第16回SPring-8金属材料評価研究会/

第57回SPring-8先端利用技術ワークショップ

その場放射光X線回折とDICによる高Mn鋼のセレーション挙動の解明

〇黄 錫永(HWANG SUK YOUNG)¹⁾, 朴 明驗¹⁾, 白 玉^{1), 2)}, 柴田 暁伸^{1), 3), 4)}, 足立 大樹⁵⁾, 佐藤 眞直⁶⁾, 辻 伸泰^{1), 4)}

 1)京都大学 工学研究科
 2) School of Materials and Engineering Dalian University of Techonology 3) National Institute for Materials Science (NIMS)
 4) Elements Strategy Initiative for Structural Materials (ESISM)
 5) 兵庫県立大学 工学研究科
 6) Japan Synchrotron Radiation Research Institute (JARSI)

背景

■ 高Mn鋼の公称応力-公称ひずみ曲線(18 μm ≤ d_{mean} ≤ 26 μm)



✓ Fe-22Mn-0.6C鋼は、高い加工硬化率と引張強度を有し、セレーション挙動を示している。



■ Fe-18Mn-1.7Al-0.5Si-0.75C鋼の異なる温度での力学特性



- ✓ 373Kおよび473Kの変形組織(ϵ =30%)では、変形双晶が無くても、引張強度と延性は下がらなかった。
- ✓ 著者らは高い加工硬化率と引張強度は変形双晶ではなくセレーションによるものであると主張した。

背景

■ 動的ひずみ時効(DSA: Dynamic Strain Aging)またはPortevin-Le Chatelier (PLC) effect



- ✓ 連続的な応力の増加と低下がセレーションのピークで現れるのは動的ひずみ時効(DSA: Dynamic Strain Aging)またはPortevin-Le Chatelier (PLC) effectによる可能性が考えられる。
- ✓ 従来のDSAモデルでは、炭素が長距離に拡散して転位をピン止めする(応力の増加)。 また、応力の増加に伴い転位が炭素から離脱する(応力の低下)。
- ✓ ひずみ速度を低下させると転位速度が低下し、転位芯付近に炭素が拡散するのに十分な時間ができる。→ 炭素を有するFe-22Mn-0.6C鋼ではセレーションが発生



■ Fe-18Mn-0.6C鋼の不均一変形



[7] L.Chen et al.: *ISIJ Int.*, 47 (2007), 1804

✓ 高Mnオーステナイト鋼のセレーション挙動は、Portevin-Le Chatelier (PLC)バンドと呼ば れる局所的なひずみ集中帯を伴っている。

目的

その場放射光X線回折とDICによる高Mn鋼のセレーション挙動の解明

① PLCバンドの伝播と応力応答の相関性

- ② セレーション挙動が変形に及ぼす影響
- ③ DSAとPLCバンドとの関連性



□ 材料(Fe-22Mn-0.6C 鋼)

Element	С	Mn	Si	Р	S	Al	Cr	Ο	N	Fe
wt. %	0.56	21.68	0.06	<0.004	0.007	<0.01	<0.01	<0.0011	0.0049	Bal.



コ 組織評価

:SEM-EBSD, 引張試験中にその場放射光X線回折

□ 力学特性の評価

: 引張試験(室温, 初期ひずみ速度:8.3 × 10⁻⁴ s⁻¹). ひずみとひずみ速度分布 はデジタル画像相関法(DIC: Digital Image Correlation)によって評価

繰り返し冷間圧延と焼鈍後の組織評価

SEM-EBSD IPF + IQ map



SEM-EBSD phase map



✓ 繰り返し冷間圧延と焼鈍後、オーステナイト単相を有する平均粒径2.0 μmの完全再結晶 組織を得た。



- □ 応力-ひずみ曲線
 - 公称応力-公称ひずみ曲線

真応力-真ひずみ-加工硬化率曲線



- ✓ 強度と延性の両立(降伏強度: 430 MPa, 引張強度: 1136 MPa, 全伸び: 66 %)
- ✓ セレーション挙動が応力-ひずみ曲線上に見られた。
- ✓ 加工硬化率は変形後期まで平均で2000MPa以上と高い値を維持した。
- ✓ 加工硬化率は著しく変動した。

デジタル画像相関法(DIC)

□ デジタル画像相関法(DIC)を用いた引張試験片中のひずみ分布



^[8] Koga et al.: Material Japan, 55 (2016)

✓ DIC解析により、変形中の2次元ひずみテンソルを得た。

引張試験中その場放射光X線回折とDIC解析@SPring-8 10



Beam condition

- Beam line: BL46XU at SPring-8
- X-Ray intensity: 30 keV (λ =0.0413nm)
- Time resolution: 1 s
- Beam size: 0.2 × 0.5 mm
- Material: Fe-22Mn-0.6C steel
- Gage size: 10 (*l*) × 3 (*w*) × 0.5 (*t*) mm
- Grain size: 2.0 μm

✓ 高Mn鋼のセレーション挙動の発現機構を明らかにするために、引張試験中その場放射光
 X線回折とDIC解析を同時に実施した。

□ 引張試験中の弾性·塑性変形



✓ 1000MPaの応力レベルでは、ピークシフト(弾性変形)とピークブロードニング(塑性変形) の両方が観測された。

■ <u>格子ひずみ</u>

- *d*₀^{*hkl*}: planar distance of (*hkl*) before deformation
 - d^{hkl} : planar distance of (*hkl*) during deformation
- ✓ FCC金属の回折ピークの中で(200)面の弾性係数が最も小さいため、格子ひずみの変化 が最大になる。→(200)面の格子ひずみを解析
- <u>転移密度</u>

(by Williamson-Hall method)

 $\varepsilon^{hkl} = \frac{d^{hkl} - d_0^{nkl}}{d_0^{hkl}}$

$$\frac{\Delta 2\theta \cos \theta}{\lambda} = \frac{0.9}{D} + 2\varepsilon \frac{\sin \theta}{\lambda}$$
$$\rho = 16.1 \left(\frac{\varepsilon}{b}\right)^2$$

- λ : wave length (= 0.0413269 nm)
- θ: diffraction peak angle
- Δ2θ: full width at half maximum (FWHM)
- D: crystallite size
- ε: Inhomogeneous strain
- b: burgers vector

✓ 引張試験中に(220)のピークが弱くなったため、転位密度の計算には(111)、(200)、(311)、
 (222)のピークを用いた。

□ 引張試験中の格子ひずみと転位密度の変化



✓ 応力-時間曲線上でセレーション挙動が観察された。

✓ 格子ひずみと転位密度はステップ状に増加した。

13

□ PLCバンディングによる格子ひずみと転位密度の変化



✓ セレーションピーク(▼)ごとに格子ひずみのピーク(▼)が観測された。

✓ 格子ひずみ(△)と転位密度(△)が同時に急激に増加した。

DSAとPLCバンドとの関連性

DSAメカニズムについては、 当日の発表でお見せします。

まとめ

その場放射光X線回折とDICによる高Mn鋼のセレーション挙動の解明

- ① PLCバンドの伝播と応力応答の相関性
- → 応力-ひずみ曲線上のセレーション挙動は、PLCバンドの形成、伝播、
- 消滅(PLCバンディング)の応答であった。
- ② セレーション挙動が変形に及ぼす影響
- → 転位密度と格子ひずみはPLCバンディングによって不均一に変化した。
- ③ DSAとPLCバンドとの関連性