



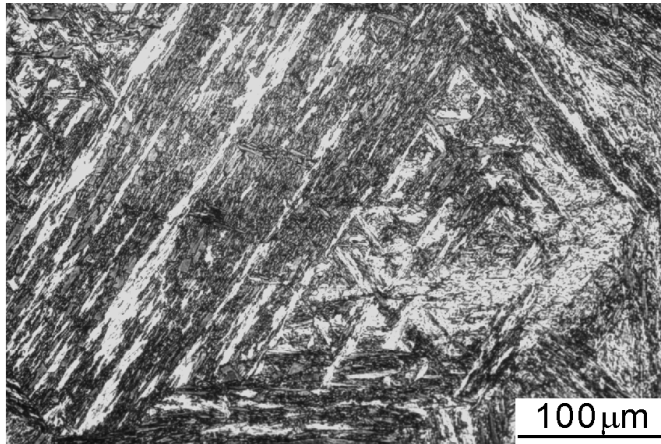
# 母相オーステナイトの局所応力場と 変形誘起マルテンサイト変態の関係

柴田曉伸<sup>1)</sup>, 陳 美伝<sup>1)</sup>, 松本晃英<sup>1)</sup>, 宮澤知孝<sup>2)</sup>, 佐藤眞直<sup>3)</sup>, 辻伸泰<sup>1)</sup>

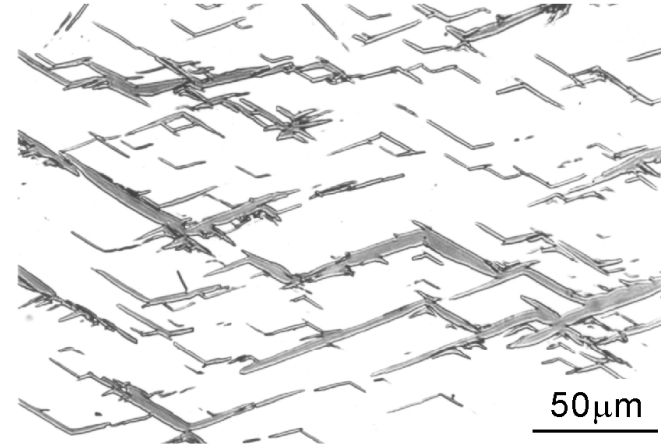
1) 京都大学, 2) 東京工業大学, 3) JASRI

## 発表のアウトライン

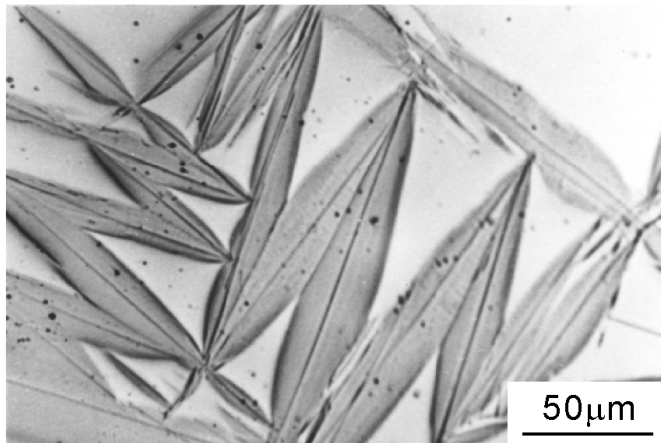
1. 鉄合金の $\alpha'$ マルテンサイト変態の特徴  
(マルテンサイトバリエーションについて)
2. 局所応力場測定技術の原理  
(白色X線マイクロビームとエネルギー分散型X線回折)
3. 実験結果
  - 3.1 レンズマルテンサイト (Fe-33Ni)
  - 3.2 ラスマルテンサイト (SUS304オーステナイト系ステンレス鋼)
4. まとめ



Lath (Fe-9Ni-0.15C, Ms=602K)



Butterfly (Fe-20Ni-0.73C, Ms=273K)



Lenticular (Fe-29Ni-0.26C, Ms=203K)

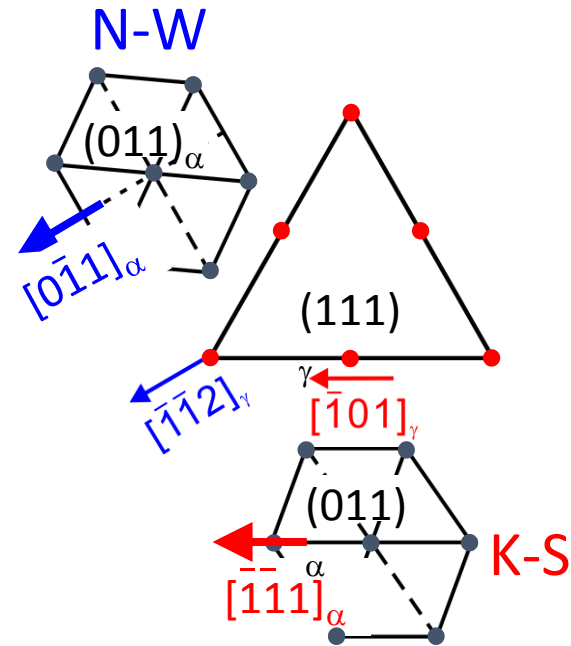
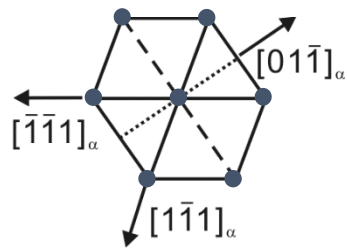
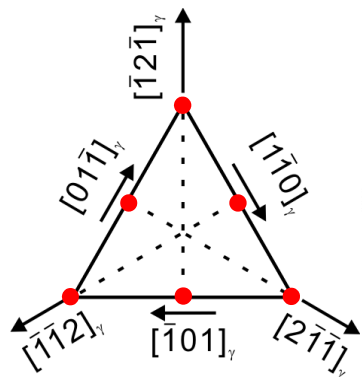
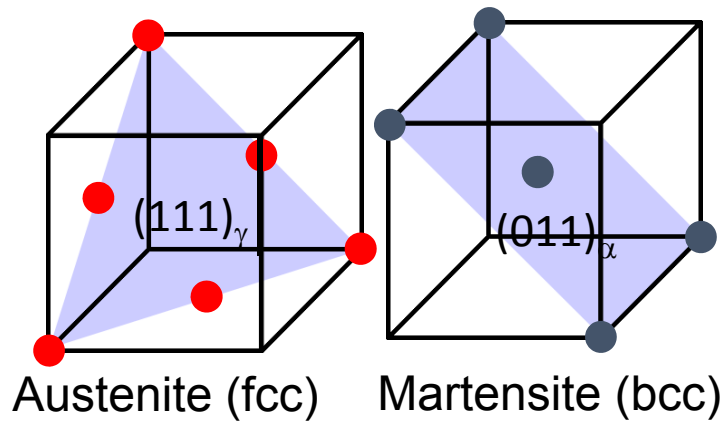


Thin plate (Fe-31Ni-0.23C, Ms=83K)

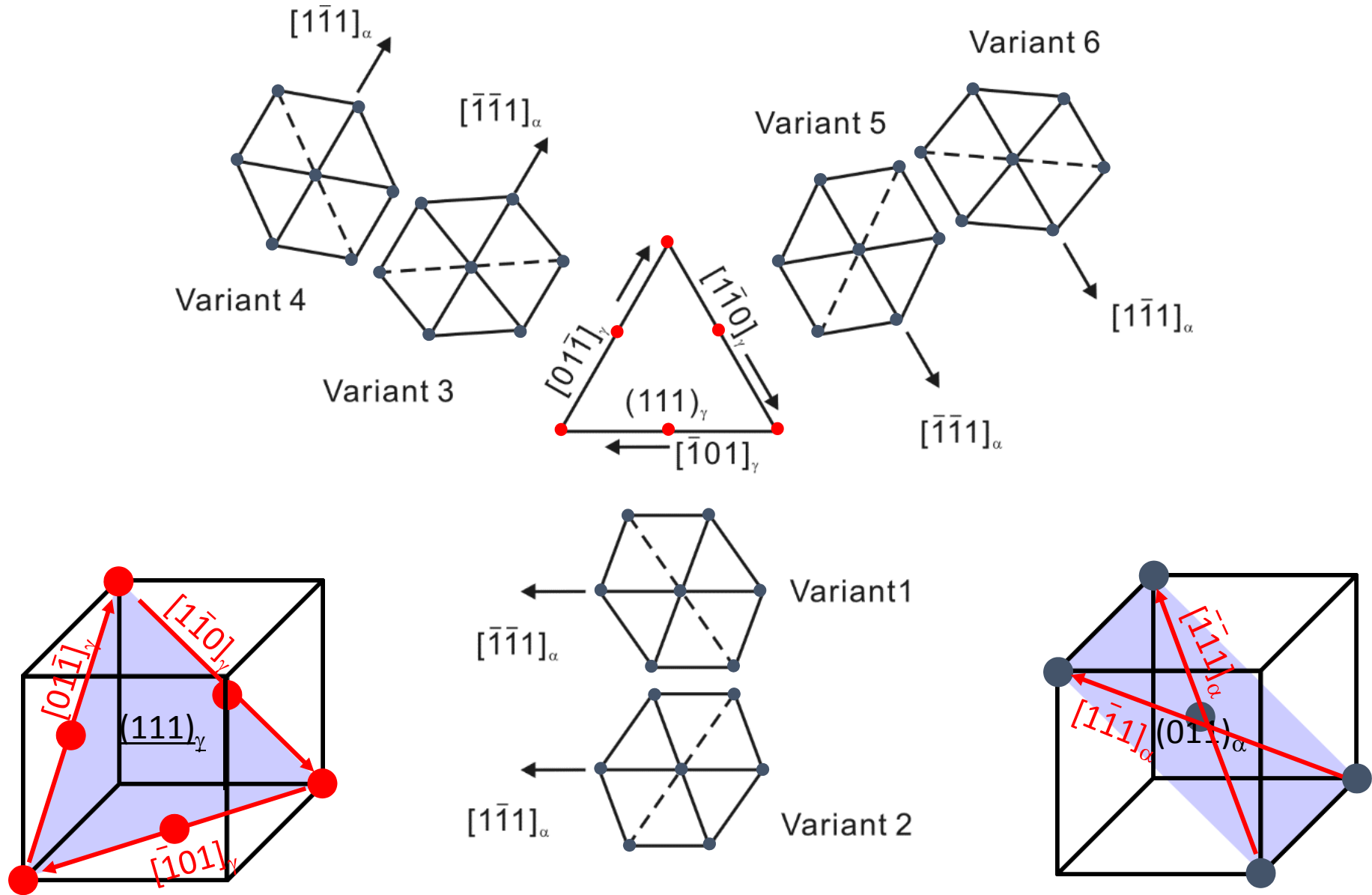
}	ラスマルテンサイト	→	高強度鋼
	薄板状マルテンサイト	→	形状記憶効果

# 鉄合金マルテンサイトの結晶方位関係 ~ Orientation Relationship in ferrous $\alpha'$ martensite ~

Kurdjumov-Sachs(K-S) O.R. ;	$(111)_A // (011)_M$ $[\bar{1}01]_A // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$
Nishiyama-Wassermann(N-W) O.R. ;	$(111)_A // (011)_M$ $[\bar{1}\bar{1}2]_A // [0\bar{1}1]_M$
Greninger-Troiano(G-T) O.R. ;	$(111)_A \sim (011)_M$ $[\bar{1}01]_A \sim [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_M$

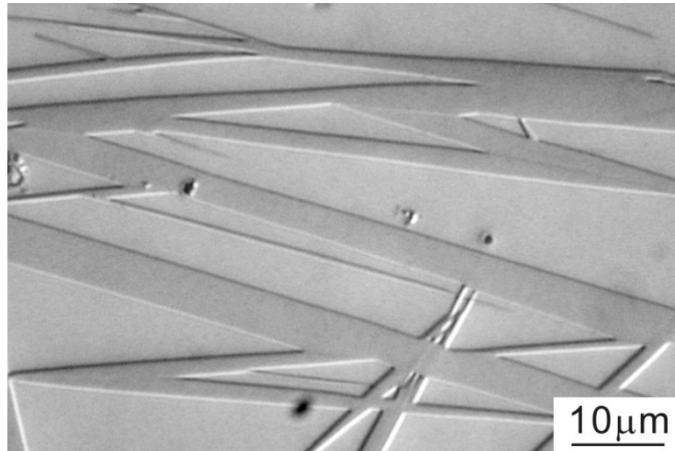


K-S 關係

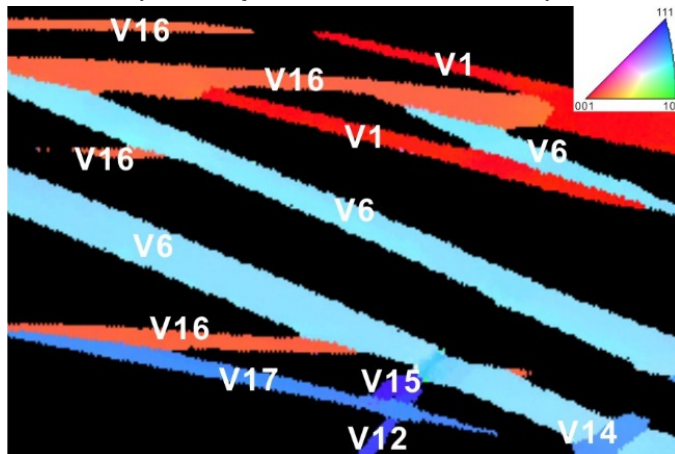


# マルテンサイトのバリエーション選択

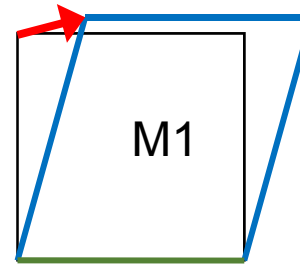
Optical microscopy image  
(Thin plate martensite)



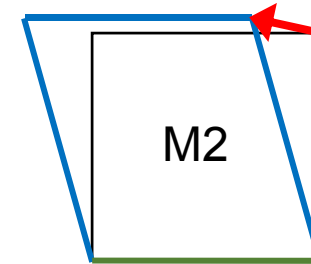
EBSD orientation map  
(Thin plate martensite)



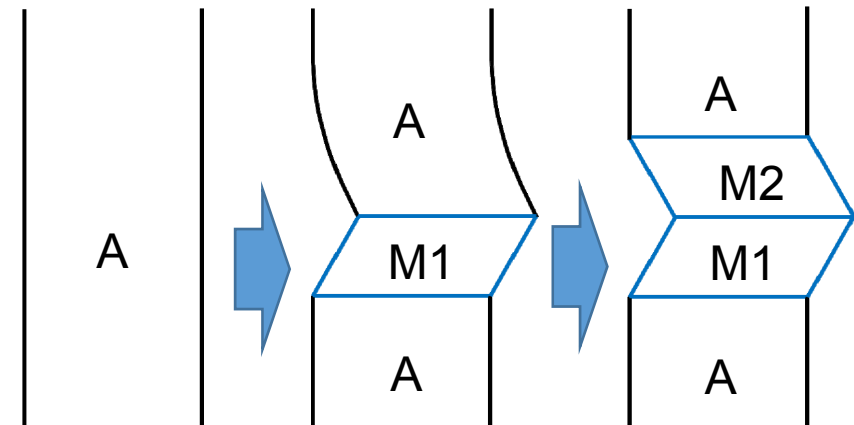
形状ひずみ方向



形状ひずみ方向



晶癖面

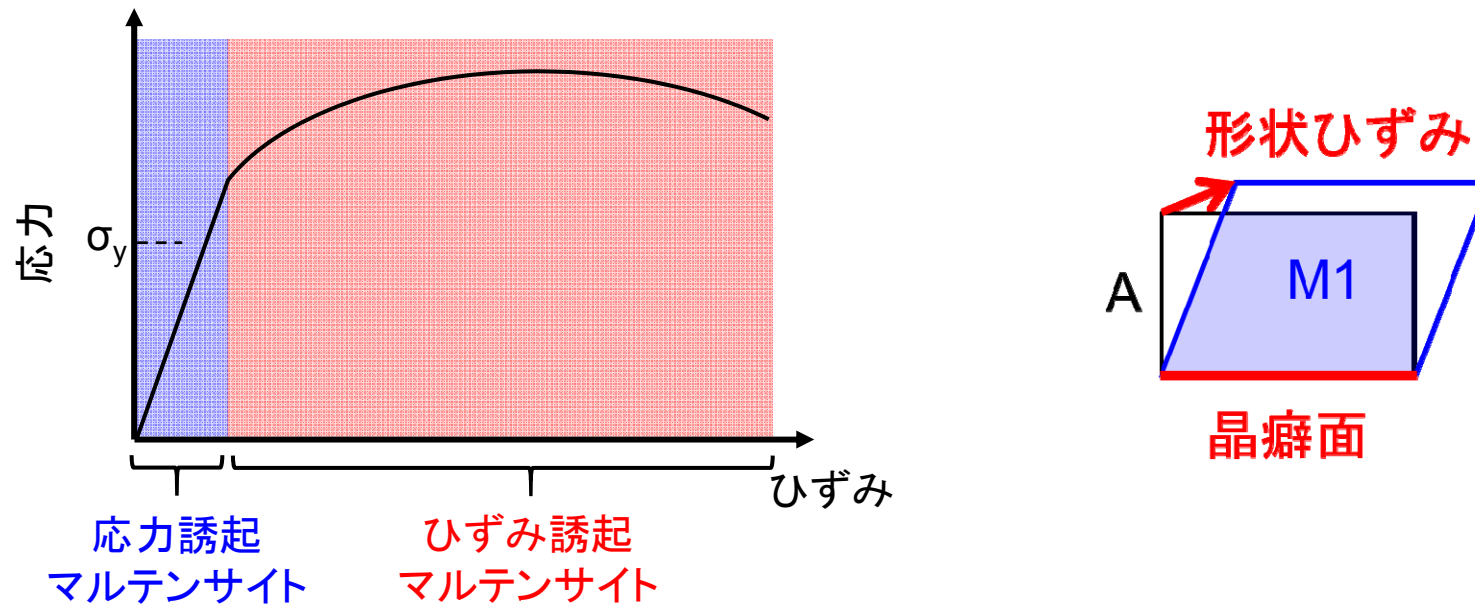


自己緩和機構:

晶癖面がほぼ平行かつ形状ひずみ方向が逆方向のバリエーションが隣接して生成すると、マルテンサイト変態によって導入されるひずみを緩和することができる。

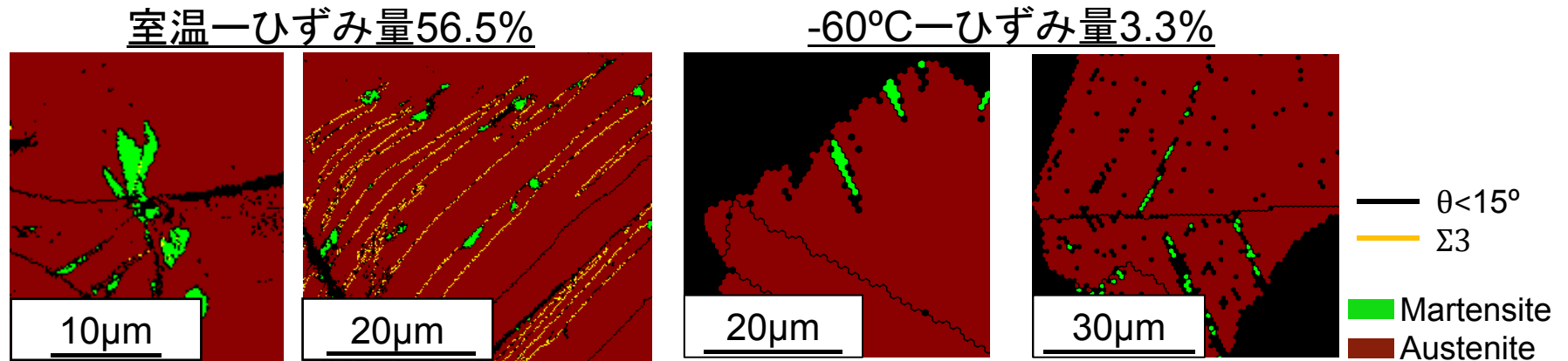
## 変形誘起マルテンサイト変態

マルテンサイト変態開始温度 ( $M_S$ 点) 以上の温度で, 母相オーステナイトを変形した場合に生じる現象.



- オーステナイトが降伏する前(弾性変形中) → **応力誘起マルテンサイト変態**  
 ・ 超弾性, 形状記憶効果
- オーステナイトが降伏した後(塑性変形中) → **ひずみ誘起マルテンサイト変態**  
 ・ TRIP効果

変形誘起マルテンサイト変態 (SUS304ステンレス鋼)



$\alpha'$	室温	-60°C
生成するのに必要なひずみ量	約50%	約3%
生成サイト	粒界三重点、変形双晶	結晶粒界
Patel & Cohen 理論	×	×
Bogers-Burgers Model	×	×

M. Chen et al.: *Mater. Trans.*, 54 (2013), 308-313.

多結晶材？  
局所応力？

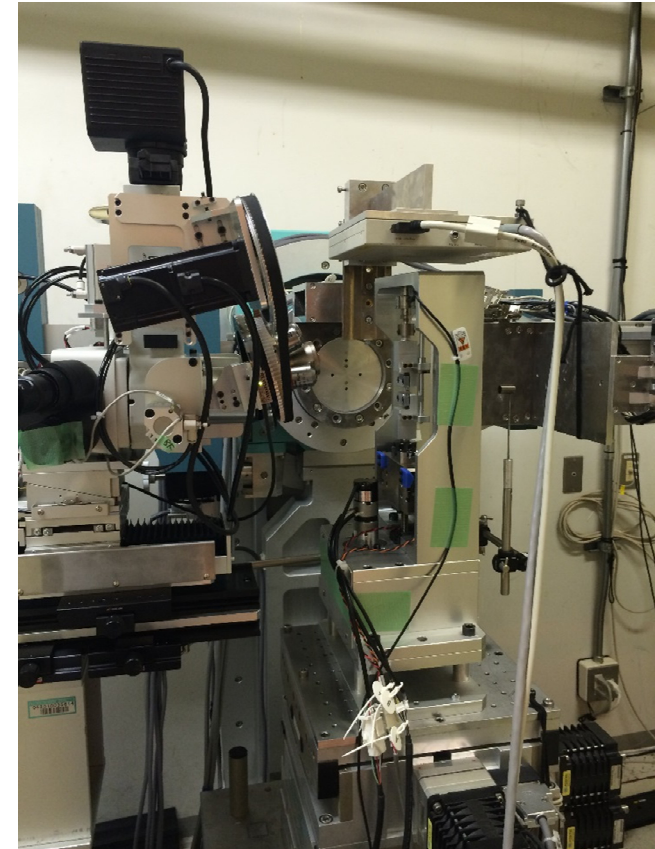


## 白色X線マイクロビームによる局所応力場測定技術

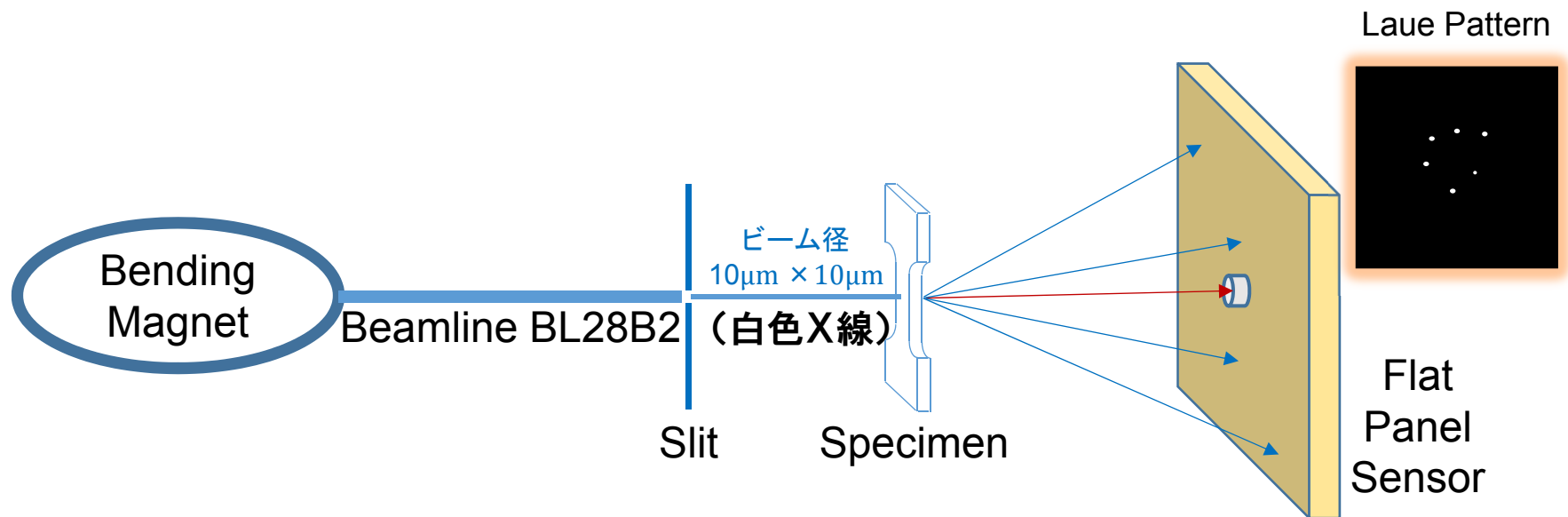
EXDM ( Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy )

K. Kajiwara et al: *ISIJ Int*, **53**, 165 (2013).

- SPring-8 BL28B2の試料ステージ上に設置した小型引張試験機にて試験片に引張変形を付与.
- 白色X線マイクロビーム ( $10 \times 10 \mu\text{m}$ ) を照射しながら試料ステージを走査.  
各照射位置での透過ラウエパターンの画像解析.  
→ **結晶粒界像の作成**
- 各ラウエパターンにおける回折スポットの回折角とエネルギースペクトルの測定.  
→ **照射位置の格子面間隔を正確に測定**
- 変形前後の格子面間隔の比較  
→ **局所領域でのひずみ場, 応力場を算出**

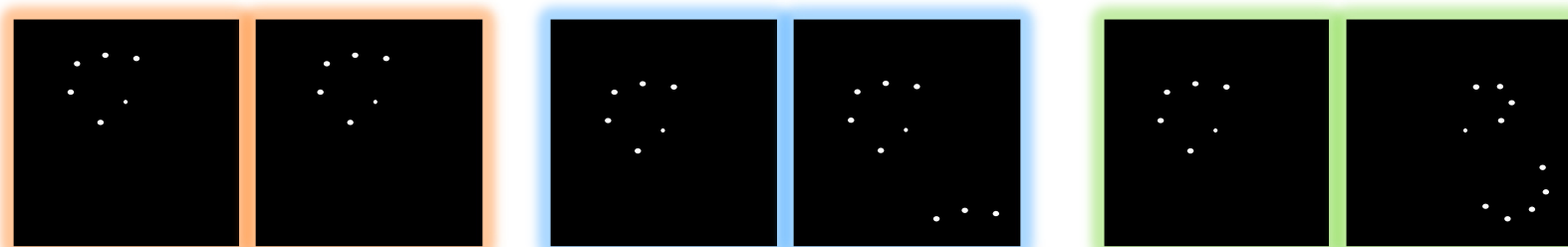


ラウエパターンの画像解析



SPring-8 BL28B2において、ビーム径  $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$  の白色X線マイクロビームを引張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検出器にて測定する。

Laue Pattern



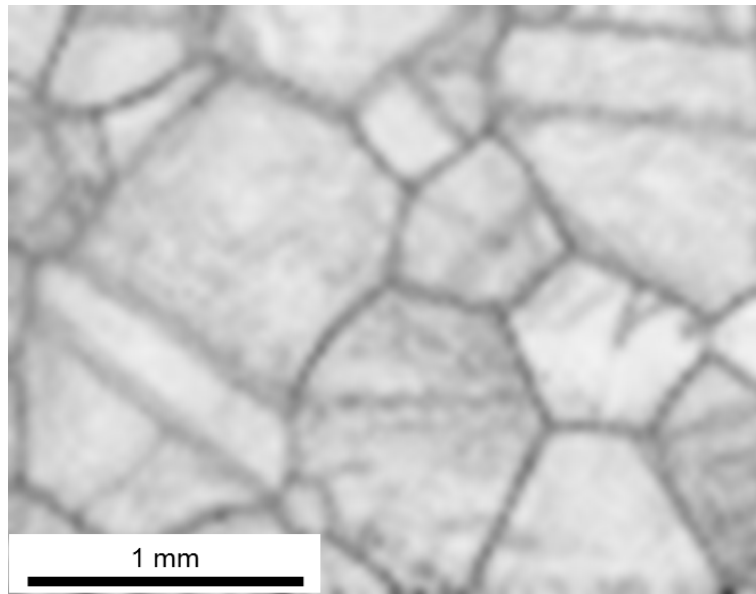
White

Gray

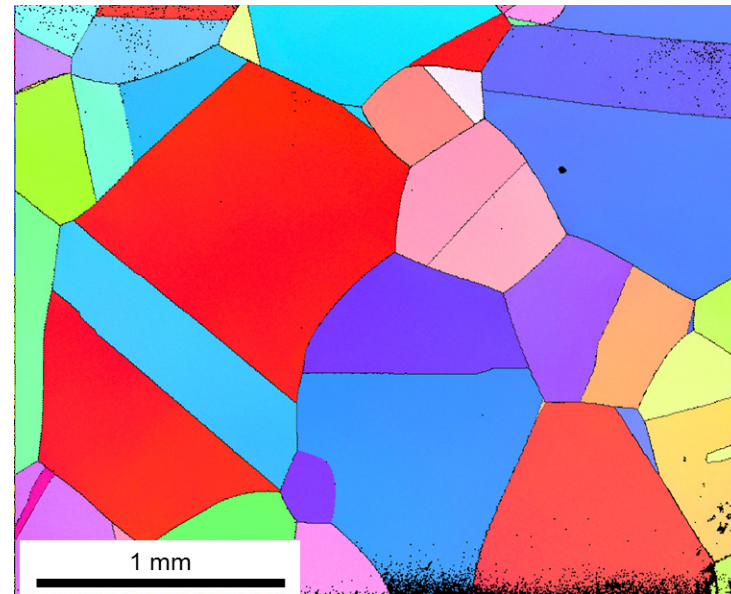
Black

## ラウエパターンの画像解析

Grain boundary map  
obtained from Laue pattern analysis

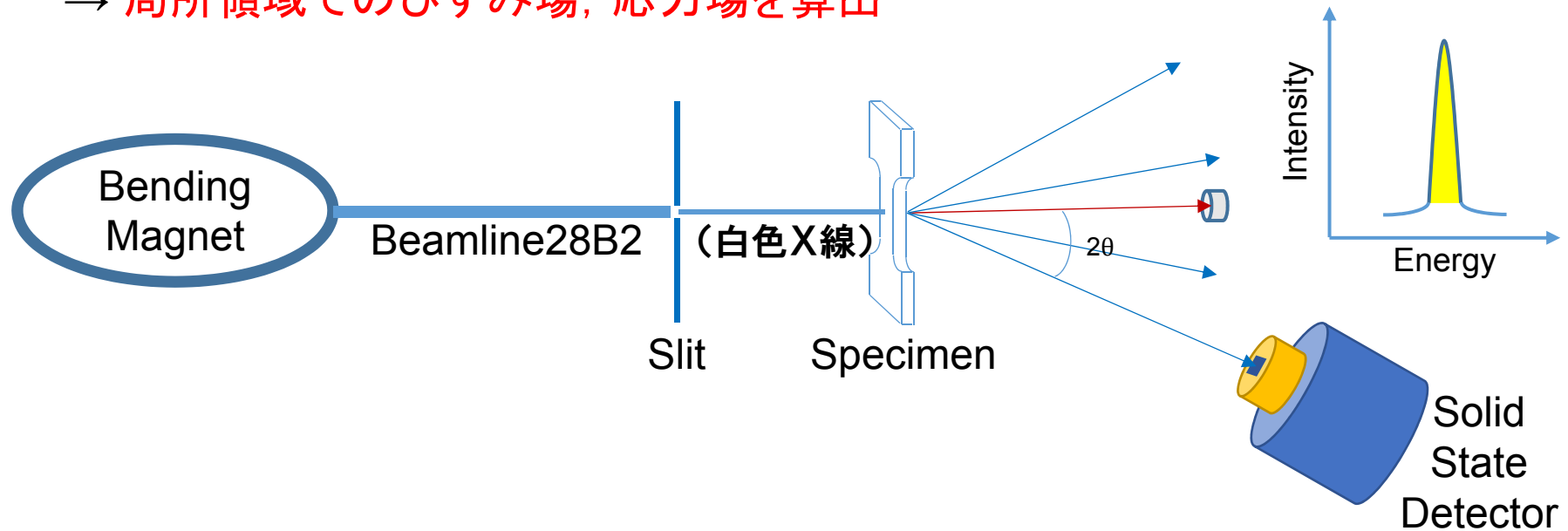


EBSD orientation map



隣接する測定位置での透過ラウエパターンの変化から試験片の結晶粒界マップを構築する。

- 回折スポットの回折角とエネルギースペクトルの測定
- 変形前後の格子面間隔の比較  
→ 局所領域でのひずみ場, 応力場を算出



$$2d(h, k, l) \sin\theta = \lambda = \hbar v / E \quad \Rightarrow \quad \varepsilon(h, k, l) = \frac{d(h, k, l) - d_0(h, k, l)}{d_0(h, k, l)}$$

$$\begin{aligned} \varepsilon_1(h_1, k_1, l_1) &= a_1 \sigma_x + b_1 \tau_{xy} + c_1 \sigma_y \\ \varepsilon_2(h_2, k_2, l_2) &= a_2 \sigma_x + b_2 \tau_{xy} + c_2 \sigma_y \\ \varepsilon_3(h_3, k_3, l_3) &= a_3 \sigma_x + b_3 \tau_{xy} + c_3 \sigma_y \end{aligned} \quad \Rightarrow \quad \begin{pmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} & 0 \\ \tau_{xy} & \sigma_y & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

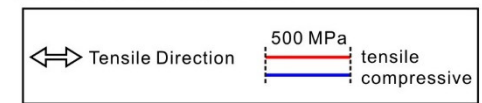
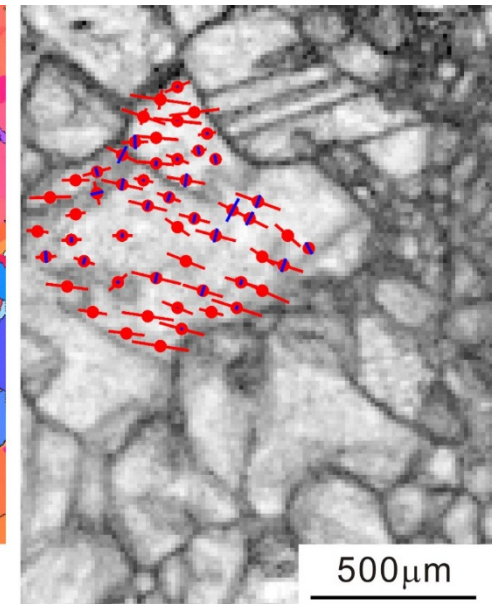
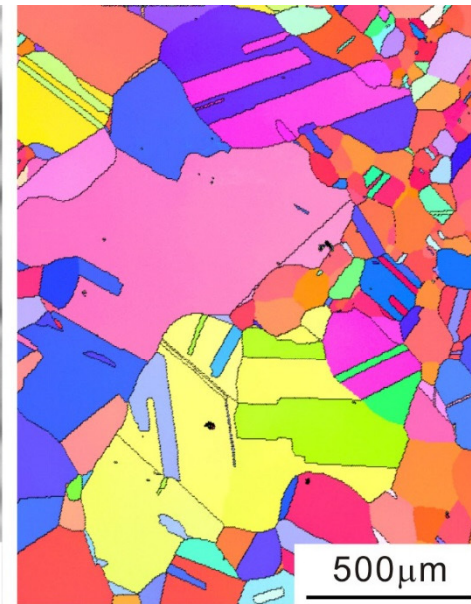
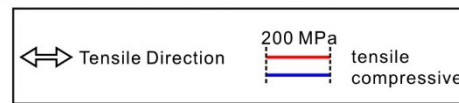
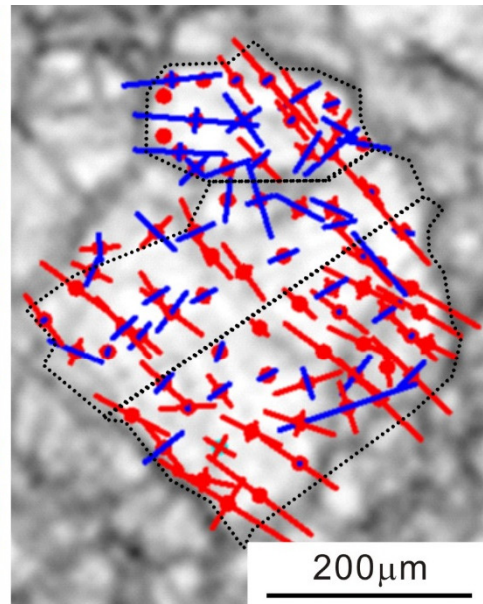
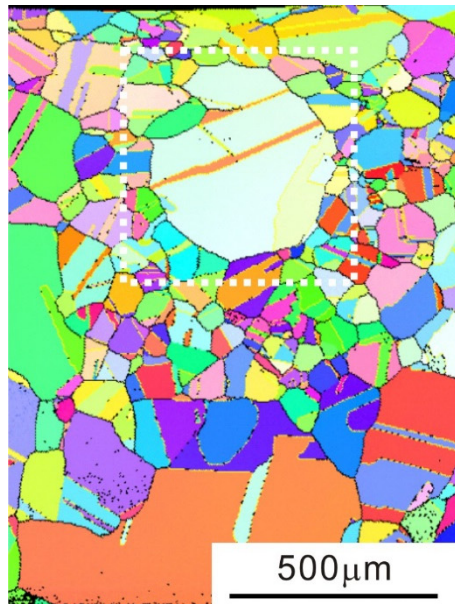
(a, b, cは弾性コンプライアンステンソルから算出した定数)

エネルギースペクトルを半導体検出器により測定し, 測定領域中の種々の回折面の格子面間隔を求める. 格子面間隔の変化と弾性定数から局所応力場を算出する.

算出した局所応力場の例

SUS304 austenitic stainless steel

Fe-33Ni alloy



## 目的

放射光X線回折による局所応力場測定技術 (SPring-8 BL28B2) を利用して、引張変形中 (弾性域) の多結晶オーステナイトの局所応力場を正確に測定し、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則とオーステナイトの局所応力場の関係を明らかにする。

SPring-8 課題番号:  
2013A1144, 2013B1547, 2014A1578

## 実験方法

### 試料

Fe-33Ni (mass%) 合金 (レンズマルテンサイト)  
SUS304 ステンレス鋼 (ラスマルテンサイト)  
(板状試験片(平行部長さ: 1.5 mm, 平行部幅: 1 mm, 厚さ: 0.15 ~ 0.25 mm))

### 熱処理

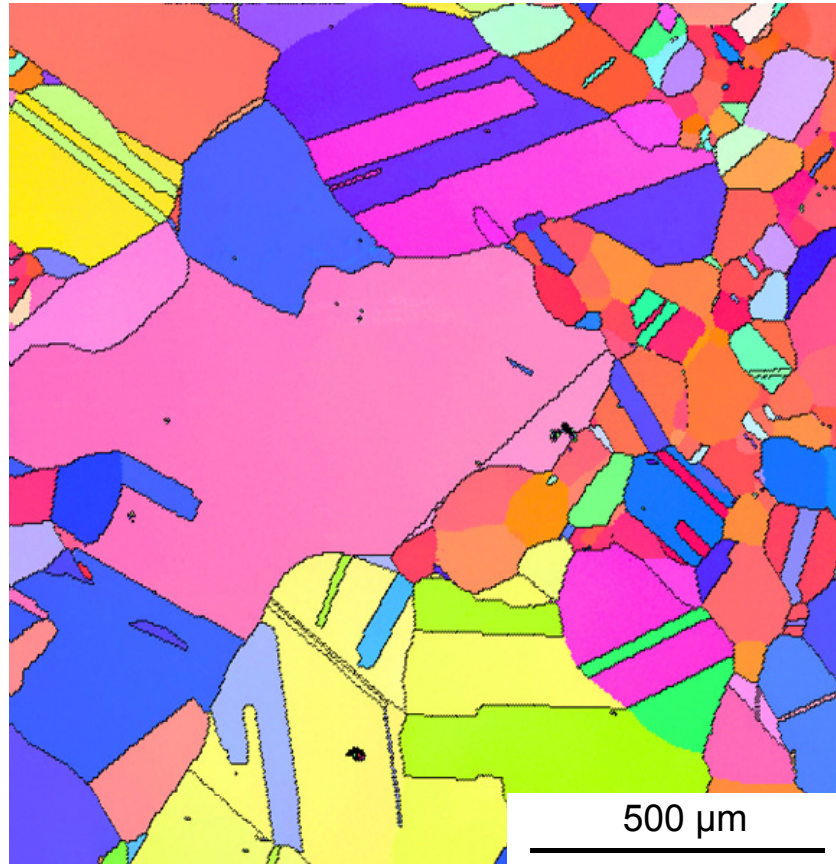
Fe-33Ni合金: 1200 °C, 24 hr + 炉冷  
SUS304ステンレス鋼: 1050 °C, 85 hr + 炉冷

### 局所応力場測定 (SPring-8 BL28B2)

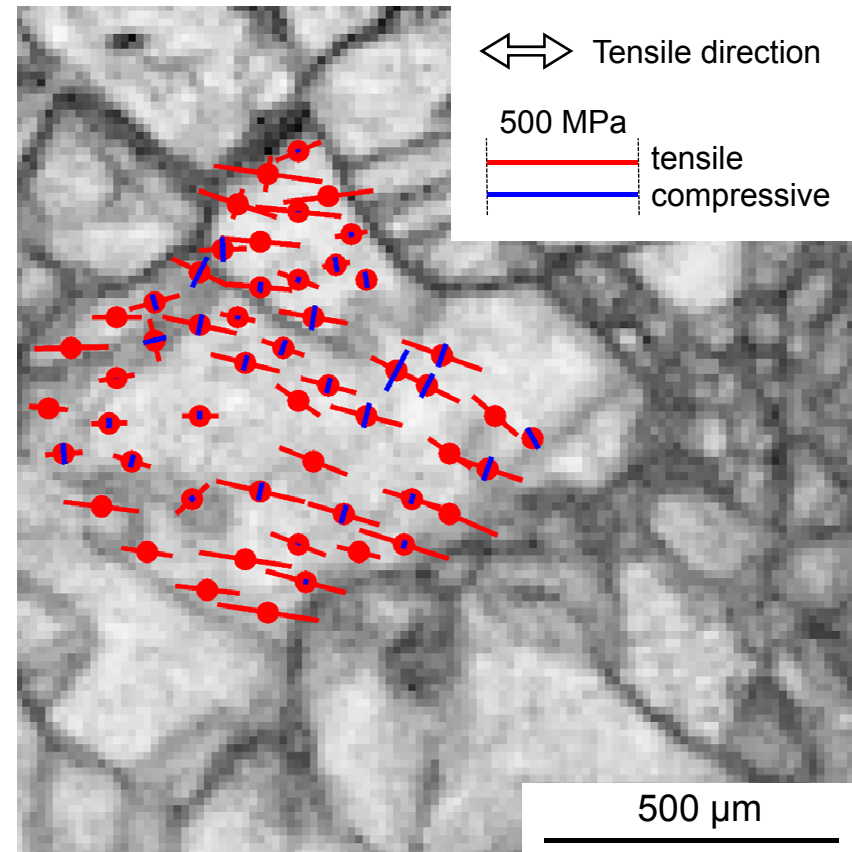
1. 組織観察 (SEM/EBSD) @ Lab
2. 組織観察 (光学顕微鏡) @ SPring-8 BL28B2
3. 引張変形 (弾性域で保持) @ SPring-8 BL28B2
4. 局所応力場測定 @ SPring-8 BL28B2
5. 弾性応力を負荷したまま, サブゼロ処理 @ SPring-8 BL28B2  
→ 応力誘起マルテンサイトを生成させる.
6. バリエーション解析 (SEM/EBSD) @ Lab
7. 母相オーステナイトの局所応力場と応力誘起マルテンサイトの関係を解析. @ Lab

# 局所応力場

EBSD orientation map



Local stress field

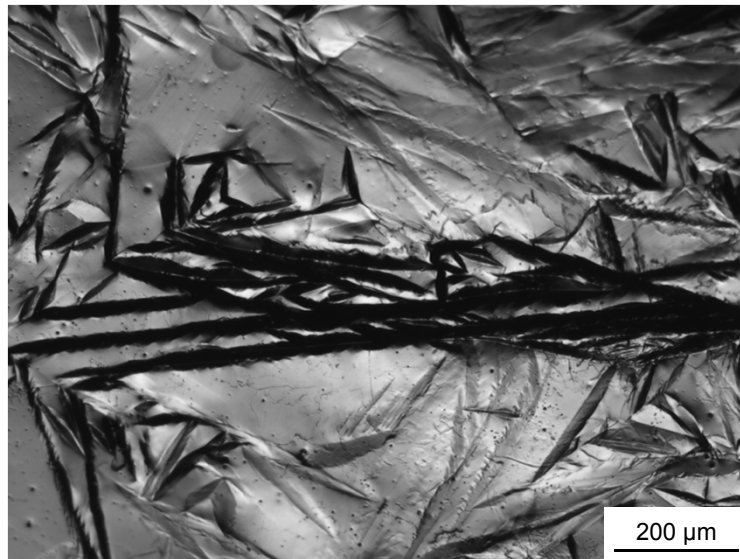


オーステナイト結晶粒内の局所応力場は均一ではなく、ほとんどの測定点において、引張応力成分は外部印加引張応力方向 (水平方向) と異なっている。

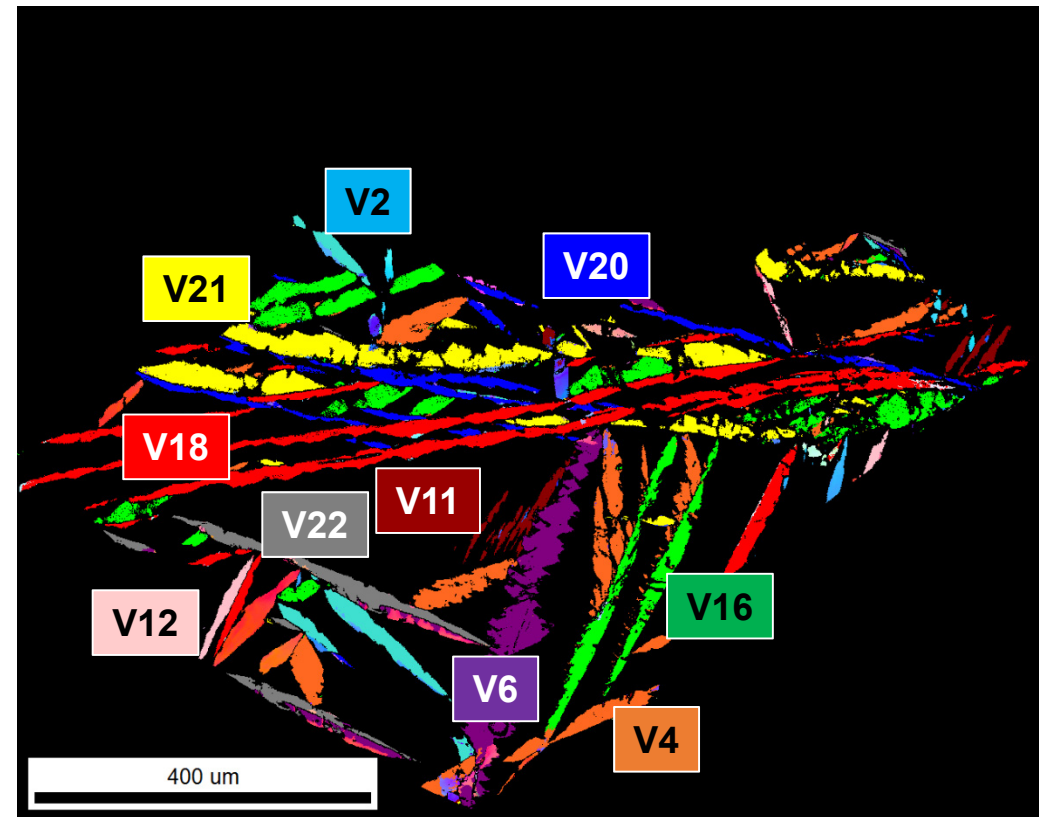


弾性応力下で冷却した試料の組織

Optical microscopy image



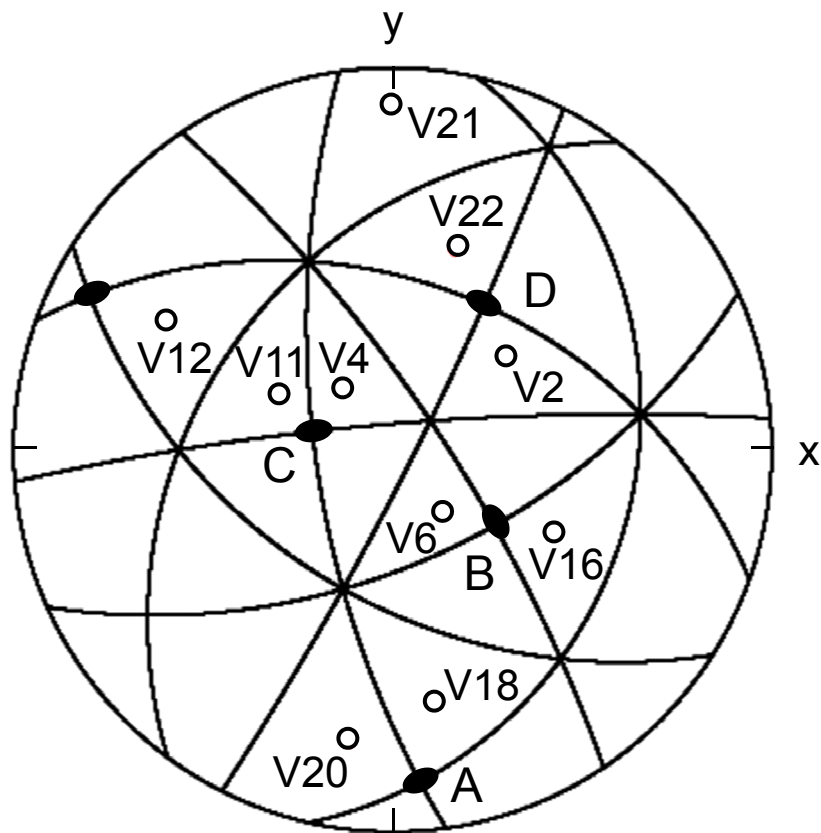
EBSD variant map



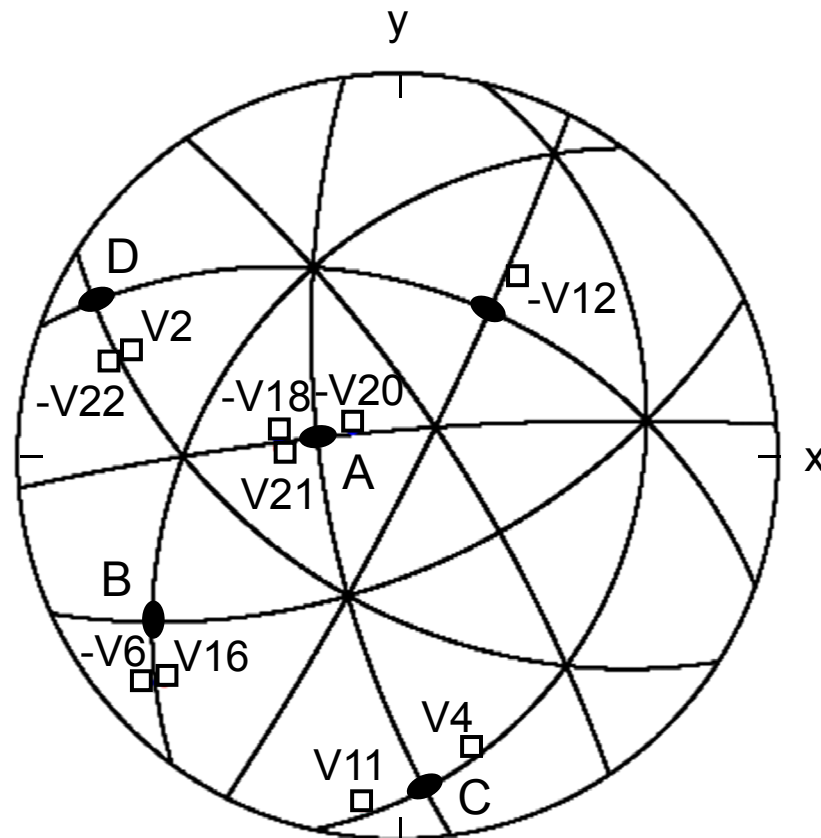
↔ Tensile direction

V18が最初に生成したと考えられる.

Habit plane normal



Shape strain direction



4種類の晶癖面グループ(A, B, C, D)で形状ひずみの自己緩和

tensor of local stress

$$\sigma = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{pmatrix}$$

$$U = \tau\gamma_0 + \sigma\varepsilon_0$$

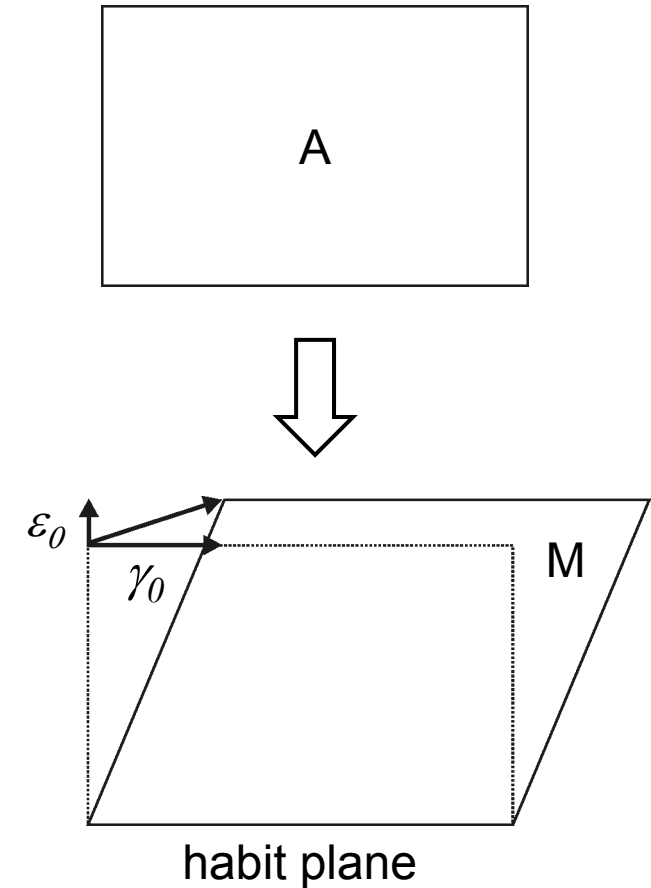
U: 外部応力により得られた単位体積当たりの仕事

$\tau$ : せん断応力 } 局所内部応力  
 $\sigma$ : 垂直応力 }

$\gamma_0$ : せん断歪 } マルテンサイト変態の現象論  
 $\varepsilon_0$ : 垂直方向への膨張量 }

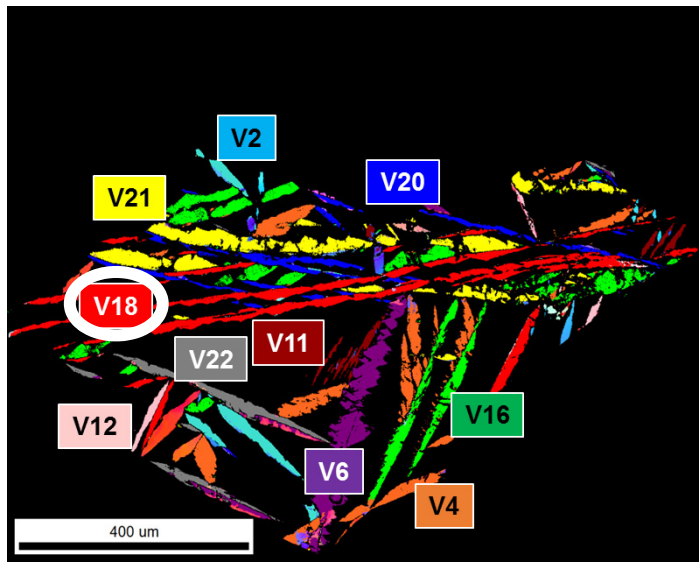
U > 0 マルテンサイトの生成が促進される

U < 0 マルテンサイトの生成が抑制される

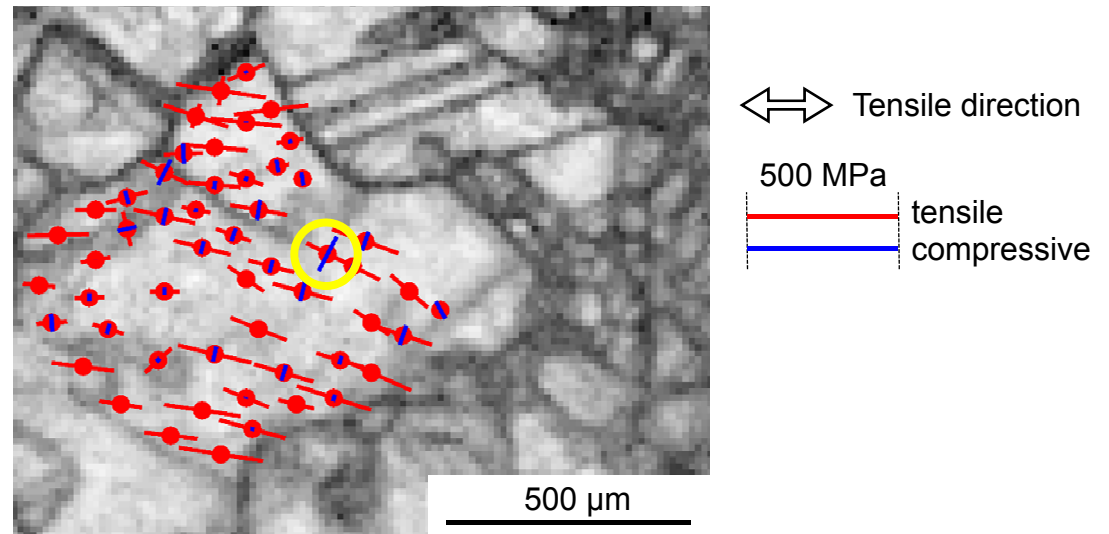


レンズマルテンサイト (Fe-33Ni)

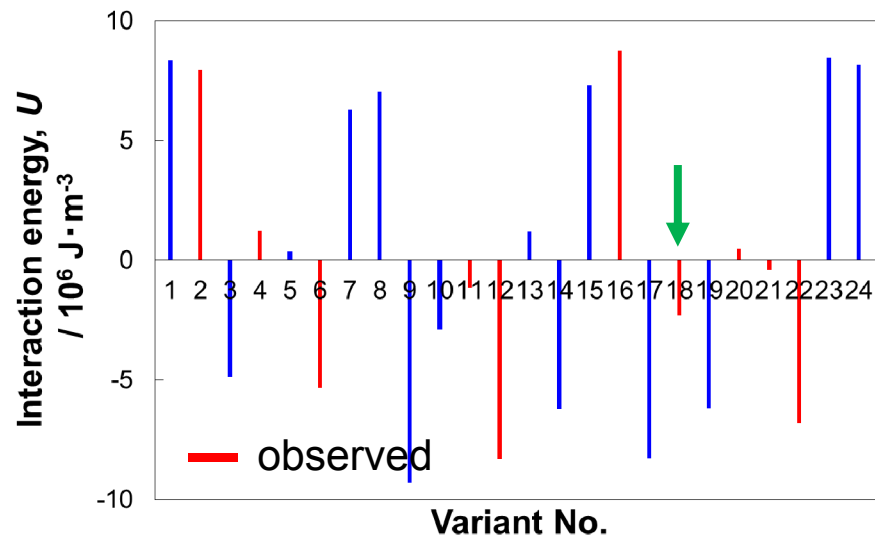
EBSD variant map



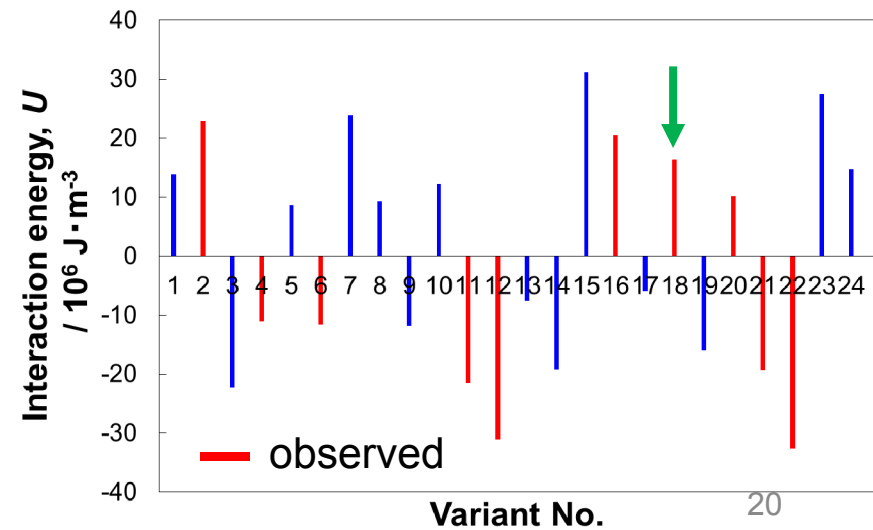
Local stress field



Interaction energy (applied tensile stress)

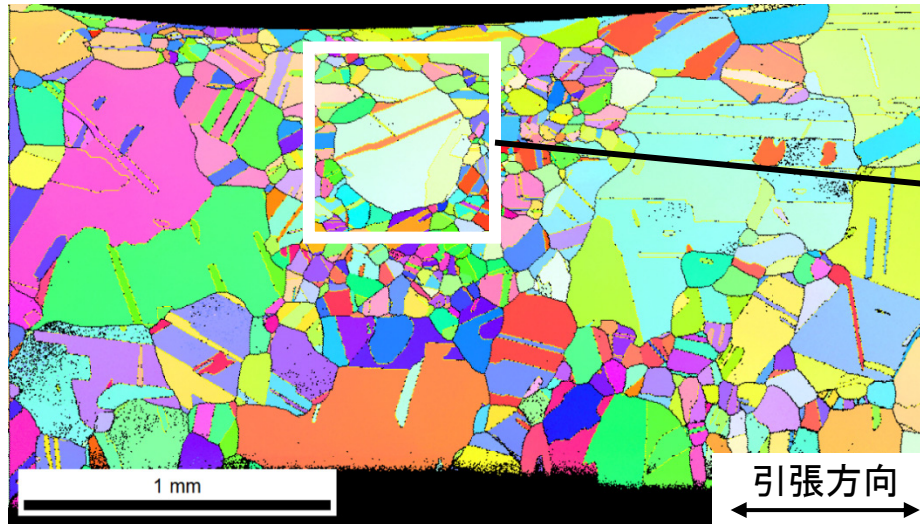


Interaction energy (local stress field)

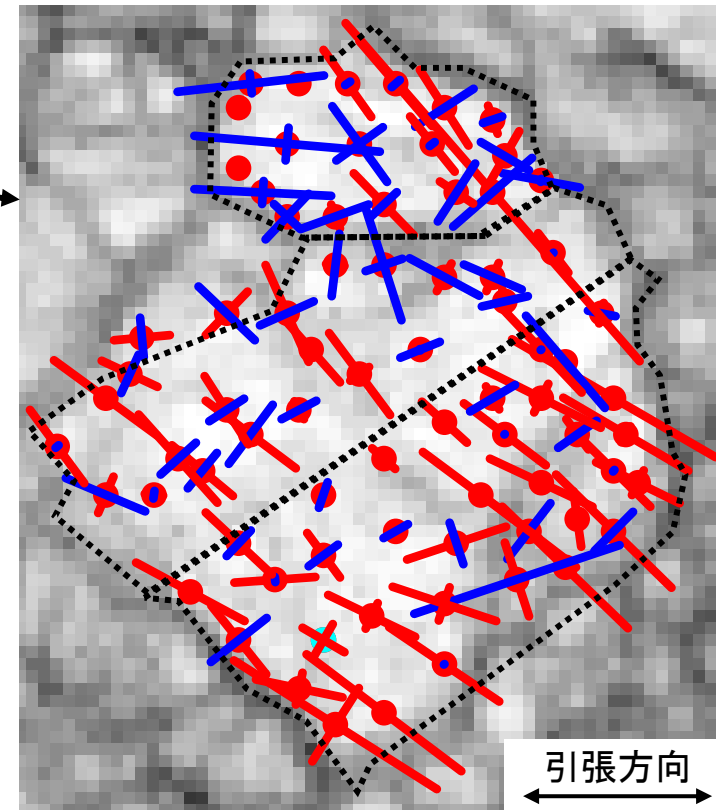


# 局所応力場

EBSD orientation map



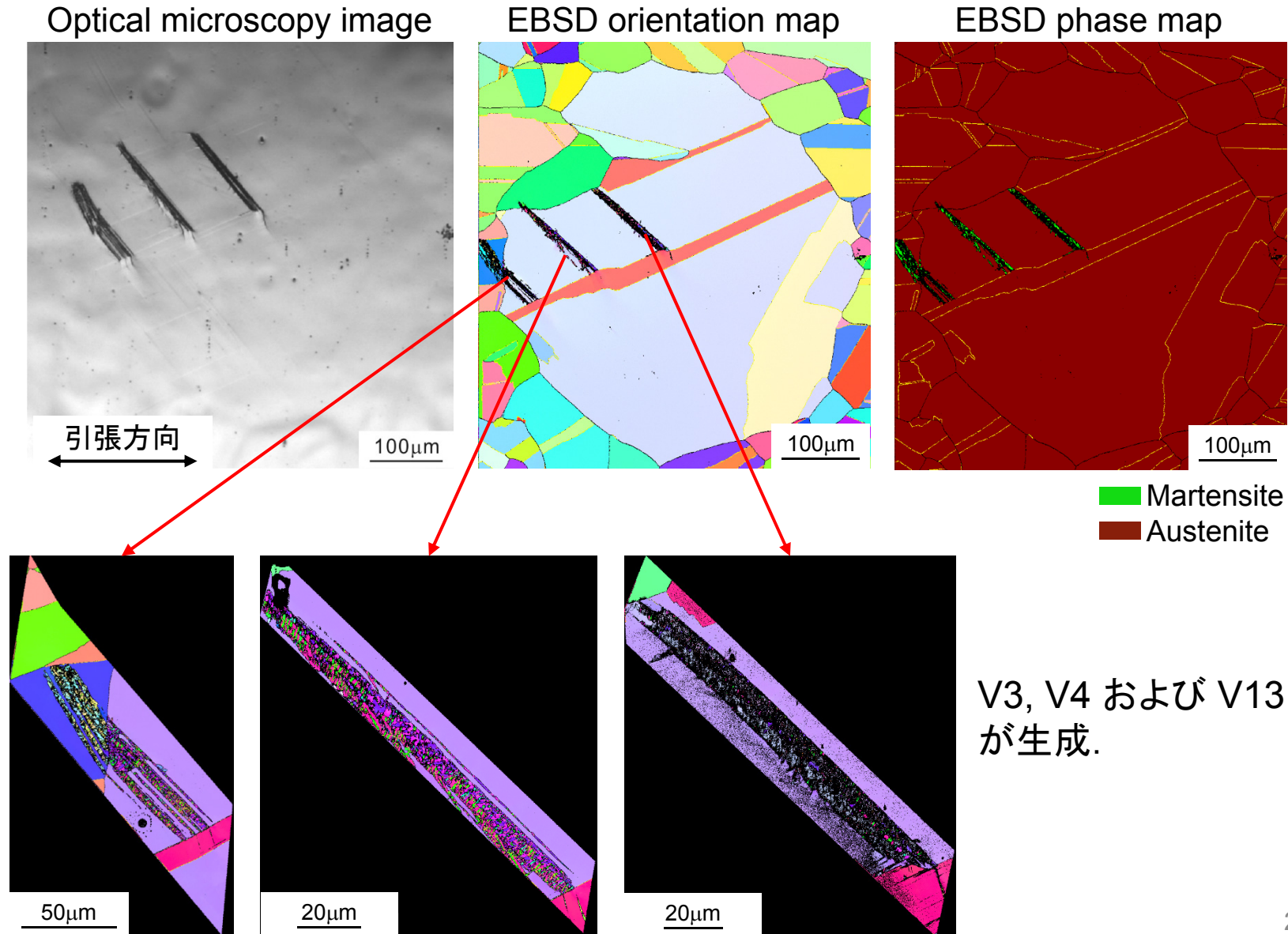
Local stress field



— 引張 100MPa  
— 圧縮 100MPa

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。

弾性応力下で冷却した試料の組織



V3, V4 および V13 ~ V18  
が生成.

## まとめ

本研究ではFe-33Ni合金およびSUS304ステンレス鋼における引張変形中の局所応力場を、白色X線マイクロビームによるエネルギー分散型X線回折 (EXDM) を用いて算出し、応力誘起マルテンサイト (レンズマルテンサイト (Fe-33Ni), ラスマルテンサイト (SUS304ステンレス鋼)) におけるバリエーション選択則とオーステナイトの局所応力場の関係を調べた。

- EXDMにより測定した引張変形中のオーステナイトの局所応力場は不均一であり、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とは異なっていた。
- オーステナイトの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、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則を説明することはできなかった。そのため、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則には、相互作用エネルギー以外の別の因子が大きな影響をおよぼしている可能性が示唆された。