1 mm、厚さ: 0.2 mm 程度)を切り出した。表面近傍の加工ひずみが生じた領域は、電解研磨により取り除いてから測定に用いた。試験片の厚さ方向(X線透過方向)に対し単一の結晶からの情報が得られるように、結晶粒径が 0.2 mm 以上の試料を作製した。

局所的な応力測定は、白色 X 線マイクロビームによるラウエ回折とエネルギー分散型 X 線エネルギー測定が可能な BL28B2 にて実施した。ビームサイズは $25 \times 25 \mu\text{m}^2$ とし、試料面法線方向(厚さ方向)に照射し、試料からのラウエ回折斑点をフラットパネル検出器により二次元イメージとして記録した。試料面内の $0.5 \text{ mm} \times 2.0 \text{ mm}$ の領域を二次元的に走査することにより得られる透過ラウエパターンの変化から、走査範囲における結晶粒界のイメージを得た。次に、結晶粒や結晶方位の情報に基づいて選定した特定位置におけるラウエパターンの回折スポットに対して、半導体検出器を用いて X 線エネルギー測定を実施した。この測定で得られるエネルギー(E)スペクトルを、Bragg の式($2d\sin\theta = hc/E$)をもとに面間隔(d)に変換し、各回折面に対する格子面間隔を求めた。引張変形や残留応力により変化する格子面間隔の情報から平面応力を仮定し残留応力を算出した。この解析法は、基本的に単結晶の残留応力解析法に基づいている[6]。

本研究では上述の測定や解析を行うことにより、引張変形前および 9 %の引張変形後の試験片において *ex situ* 測定を行った。その後、小型引張試験機により 11 %引張変形させた試験片を、応力印加状態にて *in situ* 測定を行った。

結果および考察：

1. 9 %の引張変形後における試験片の *ex situ* 測定および EBSD 測定結果との対応

図 1 に(a)引張変形前および(b)9 %の引張変形後の試験片において、EBSD 測定により得た引張方向に対する IPF (Inverse Pole Figure) マップを示す。ゲージ部中央に、双晶変形の Schmid 因子がほぼ最大となる引張方向に対して $\langle 144 \rangle$ 付近の方位をもつ結晶粒(①)が観察された。引張変形により、②の結晶粒の結晶方位は変化するが、①の結晶粒では明確な結晶方位の変化は観測されなかった。つまり、引張応力の印加による変形の度合いは結晶粒によって異なり、各結晶粒で不均一に変形していた。また、①の結晶粒の点線で示した領域では、図 1(c)に示すように変形双晶が観測された。引張応力の印加に伴う変形は同一結晶粒内でも不均一であり、結晶粒形状や隣接結晶粒の変形等の影響により複雑な応力状態が生じていると考えられる。

9 %の引張変形後に双晶変形が観測された①の結晶粒において、引張変形による微細な結晶方位の変化を詳しく検討するために、EBSD 測定により得た local misorientation マップを図 2(左)に示す。また、local misorientation マップにおける A 点および B 点における透過ラウエパターンも示した(中央および右)。A 点では回折スポットがストリーク状になっていたが、B 点ではその傾向は

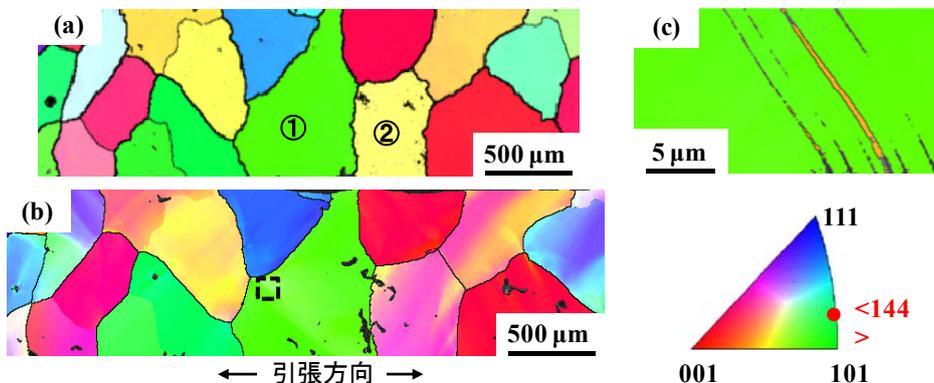


図 1. (a)引張変形前および(b)9 %の引張変形後の試験片における引張方向に対する IPF(Inverse Pole Figure)マップ。(c) (b)の点線で示した領域の高倍率像。

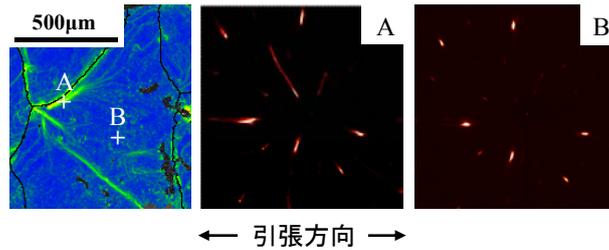


図 2. 9%の引張変形後に双晶変形が観測された①の結晶粒における local misorientation マップ(左)および A 点および B 点における透過ラウエパターン(中央および右)。

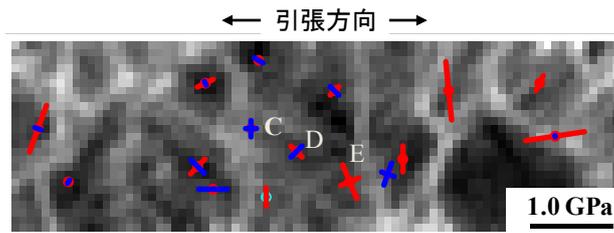


図 3. 9%引張変形後の試験片の透過ラウエイイメージの解析から得た粒界イメージおよび残留応力解析結果。図中の線の長さ方向は応力の方向を表わし、引張応力および圧縮応力をそれぞれ赤および青で示す。

観られなかった。また、local misorientation マップにおいて、結晶粒中央の B 点では引張応力の印加による結晶方位の変化は殆どなかったが、変形双晶が観測された領域近傍の A 点では比較的大きな方位変化があった。結晶粒界近傍では変形に伴い GN(Geometrically Necessary) 転位が形成されたことが示唆される。これらの結果から、引張応力の印加により A 点近傍に応力が集中したために優先的に変形双晶が生じたと推察される。

図 3 に、9%の引張変形後の試験片の透過ラウエイイメージの解析から得た粒界イメージおよび残留応力の解析結果を示す。図中の線の長さ方向は応力の大きさと方向を表わし、引張応力および圧縮応力をそれぞれ赤および青色で表わした。図 1(b)に示した IPF マップとほぼ対応した粒界イメージが観測された。変形双晶が観測された①の結晶粒内の異なる 3 点(C、D および E 点)に着目すると、変形双相が観測された粒界近傍の C 点において圧縮の残留応力が観測された。応力の大きさは、粒界近傍であるが変形双晶が観測されなかった E 点よりも明らかに小さく、結晶粒中央で変形双晶が観測されなかった D 点と同程度であった。C 点近傍では変形双晶が形成されるために、残留応力が緩和された可能性が考えられる。つまり、双晶変形により局所的に残留応力が解放されることを示唆する結果が得られた。結晶粒界における局所的な応力集中が双晶変形により抑制され、Fe-Mn-C 鋼における大きな均一伸び特性に関係していると推察される。

2. 11%まで引張変形させた試験片の *in situ* 測定

ex situ 測定で用いた試験片を、専用引張試験器でさらに 11%まで変形させ、応力印加状態において *in situ* 測定を行った。図 3 で示した C および D 点におけるラウエスポットの(220)および(311)回折に対するエネルギースペクトルから求めた面間隔に対する回折強度プロファイルを、図 4 に示す。図中の点線は、引張変形前の(220)および(311)の面間隔 d_0 を表わす。変形双晶が観測されず結晶粒中央の D 点において、引張応力の印加により引張方向と平行方向に近い(220)の面間隔は増大した。一方、引張方向の垂直方向に近い(311)の面間隔は減少した。変形双晶が観測された粒界近傍の C 点において引張応力の印加により(220)の面間隔は増大したが、(311)の面間隔は殆ど変化しなかった。このように応力印加状態では、粒内における格子ひずみの不均一分布が観測された。

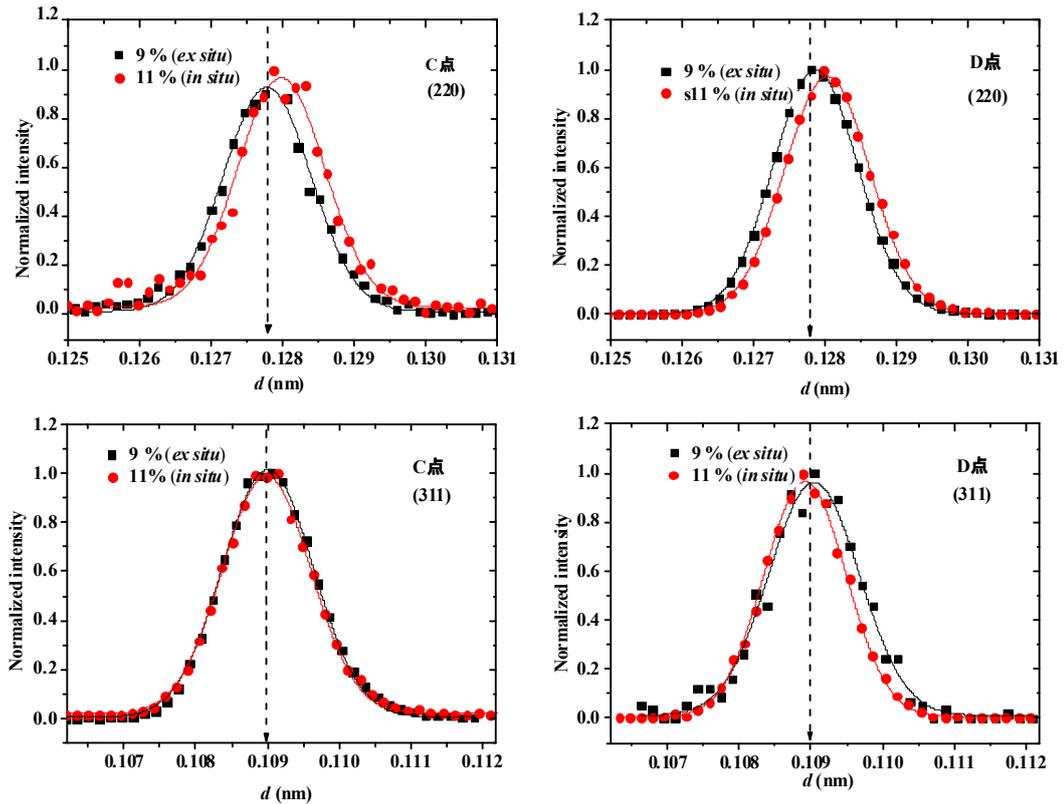


図4. 図3で示したCおよびD点におけるラウエスポットの(220)および(311)回折に対するエネルギースペクトルから求めた、面間隔に対する回折強度プロファイル。点線は、引張変形前の(220)および(311)の面間隔 d_0 を表わす。

今後の課題：

図1に関連して述べたように、引張変形の程度や双晶形成の頻度は結晶粒ごとによって異なる。したがって、結晶方位に依存する応力発生、特に隣接結晶粒との関係に着目した双晶生成とそれに伴う応力伝播の機構に関しては、今後さらに考察する必要がある。そのために、*in situ* 測定結果に基づき応力解析等を深める予定である。これらの結果に基づいて、双晶変形機構について理解を深め、TWIP鋼の材料特性との関連についても議論していく予定である。

参考文献：

- [1] O. Grässel, et al., *Inter. J. Plast.* **16**, 1391 (2000).
- [2] I. Gutierrez-Urrutia, et al., *Mater. Sci. Engin. A*, **527**, 3553 (2010).
- [3] S. Sato, et al., *Mater. Characterization* **61**, 781 (2011).
- [4] S. Suzuki, et al., *Proc. Engin.* **10**, 88 (2011).
- [5] K. Kajiwara, et al., *Phys. Status Solidi A*, **206**, 1838 (2009).
- [6] K. Kajiwara, et al., *ISIJ Inter.* **53**, 165 (2013).
- [7] E.P. Kwon, et al., *Mater. Sci. Eng. A* 570, 43 (2013).