

展望

中性子の鉄鋼研究への応用-5

中性子その場回折実験による強度と変形機構の解析 Deformation Mechanism Analysis by *in situ* Neutron Diffraction

友田 陽

Yo Tomota

鈴木徹也

Tetsuya Suzuki

茨城大学 大学院理工学研究科
応用粒子線科学専攻 教授

茨城大学 工学部
超塑性工学研究センター 助教授

はじめに

材料のマイクロ組織状態を定量化し力学的挙動との関係を議論するとき、材料試験で用いる試験片と同程度のサイズの試験片を対象にして定量測定できることが望ましく中性子回折ではそれが実現できる¹⁾。実用材料の多くは複合組織を呈するので、階層的な不均一塑性変形が起こるのが特徴であり、これに起因して内部応力(除荷後は残留応力)が発生する。たとえば、板材を曲げ加工すると板厚方向に巨視的な応力分布が残留する。これを第一種(残留)応力(macroscopic stress)と呼び、残留応力測定の主たる対象になっている²⁻⁴⁾。一方、複合材料に典型的にみられるような構成相間の応力分配は「相応力(phase stress)」と呼ばれる。また、単相多結晶体であっても結晶粒の方位によって塑性変形量が異なり結晶粒単位で平均内部応力が発生するので、本稿ではこれを「粒応力(intergranular stress)」と呼ぶ。これらの応力は第二種(残留)応力と呼ばれ巨視的な第一種残留応力と区別する必要がある^{3,4)}。第二種応力に起因する弾性ひずみは構成相の(hkl)格子面間隔の変化として中性子回折によって測定できる。X線回折では表面の特殊な応力状態のみ測定できるのに対して、中性子回折では試験片内部あるいは全体の平均値(巨視的平均)を測定できるのが特長である。さらに塑性変形を受け結晶粒内に転位組織が発達すると、転位セル内とセル壁の間でも応力分布が生じるが、これは回折プロファイルの幅広がりとして現れる(第3種応力)。転位セルの大きさや転位密度は適当なプロファイル解析法を用いると推定できる。たとえば引張・圧縮変形中に、その場測定により試料の同一部分における弾性ひずみや転位密度の変化を連続的に追えるのが中性子回折の強みである。また、広角散乱(ブラッグ回折)のみでなく、小角散乱を用いてナノサイズからミクロンサイズまでの組織変化を追える可能性があり、今後の発展が期待される。従来から利用されている電子顕微鏡観察法

などでマイクロ組織の詳細を調べ、その巨視的定量測定を中性子散乱で測定する相補的な利用方法がきわめて効果的である。

飛行時間法では図1のように検出器を配置すると、単軸変形する試験片の負荷軸方向とその垂直方向の回折プロファイルを同時に測定できる。さらに検出器を多数の角度に配置すれば集合組織変化も追うことができる。本稿では種々な鉄鋼材料について中性子その場回折実験により行われた変形特性研究の一端を紹介し、本手法の将来性を展望する。

2 多結晶体の弾塑性変形の不均一性

2.1 弾性変形

単結晶の弾塑性変形は結晶方位依存性を示し、単相多結晶体に埋め込まれた個々の結晶粒も結晶方位依存性を示す。表1に単結晶と多結晶の弾性係数の例^{3,4)}として縦弾性係数(ヤング率)を示した。表にみられるように鉄(Feあるいはステンレス鋼)はフェライト(bcc)でもオーステナイト(fcc)でも弾性異方性が大きく、単結晶のヤング率は結晶方位によ

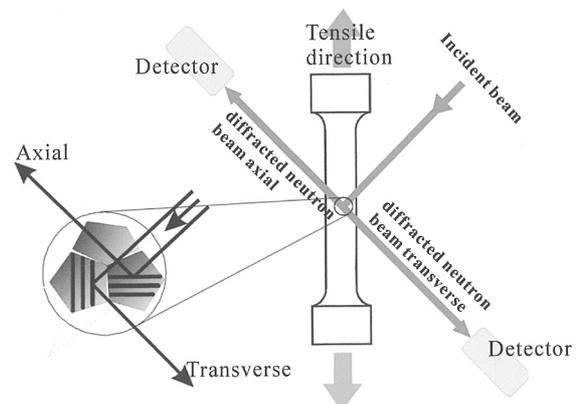


図1 単軸変形その場中性子回折実験の概要(飛行時間法の場合の模式図)

て大きく異なる。試験片が単軸引張を受けたときに多結晶体の中に埋め込まれた [hkl] 結晶粒が周囲の結晶粒の拘束を受けながら伸びるときのひずみは、[hkl] 単結晶試験片の場合とは異なる。ここで、多結晶体に負荷された引張応力を [hkl] 結晶粒の荷重方向の線ひずみで除した値を回折ヤング率 (E_{hkl}) と呼ぶ。中性子残留応力測定では格子面ひずみを測定し、多結晶体の平均応力 (第一種応力) を同定することが主目的であるから、回折弾性係数を用いて測定された格子面ひずみからフックの式により応力を計算する。この [hkl] 回折弾性係数は実際に引張試験をしながらその場中性子回折実験を行って求めれば、集合組織などの影響も入れた値が求められる。一方、単結晶から多結晶の弾性係数を理論的に計算する方法には、個々の結晶粒が同じひずみを受けると仮定する Voigt モデル⁵⁾、同じ応力を受けると仮定する Reuss モデル⁶⁾、応力平衡条件とひずみ適合条件をともに満足させるセルフコンシステント (Kröner) モデル⁷⁾ が知られており、測定値がない場合は Kröner モデルによる理論値がよく利用される。同モデルによる回折ヤング率を表1に示した。単結晶の場合より差は小さくなるが、依然として [hkl] 依存性がある。

表1 様々な金属結晶の回折ヤング率 (GPa)^{3,4)} およびパーライト鋼の測定結果⁸⁾

	Single crystal				Poly crystal (Kröner model)			
	$2(S_{11}-S_{12})/S_{44}$	200	110; 211	222	200	110; 211	222	Bulk
bcc								
Fe	2.51	125.0	210.5	272.7	173.3	225.5	250.6	212.7
V	2.13	80.5	141.3	176.5	114.0	141.7	154.1	135.1
Cr	0.71	333.3	268.5	252.1	305.8	273.7	264.4	279.5
fcc	$2(S_{11}-S_{12})/S_{44}$	200	111	220	200	111	220	Bulk
Fe	3.80	93.5	300.0	193.2	149.1	247.9	212.7	195.5
Cu	3.20	66.7	191.1	130.3	101.1	159.0	139.1	129.4
Al	1.22	63.7	76.1	72.6	67.6	73.4	71.9	71.0
Measured E_{hkl} by neutron diffraction (Poisson's ratio measured)					171	235	256	224*
					(0.33)	(0.29)	(0.26)	(0.28*)

* determined by the Rietveld refinement

パーライト鋼の飛行時間法により得られた回折プロファイルおよび後述するリートベルト解析結果を図2⁸⁾に示す。弾性変形域の引張応力を負荷した状態で、引張軸方向とその垂直方向の回折プロファイルを求め、全ピークを対象にしたリートベルト解析によりフェライトの平均ヤング率とポアソン比を求めた。その結果、ヤング率とポアソン比は 224 GPa と 0.28 であり Kröner モデルによるバルク平均値 212.7 GPa と 0.30 (表1にはポアソン比は割愛した) にほぼ一致している (セメントタイトの弾性係数はフェライト鉄に近く⁹⁾ 体積率も小さいので、その影響は小さいと考えられる)。ここで、個々のシングルピークに対して中心位置を求め格子面ひずみから回折弾性係数を算出した結果⁸⁾も表1に示しており、測定結果と Kröner モデルによる推定は良く一致している。

2.2 塑性変形

結晶の塑性変形は、転位の運動によるすべりによって通常生じる。すべりの起こり易さは結晶粒の方位によって異なるので、引張外力に対して [hkl] を向いた個々の結晶粒間で不均一塑性ひずみが生じ、引張外力と [hkl] 結晶粒群の弾性ひずみ (負担している応力) の関係は非線形で方位間の差が大きくなる。単結晶と多結晶の塑性変形を関連づける試みに個々の結晶粒が負担する応力が同じとする Sachs モデル¹⁰⁾ (ひずみの適合条件を満足していない) および同じひずみを生じるとする Taylor モデル¹¹⁾ (粒界の応力平衡条件を満足していない) が変形応力の下界および上界を与えるモデルとして使われてきた^{3,4)}。現在は、ひずみ適合条件と応力平衡条件の両方を満足するセルフコンシステントな弾塑性変形モデル (EPSC model) が弾性変形における Kröner モデルに対応する解析法として良く使われている^{3,4)}。図3は Clausen et al.^{12,13)} がオーステナイト系ステンレス鋼多結晶体の引張変

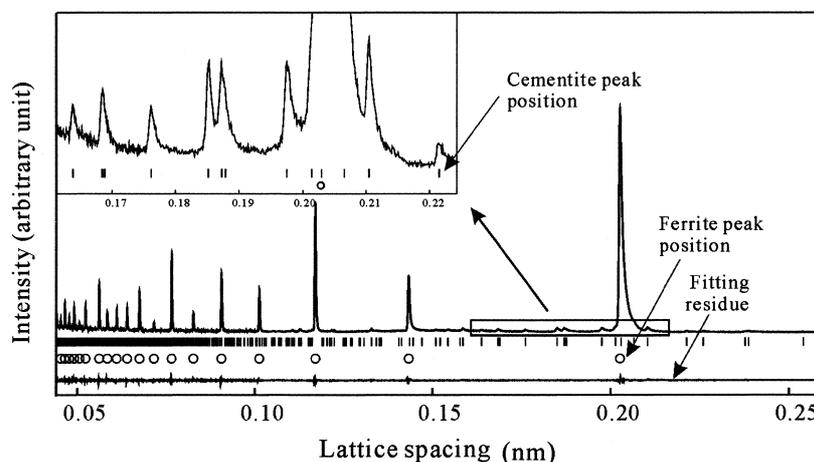


図2 パーライト鋼の回折プロファイル (飛行時間法) に対するリートベルト解析の例⁸⁾

形についてECPSモデルにより解析し、中性子その場測定による測定結果と比較した図である。同じ面心立方晶金属のCuは図3とよく似た傾向を示すがAlはかなり異なり、表1に示した結晶の弾性異方性の強さや積層欠陥エネルギーが大きな影響を及ぼす¹²⁾。セルフコンシステントモデルでは、個々の結晶粒内では多重すべりを表現できるが、粒内では塑性ひずみは一様とみなして粒界で弾性適合させるため、モデルの適用は数%の塑性ひずみまでに限られるようである。図3には塑性変形後に除荷すると残留粒応力(ひずみ)が残る様相を破線で挿入した。塑性加工材の残留粒応力は変形初期の結晶粒間の不均一塑性変形で生じた粒応力が大ひずみ変形まで残るので、残留応力測定 of 考察には有用である。数10%の塑性ひずみによる集合組織の発達、結晶塑性有限要素法などによる解析が進められている¹⁴⁾。

3 変形挙動のその場中性子回折による解析方法

3.1 中性子散乱データからわかる情報

ブラッグ回折プロファイルから得られる情報は、(1) 回折強度(集合組織・相体積率)、(2) ピーク位置(格子面間隔・弾性ひずみ)、および(3) 回折ピークの幅広がり(マイクロ組織)である。回折強度の方向依存性を測定すると極点図が求められる。X線回折の場合とは異なり、回折対象となる測定領域(ゲージ体積)を試料内部で走査して場所による相違を測定すること(現状では最小数mm³程度の空間分解能)や試料全体(この場合、試験片の最適形状は球)の巨視的 averages を求めることができる。ロスアラモス研究所(LANCE)の装置には圧縮変形や加熱冷却に伴う集合組織変化を容易に追跡

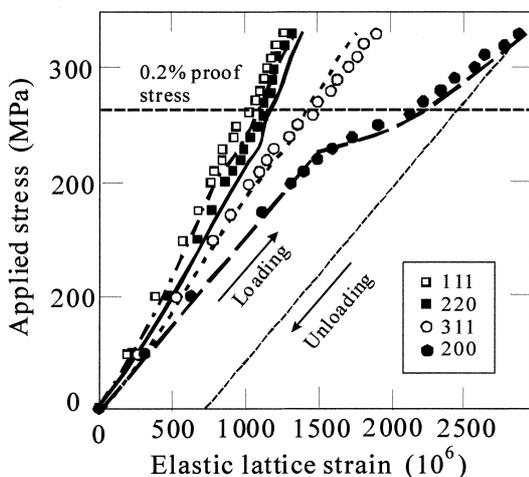


図3 オーステナイトステンレス鋼に対するEPSCモデルによる計算結果と引張変形中その場中性子回折実験結果^{12, 13)} 除荷後に残留ひずみ(応力)が残る様子は(200)のみに示したほかの(hkl)も同様

できるように検出器が多くの方に配置されている¹⁵⁾。飛行時間法により多くの(hkl)回折ピークを多数の角度から取得して効率良く方位分布関数(ODF)を得ることができる。多相材料においては構成相の回折強度比より体積率が求められる。したがって、変形中にマルテンサイト変態が進行するTRIP鋼や形状記憶合金の研究に適している。回折ピークの中心位置の変化から格子面間隔の変化が算出され弾性ひずみが同定できる。残留応力測定の場合は、基準となる無応力状態の格子面間隔の決定に苦労することがある¹⁶⁾が、変形中その場測定の場合は変形前の格子面間隔を基準に使えるためひずみ測定は容易であり信頼性も高い。一方、回折プロファイルの幅広がりには種々な要因があり、各々をモデル化・定式化してフィッティングすることによって、たとえば転位密度や粒径といった組織因子が推定される。

このほか、本シリーズ第1回で紹介されたBragg edge測定¹⁷⁾や第2回の小角散乱法¹⁾などをその場測定に用いると、さらに多様な定量的マイクロ情報を得ることが期待される。また、フェライトは常温では強磁性相であるが、鉄鋼材料にはオーステナイトや介在物、析出物などの非磁性相が含まれることが多い。セメンタイトのキュリー点はフェライトより低いので測定温度を変えて中性子の核散乱と磁気散乱を分離すればさらに効果的な定量測定法が考案されると予想されるが、これらはほとんど未開拓の分野である。

3.2 リートベルト解析による構成相体積率および平均弾性ひずみの測定

リートベルト解析法はX線回折プロファイルに対しても結晶構造を精密に同定するために良く用いられている。多数の回折ピークに対して一括フィッティングするので、前出の図2⁸⁾ではフェライトとセメンタイトの格子定数と体積率を精度良く求められる。しかし、試料が外力あるいは内部応力のかかった状態にあると格子面間隔が弾性的に変形し、その変化は結晶の弾性異方性に起因して変化割合が(hkl)面によって異なる。当然、フィッティング精度が低下するが、塑性変形を受けた試料全体の平均弾性ひずみを推定するには適しているという考えもあり、飛行時間法による残留応力測定への利用が提案されている¹⁸⁾。後述するように、応力を負荷すると引張方向の測定では格子面間隔が広がり垂直方向では狭くなる。しかもフェライト相とセメンタイト相の変化が異なるので、両構成相が平均して受けている弾性ひずみ(相応力)を測定するには良い平均化法と思われる。

3.3 シングルピークに対するプロファイル解析とマイクロ因子の定量化

X線回折においてプロファイル解析により結晶子(mosaic)

structure) サイズや転位密度を測定する方法が用いられており、同様な手法が中性子回折でも使える。最も簡単には回折プロファイルの半価幅 (FWHM : Full width at the half maximum) が目安として用いられる。さらにプロファイル形状変化の要因を分離できれば有用な情報となる。プロファイル解析では、転位などによる局所的な応力分布の情報は「マイクロひずみ」、転位セルの発達による結晶子サイズは「粒径」で表現され、前者の変化はガウス関数、後者はローレンツ関数で近似されることが多い。これらを組み合わせてマイクロ情報とプロファイル形状の関係を解析する手法には、大きく分けて積分幅法¹⁹⁾、フーリエ係数法²⁰⁾、TMF (Transformed model fitting) 法²¹⁾がある。図4は角度分散法により得られた伸線共析鋼のプロファイルを解析した例である^{22, 23)}。図にみられるように強伸線加工により粒径が小さくなっているため、ガウス関数でフィッティングするとプロファイルの裾野で大きな誤差が生まれる。そこで、適当な大きさの粒径を有する十分に焼鈍された純鉄のプロファイルを基準にしてTMF法により図のようにフィットされた結果からマイクロひずみ (転位密度) と粒径が見積もられた²³⁾。このようにして得られたマイクロひずみから転位密度を推算するが、これには転位の種類や配列 (転位組織) が影響するので絶対値を議論するのは困難なケースが多いと思われる。しかしながら相対的な変化は良く把握できるので、塑性変形に伴う集合組織の発達と粒応力、転位密度、粒径の結晶方位依存性とそれらの極点図を同時に求める試みがなされ²⁴⁾、今後、塑性変形機構を総合的に研究する有力なツールになると期待される。すでに、ステンレス鋼圧延材の残留粒ひずみ極点図を集合組織極点図と同時に求め、理論モデルによる計算結果と比較することが進められている²⁵⁻²⁷⁾。今までに開発されているプロファイル解析法は、波長一定の角度分散法 (主に原子炉中性子源) に対する方法であるが、今後、利用が活発になる加速器中性子源では飛行時間法が主流である。飛行時間法で得ら

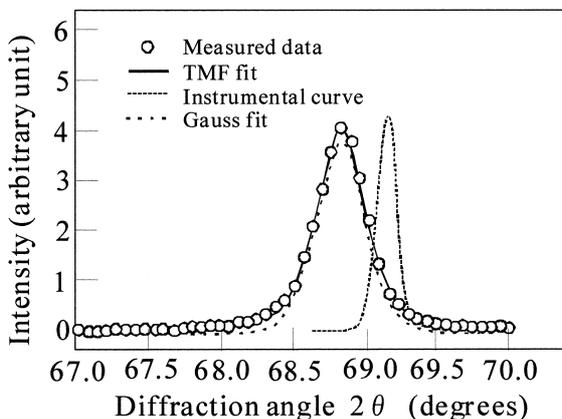


図4 強伸線加工したパーライト鋼におけるプロファイル解析例²³⁾

れるプロファイルは、入射ビームのエネルギー分布に依存した特有な形状を持っている (装置設計ではできるだけ対称な回折プロファイルが得られるようにモデレーターによってエネルギー分布の調整が行われるが、通常、ラムダ型になる) ので、これに対応する解析プログラムを新たに開発する必要がある。材料が降伏し塑性変形するようになると (弾塑性域)、個々の [hkl] 結晶粒群の挙動は大きく異なってゆくのでもシングルピークフィッティングが重要になってくる。

4 変形中のその場中性子回折実験例

4.1 単相鋼

(1) オーステナイト鋼の変形

(粒応力の発生と窒素添加量の影響)

高窒素オーステナイト系ステンレス鋼を飛行時間法により引張変形中その場測定を行った。(111) 回折を取り出して、外力に対する変化を図5²⁸⁾にまとめた。引張方向 (a) では外力の増加に伴い格子面間隔が広がり、除荷によって元の方向に戻る様子が見られる。また、回折積分強度が最初は変化しないが途中より (降伏以降に対応) 大きくなっていく。垂直方向 (b) では、逆に格子面間隔が小さくなり、回折積分強度が低下する。すなわち、多結晶体中の [111] 結晶粒群が負担している応力の変化とすべりに伴う結晶回転を反映した結果が得られている。変形前の格子面間隔を基準にしてひずみを求めると図3に非常に良く似た傾向が得られた²⁹⁾。最初

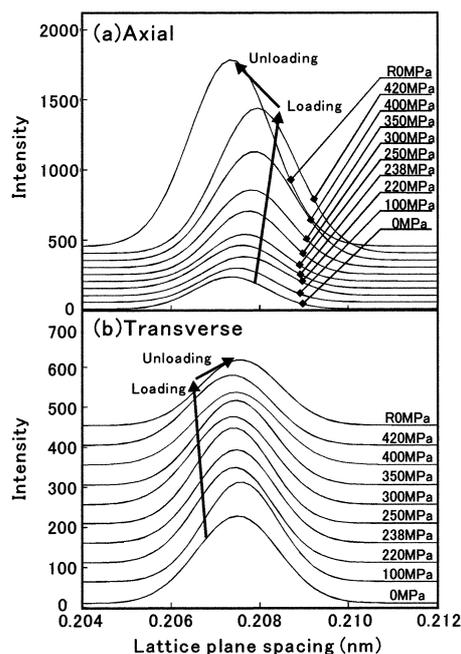


図5 オーステナイトステンレス鋼の引張変形に伴う (111) 回折プロファイルの変化²⁸⁾
(a) 引張方向 (b) 垂直方向

は外力と格子面ひずみは直線関係を示し、その勾配から表1のような回折弾性係数が求められる。やがて [110] 結晶粒群ですべりが生じ応力の負担増加が鈍る様子が (220) 格子面ひずみの結果から推察され、これに対応して (200) 格子面ひずみが急増加する。引張方向の方位が [100] 群の結晶粒は塑性変形しにくく、[110] 群は塑性変形しやすい結晶粒であることがわかる。塑性変形の途中から除荷すると硬い結晶粒群には引張ひずみ (応力) が残留する。図3は窒素無添加鋼の結果であり窒素添加量が増加すると、このような応力分配 (粒応力) が大きくなる^{28, 29)}。その理由は、高窒素鋼では転位線がプラナーになって粒界に堆積しやすくクロススリップが困難であるために粒界近傍の局所的な応力集中を緩和しにくいと考えられる。転位線がプラナーになり列を作りやすい原因としては、窒素添加による積層欠陥エネルギーの低下が考えられるが、合金元素量の異なる種々高窒素オーステナイト鋼について多くの鋼について調べたところ、主因は窒素原子の短範囲規則化によると思われる。規則化を示唆する実験データは中性子小角散乱による高炭素オーステナイト鋼との比較³⁰⁾や引張変形中その場測定によって得られている³¹⁾。また、オーステナイト鋼の繰り返し引張圧縮変形に伴う粒応力の変化がLorentzen et al.によってその場中性子回折で調べられEPSCモデルによる解析と比較検討されている³²⁾。

(2) フェライト (IF・ULC) 鋼の動的ひずみ時効と転位密度

IF鋼においても前述のオーステナイト鋼と同様な異方的弾性変形に続いて塑性変形が始まると粒応力の発生が認められた³³⁾。通常の引張試験を行うとほとんど同じ応力-ひずみ曲線を示すIF鋼とULC鋼について角度分散法で実験した例を図6³⁴⁾に示す。中性子回折プロファイルを得るために試験を停止している間にULC鋼では (b) に見られるように顕

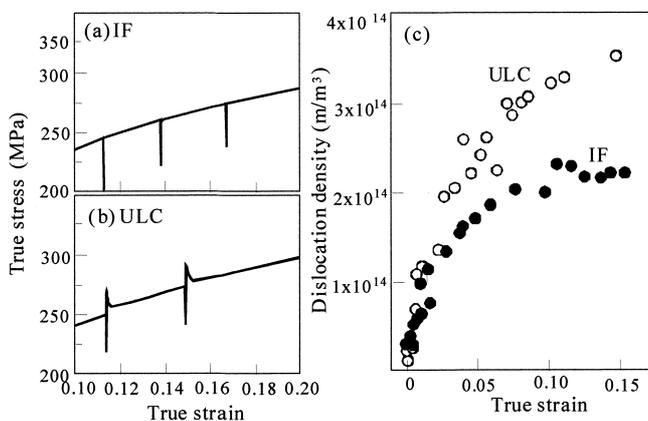


図6 極低炭素 (ULC) 鋼およびIF鋼の引張ひずみと転位密度の関係 (引張変形中その場角度分散法中性子回折実験)³⁴⁾

著なひずみ時効硬化を示した。そこで、プロファイル解析により転位密度を推算した結果が (c) である。粒径変化は2つの鋼でほぼ同じであったが、転位密度 (マイクロひずみ) はULC鋼の方が高くなった。この転位密度と変形応力の関係をBailey-Hirschの関係³⁵⁾で整理すると、ほぼ一直線上に乗るので「ひずみ時効による硬化は運動転位が侵入型固溶元素により固着され、変形を続けるために転位が増殖する、すなわち転位密度の増加によるものである」ことが、この実験によって再確認された。

(3) マルテンサイト鋼 (変態転位密度と変形組織形成過程)

中島と高木らは焼入れ状態のFe-18Ni (-C) マルテンサイトの転位組織が、塑性変形に対しては不安定であり、圧延により硬さは増すが転位密度は減少することを見出した^{36, 37)}。ラスマルテンサイト組織は塑性加工により良く似た変形転位セル組織に生まれ変わる。徐らはFe-18Niマルテンサイト鋼の飛行時間法による引張変形中その場中性子回折実験を行った³⁸⁾。塑性変形の進行に伴う粒応力の発生状況は前述のオーステナイト鋼、フェライト鋼や焼戻しマルテンサイト鋼³⁹⁾の場合と似ていたが、回折プロファイルの半価幅に差異がみられた。これらの鋼では変形に伴い半価幅が大きくなるのに、焼入れマルテンサイト鋼では図7に示すように3つの回折面ともに減少した。マルテンサイト特有の低い比例限と変形初期の高い加工硬化がみられ、転位の総密度は減少しながら引張変形に対して抵抗力のある転位組織に変化するものと想像される。

4.2 多相鋼

(1) 2相ステンレス鋼 (相応力とバウシinger効果)

1990年代に引張変形中その場中性子回折実験が複合材料を対象に多くの研究者によって行われマイクロメカニクス

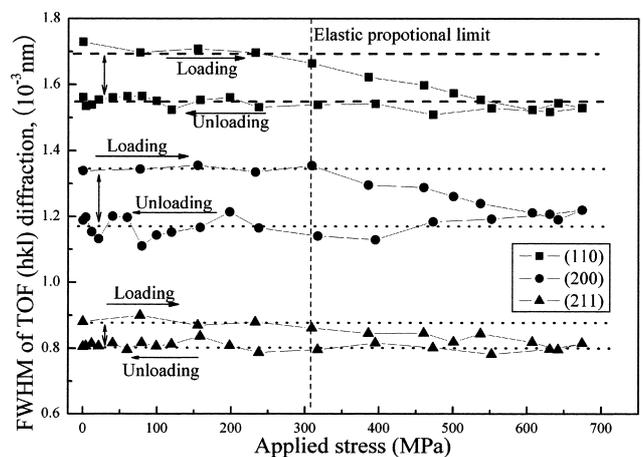


図7 マルテンサイト鋼のFWHMと引張ひずみの関係 (引張変形中その場飛行時間法中性子回折実験)³⁸⁾

解析との関係が議論された⁴⁰⁾。多相材料の場合は、個々の構成相の平均情報が得られるので単相材料の場合以上にその場中性子回折が役に立つ。フェライトとオーステナイトから構成される2相ステンレス鋼は格好の実験対象であり、Harjo et al.により熱応力測定(角度分散法⁴¹⁾および飛行時間法⁴²⁾)から始まって、引張変形⁴³⁾、バウシinger効果⁴⁴⁾などのその場測定が行われた。

引張圧縮変形に伴う軟質相オーステナイト(111)と硬質相フェライト(110)の格子面ひずみ変化を図8⁴⁴⁾に示す。2相合金の塑性変形過程は大きく分けると、(1)両構成相が弾性変形、(2)軟質相のみが塑性変形開始および(3)両構成相で塑性変形が進行の3段階からなる。(1)の段階では前述した回折弾性係数の相違がみられる。(2)になるとオーステナイト相が塑性変形し応力分担が減るために格子面ひずみの増加が鈍り、その分フェライトの格子面ひずみが増す。(3)になると両構成相で塑性変形が進むが相応力(ひずみ)の原因になる塑性ひずみ差は2つの相の加工硬化の大きさによって決まる。引張から除荷すると、硬質相フェライトには引張、

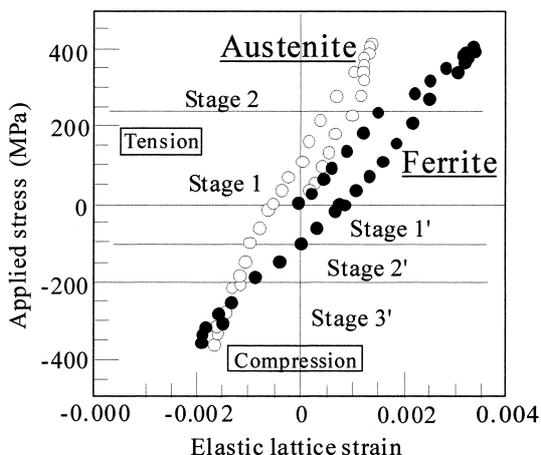


図8 2相ステンレス鋼の引張→圧縮応力反転に伴う相応力の変化⁴⁴⁾

軟質相オーステナイトには圧縮の弾性ひずみ(応力)が残留する。引き続き圧縮負荷に転ずると、軟質相オーステナイトにはすでに圧縮応力があるので簡単に圧縮降伏し塑性変形を開始する。すなわち、相応力の発生が大きなバウシinger効果をもたらしていることが実感できる。単相材料より複相あるいは複合組織材料の方がバウシinger効果が大きいのはこのためである。単相材料であっても図3で示したように粒応力が生じる。従来、この粒応力はHeyn応力と呼ばれ、バウシinger効果の原因と考えられていた。しかし、単結晶でもバウシinger効果が生じることが明らかとなってから、この説は否定された感が強いが、最近の中性子その場測定実験は粒応力が単相多結晶材料のバウシinger効果の一因であることを実証している。

(2) パーライト鋼(階層的不均一変形と伸線強化機構)

パテント処理したパーライト鋼、球状化处理材、焼戻しマルテンサイト鋼およびベイナイト鋼の基本的組織構成はフェライトとセメンタイトであり、基地組織とセメンタイトの形状と量によって強度と加工硬化挙動が異なることを、中性子その場測定を用いると定量的に示すことができる^{23, 45-49)}。ここでは、温度を変えてパテント処理したラメラ間隔が異なるパーライト鋼⁶⁾を取り上げて説明する。図2の要領でリートベルト解析を行い、引張応力負荷に伴うフェライトとセメンタイトの平均格子面間隔の変化をひずみに変換して図9⁸⁾に示した。母相フェライトと強化相セメンタイトは対照的な挙動を示している。すなわち、降伏が起こるとそれ以後はフェライトでは格子面ひずみがほとんど増加せずに、セメンタイトの格子面ひずみが増加する(相応力の発生)。セメンタイトが応力を負担することで複合材料的に加工硬化を起こしている。ラメラ間隔が狭くなると、フェライトの格子面ひずみが増大する、すなわちフェライト自体が強化されていることがわかる。

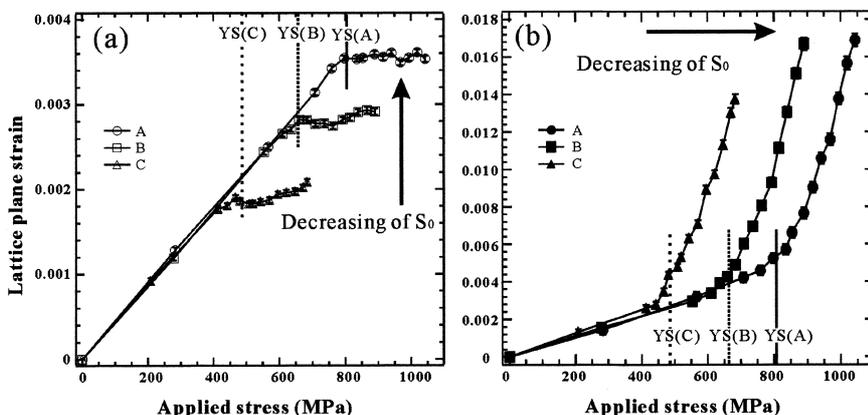


図9 パーライト鋼の変形における構成相間の応力分配(相応力)に及ぼすラメラ間隔(S_0)の影響⁸⁾
試料A, B, Cの S_0 は、それぞれ82, 102, 160 μm 、YSは0.2%耐力を表す。

次に、フェライトの (hkl) 回折プロファイルに対するシングルピークフィッティングにより結晶方位による相違を調べた結果が図10⁸⁾である。まず、弾性域の傾きが違うのは表1で示したとおりである。次に、塑性域ではセメンタイトの存在による相応力に粒応力が重畳しているため、各 (hkl) 面ひずみの挙動が異なる。

次に、このパーライト鋼を伸線加工すると、(1) フェライト相の <110> 繊維集合組織が発達し、(2) ラメラ間隔が小さくなり、(3) 転位密度が増加し、(4) 残留粒応力が増大し、(5) ひずみが3を越えるとセメンタイトの分解が始まる⁵⁰⁻⁵²⁾。(2) と (4) は含有炭素量が多いほど顕著であることも注目すべき点である。伸線ひずみが4を越えた巨大ひずみ付与材料の強化機構はまだ明らかになっていない。真ひずみ4を受けた直径0.2 mmの過共析鋼線材を引張りながら飛行時間法で格子面間隔の変化を測定した結果が図11⁵¹⁾である。先に、角度分散法により測定した場合⁵⁰⁾と同様に、引張応力が2.5 GPaを越えたあたりから直線関係から偏倚する。除荷す

ると同じ曲線上をたどって下がるので、これは超高強度域における非線形弾性変形挙動を観察しているものと思われる。垂直方向のひずみは、著しい (hkl) 依存性を呈するが、これは [110] 単結晶の単軸引張弾性変形では垂直断面が楕円形となり [110] 方向にはごくわずかに伸びるという弾性異方性があることから <110> 繊維集合組織を有する材料の特異な挙動である。(a) では弾性変形域を眺めているだけで塑性変形の様相はわからない。この強伸線材は同じ材料をオーステナイト化して焼入れたマルテンサイトの場合 (脆性破壊) とは異なり、降伏直後にネッキングを示し延性 (ディンプル) 破壊する⁵¹⁾。変形機構は転位の運動によると思われ、圧延加工も容易にでき延性に富む。(b) には焼鈍後の実験結果を示した。低温時効ではほとんど影響がない。673K焼鈍材では図9と同じように、降伏後には負荷応力が增加しても格子面ひずみの増加が停滞する (図中の矢印参照)。この焼鈍材では透過電子顕微鏡観察によりセメンタイトの再析出が認められるので、応力分配 (相応力) が生じていると思われる⁵²⁾。

(3) フェライト-パーライト (セメンタイト) 鋼
(結晶粒径の影響)

図11の伸線材はラメラ間隔が20 nm程度の超微細組織になっているが、変形機構は転位の運動によると予想された。前述のパーライト鋼ではラメラ間隔 (フェライト相のすべり距離に対応) が小さくなると相応力も大きくなる傾向がみられた。SM490鋼 (1.43 Mn-0.16C鋼) を用いて熱間溝ロール圧延によって作製されたフェライト粒径が3.6 μmの微細粒試料と通常法で得られた46.2 μmのフェライト-パーライト鋼を用いて、引張変形その場中性子回折を角度分散法で行った⁵³⁾。その結果、粒応力あるいは除荷後の残留粒応力は微細粒材の方が大きいことがわかった。その原因は結晶粒が細くなるほど粒界近傍の付加的すべり変形による粒応力の緩和が困難になるからであろうと推察される。また、プロ

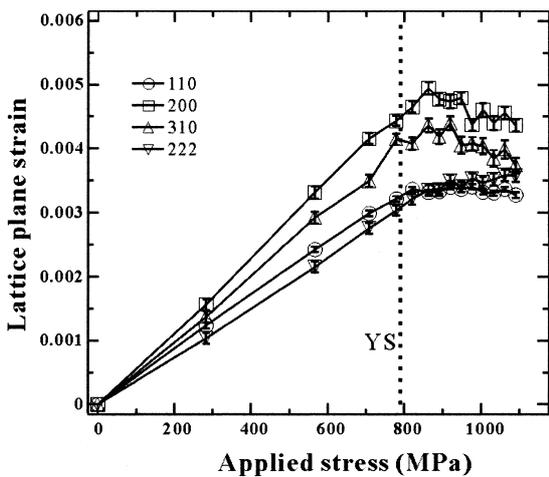


図10 パーライト鋼中のフェライト相における変形に伴う結晶粒間の応力分配の様相 (粒応力の発生挙動)⁸⁾

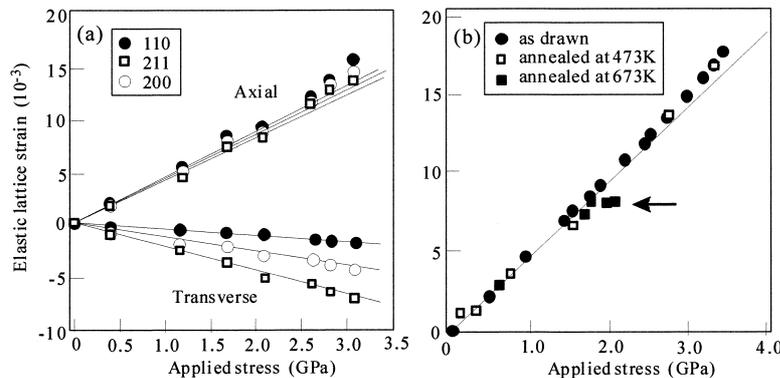


図11 超高強度を示す強伸線過共析鋼の引張変形その場中性子回折実験結果 (a) 伸線状態および (b) 焼鈍の影響⁵¹⁾

ファイル解析により、塑性変形に伴う粒径（転位セル径）の減少と転位密度の増加が見積もられた⁵³⁾。その結果によると粒径が小さくとも転位密度の増加割合はほぼ同じであった。このような引張変形に伴う転位密度や転位セルサイズの変化がその場測定できれば、巨大ひずみ加工を受けた材料など、最近注目されている材料の変形機構の解明に多に役立つと思われる。一般に、巨大ひずみ加工を受けた材料の微細結晶粒では強い内部応力場が生じていることが知られている。種々な炭素含有量をもつ鋼の伸線加工においては、炭素量が多い方が、そして伸線ひずみが大きい方が粒径は微細になり、かつ粒応力が大きい⁵²⁾。

(4) TRIP-DP鋼（残留オーステナイトの加工硬化への影響）

強度と延性の優れた組み合わせがTRIP-DP鋼によって達成されている。延性が増す原因は、形状記憶現象におけるような変態ひずみではなく、残留オーステナイトが変形中に硬いマルテンサイトに変態し加工硬化を増大させるからであると考えられてきた。実際に、準安定オーステナイト鋼を種々な温度で引張試験すると、変形中に変態が刻々と起こり加工硬化を増大させる。特にネッキング開始時期に変態が起るとその抑制に効果的で大きな均一伸びが得られることがその場中性子回折によって実証された⁵⁴⁾。TRIP-DP鋼に対して角度分散法による引張変形中その場中性子回折実験を行ったところ、意外にも残留オーステナイトの変形強度がフェライト母相より大きいことが判明した⁵⁵⁻⁵⁷⁾。図12は、市販のTRIP-DP鋼を用いて飛行時間法で測定した結果である⁵⁷⁾。(b)では変形に伴うマルテンサイト変態量をリートベルト解析により同定した。続いて、フェライト（ベイナイトおよびマルテンサイトによる回折も重なっている）とオーステナイトの平均格子面間隔からひずみを求めると(a)のようになった。ここで、マルテンサイト変態の開始する応力(P2)、フェライトが塑性変形を開始する応力(P1)およびオーステナイトが塑性変形を開始すると思われる応力(P3)を図のように決定することができた。その結果、塑性変形はフェライト内のすべりで始まり、炭素量が約1%まで濃縮したオーステナイト粒は硬質第2相として加工硬化の増大に寄与していることが明らかになった。これらP1, P2, P3を組織制御によって調整することによって、望ましい強度と均一伸びの組み合わせを有する材料の開発に有益な知見を与えることができると思われる。オーステンパード可鍛鋳鉄(ADI)でも似た結果が得られている⁵⁸⁾。さらに形状記憶合金では、変形と加熱による形状記憶・回復過程を追うことができメカニズムの解明と特性改善に活用することができる^{59,60)}。

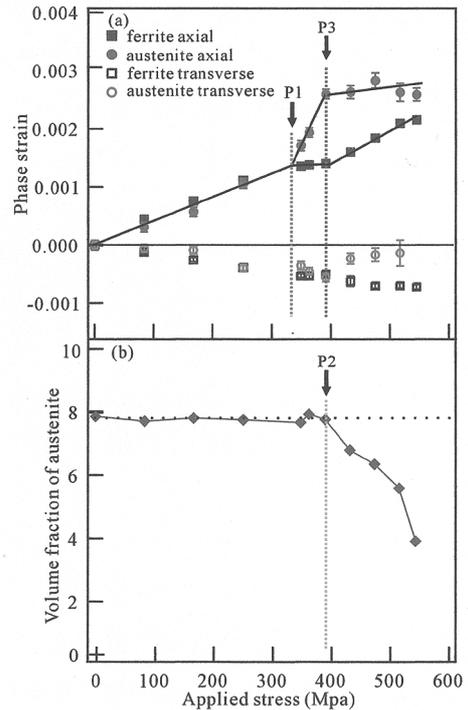


図12 TRIP-DP鋼における残留オーステナイトの変形強度と応力誘起マルテンサイト変態 (a) 相応力に対応するひずみ (b) オーステナイト体積率⁵⁷⁾

5 おわりに

前回の組織制御における時分割測定では中性子ビーム強度の低さが障害となって、速い反応には利用できなかった⁶¹⁾のに比べると、力学的特性の研究はやりやすく多くの研究がすでになされている。最初は複合材料の実験が多くマイクロメカニクスによる理論構築に利用され、最近では話題性のある新材料の研究が増えつつある。しかし、その場中性子散乱・回折実験は利用されるようになってから日が浅く、今後新しい様々な測定手法が開発される可能性が高く、強度、変形、破壊の研究にとってこれまでにない有力な実験ツールに発展すると期待される。本協会の産発プロジェクト鉄鋼展開研究「中性子利用鉄鋼評価技術の基礎検討に係わる研究」(代表：友田 陽)では、鉄鋼企業6社、原子力機構、物材機構、茨城大学からメンバーが集まり、鉄鋼研究のブレークスルーをもたらすと期待される新しい評価解析技術の開発について議論を始めた。特に、世界最高性能を有するJ-PARCの装置を有効に活用することが国内鉄鋼業の発展にとってきわめて有効であると思われる。

参考文献

- 1) 大沼正人, 鈴木淳市: ふえらむ, 11 (2006) 10, 631. (本展望シリーズ (2))
- 2) 鈴木裕士, 菖蒲敬久: ふえらむ, 11 (2006) 11, 701.

- (本展望シリーズ (3))
- 3) T. Lorentzen : Analysis of Residual Stress by Diffraction using Neutron and Synchrotron Radiation, ed. by M.E. Fitzpatrick and A. Lodini, Taylor & Francis, (2003), 114.
 - 4) M.T. Hutchings, P.J. Withers, T.M. Holden and T. Lorentzen : Introduction to the Characterization of Residual Stress by Neutron Diffraction, Taylor & Francis, (2005), 215.
 - 5) G. Simmons and H. Wang : Single Crystal Constants and Calculated Aggregate Properties : a Handbook, M.I.T. Press, Boston, (1971) ; W. Voigt : Lehrbuch der Krystallphysik, B.B.Teubner, (1928)
 - 6) A. Reuss : AZ.Angew.Math.Mech., 9 (1929) , 49. (after ref. 8)
 - 7) E. Kroner : Z.Physik, 151 (1958), 404.
 - 8) T. Shinozaki, S. Morooka, T. Suzuki, Y. Tomota and T. Kamiyama : Proc. of the 3rd Int. Conf. on Advanced Structural Steels, Gyeongju , Korea, (2006), 349-353.
 - 9) 梅本 実:ふえらむ, 9 (2004), 151 ; 梅本 実, 土谷 浩一:鉄と鋼, 88 (2002), 117.
 - 10) Z. Sachs : Ver.Drsch.Ing., 72 (1928), 734. ((3), (4) より引用)
 - 11) G.I. Taylor : J.Inst.Metals, 62 (1938), 307.
 - 12) B. Clausen, T. Lorentzen and T. Leffers : Acta mater., 46 (1998), 3087.
 - 13) B. Clausen, T. Lorentzen, M.A.M. Bourke and M.R. Daymond : Mater.Sci.Engng., A259 (1999), 17.
 - 14) たとえば, 高橋 寛 : 多結晶塑性論, コロナ社, (1999)
 - 15) S.C. Vogel, C. Hartig, L. Luttrtotti, R.B. Von Dreele, H.R. Wenk and D.J. Williams : Powder Diffraction, 19 (2004), 65.
 - 16) T.M. Holden, H. Suzuki and D.G. Carr : ISIJ Int., 46 (2006), 959.
 - 17) S. Harjo, 神山 崇 : ふえらむ, 11 (2006) 9, 567. (本展望シリーズ (1))
 - 18) M.R. Daymond, M.A.M. Bourke, R.B. Von Dreele, B. Clausen and T. Lorentzen : J.Appl.Phys., 82 (1997), 1554.
 - 19) TH.H. De Keijser, J.I. Langford, E.J. Mittemeijer, and B.P. Vogels : J. Appl. Phys. 15 (1982), 308.
 - 20) 桑野 壽 : 材料, 26 (1977), 735.
 - 21) P. Strunz, P. Lukas and D.J. Neov : Neutron Res., 9 (2001), 99.
 - 22) P. Lukas, Y. Tomota, S. Harjo, D. Neov, P. Strunz and P. Mikula : Journal of Neutron Research, 9 (2001), 415-421.
 - 23) Y. Tomota, P. Lukas, D. Neov, S. Harjo and Y.R. Abe : Acta mater., 51 (2003), 805.
 - 24) S. Ryufuku, H. Suzuki, T. Suzuki and Y. Tomota : unpublished work at JAEA & Ibaraki Univ., (2006)
 - 25) Y.D. Wang, R. Lin Peng, X-L. Wang and R.L. McGreevy : Acta mater., 50 (2002), 1717.
 - 26) J.W.L. Pang, T.M. Hoden, J.S. Wright and T.E. Mason : Acta mater., 48 (2000), 1131.
 - 27) C. Larsson, B. Clausen, T.M. Holden and M.A.M. Bourke : Scripta mater., 51 (2004), 571.
 - 28) 池田圭太, 友田 陽, 鈴木淳市, 盛合 敦, 神山 崇 : 鉄と鋼, 91 (2005), 822.
 - 29) M. Ojima, K. Ikeda, Y. Tomota, T. Kamiyama, Y. Adachi and Y. Katada : Proc. of the 3rd Int. Conf. on Advanced Structural Steels, Gyeongju, Korea, (2006), 614-616.
 - 30) V.M. Nadutov, L.A. Bulavin and V.M. Garamus : Mater.Sci.Engng.A, A264 (1999), 289.
 - 31) 友田 陽 : 窒素鋼の新展開とその利用, 第190回西山記念技術講座, 日本鉄鋼協会編, (2006), 51.
 - 32) T. Lorentzen, M.R. Daymond, B. Clausen and C.N. Tome : Acta mater., 50 (2002), 1627.
 - 33) 鳥居周輝, 友田 陽, 鈴木徹也, 朴 鍾皓, 及川健一, 神山 崇 : 日本機械学会論文集 A 68-675 (2002), 1540.
 - 34) Y. Tomota, P. Lukas, S. Harjo, J-H. Park, N. Tsuchida and D. Neov : Acta mater., 51 (2003), 819.
 - 35) J.E. Bailey and P.B. Hirsch : Phil.Mag., 4 (1960), 85.
 - 36) S. Takaki, Y. Fujimura, K. Nakashima and T. Tsuchiyama : presented at Thermec 2006, Vancouver, Canada, Mater.Sci.Forum, 539-543 (2007), 228.
 - 37) K. Nakashima, Y. Fujimura, T. Tsuchiyama and S. Takaki : presented at Thermec 2006, Vancouver, Canada, Mater.Sci.Forum, 539-543 (2007), 4783.
 - 38) P.G. Xu, Y. Tomota and T. Kamiyama : unpublished work at KEK and Ibaraki University, (2005)
 - 39) S. Morooka, T. Suzuki, Y. Tomota and T. Kamiyama : unpublished work, (2005)

- 40) For example, P. Withers and A.P. Clarke : *Acta mater.*, 46 (1998), 6585.
- 41) S. Harjo, Y. Tomota and M. Ono : *Acta mater.*, 47 (1999), 353.
- 42) S. Harjo, Y. Tomota, S. Torii and T. Kamiyama : *Materials Transactions*, 43 (2002), 1696.
- 43) S. Harjo, Y. Tomota, P. Lukas, M. Vrana, D. Neov, P. Mikula and M. Ono : *Acta mater.*, 49 (2001), 2471.
- 44) S. Harjo, Y. Tomota, D. Neov, P. Lukas, M. Vrana and P. Mikula : *ISIJ Int.*, 42 (2002), 551.
- 45) 友田 陽 : 熱処理, 43 (2003), 73.
- 46) Y. Tomota, O. Watanabe, A. Kanie, A. Moriai, N. Minakawa and Y. Morii : *Materi. Sci. Technology*, 19 (2003), 1715.
- 47) T. Suzuki, Y. Tomota, M. Isaka, A. Moriai, N. Minakawa and Y. Morii : *ISIJ Int.*, 44 (2004), 1426.
- 48) A. Kanie, Y. Tomota, S. Torii and T. Kamiyama : *ISIJ Int.*, 44 (2004), 1961.
- 49) 諸岡 聡, 鈴木徹也, 友田 陽, 塩田佳徳, 神山崇 : 鉄と鋼, 91 (2005), 816-821.
- 50) Y. Tomota, T. Suzuki, A. Kanie, Y. Shiota, M. Uno, A. Moriai, N. Minakawa and Y. Morii : *Acta mater.*, 53 (2005), 463.
- 51) Y. Shiota, Y. Tomota, A. Moriai and T. Kamiyama : *Metals and Materials International*, 11 (2005), 371.
- 52) T. Shiratori, Y. Shiota, S. Ryufuku, Y. Adachi, H. Suzuki and Y. Tomota : *Proc. of the 3rd Int. Conf. on Advanced Structural Steels*, Gyeonju, Korea, (2006), 354-359.
- 53) T. Ono, Y. Tomota, P. Lukas, D. Lugovvy, D. Neov, N. Tsuchida and K. Nagai : *Materi.Sci. Technology*, 20 (2004) 121.
- 54) E.D. Oliver : *Ph.D Thesis*, University of Manchester, (2002), 121.
- 55) Y. Tomota, H. Tokuda, Y. Adachi, M. Wakita, N. Minakawa, A. Moriai and Y. Morii : *Acta mater.*, 52 (2004), 5737.
- 56) O. Muransky, P. Sittner, P. Lukas, J. Zrnik and E.C. Oliver : *Proc. of the 3rd Int. Conf. on Advanced Structural Steels*, Gyeongju, Korea, (2006), 933-938.
- 57) 成井章記, 友田 陽 : 日本鉄鋼協会第152回秋季講演大会学生ポスターセッション PS-42
- 58) 小川仁史, 友田 陽 : 日本鉄鋼協会第152回秋季講演大会学生ポスターセッション PS-39
- 59) Y. Tomota, S. Harjo, P. Lukas, D. Neov and P. Sittner : *Journal of Metals*, 52 (2000), 32.
- 60) E.C. Oliver, T. Mori, R. Daymond and P.J. Withers : *Acta mater.*, 51 (2003), 6453.
- 61) 友田 陽, 徐 平光 : ふえらむ, 12 (2007) 1, 15. (本展望シリーズ (4))

(2006年11月6日受付)