

2011B1820

BL28B2

白色マイクロビーム波長分散型 X 線回折を用いた応力マイクロ分布測定による 2 相鋼材の応力腐食割れメカニズムの検討

Measurement of Internal Stress Distribution to Indivisible Grains of Dual Phase Steel by Energy-dispersive X-ray Diffraction with White X-ray Microbeam

土井 教史^a, 高部 秀樹^a, 佐藤 眞直^b
Takashi Doi^a, Hideki Takabe^a, Masugu Sato^b

^a住友金属工業株式会社, ^b(公財)高輝度光科学研究センター
^aSumitomo Metal Industries, Ltd., ^bJASRI

構造用鋼材の強度特性の制御因子としての組織形態に関する知見を得るため、複相組織を有する鋼材中の応力マイクロ分布測定を行った。制御された外力を印加しながら、マイクロビーム化された白色 X 線を試料に照射し回折データを得た。いくつかの外力印加条件での測定を行い解析することで、結晶粒ごとの局所的な弾性歪みを評価することができた。今後、組織形状や比率などの異なる試料での測定を行い比較することで、強度特性と組織因子の定量的理解が期待できる。

キーワード： 鉄鋼材料、構造用鋼、白色 X 線、波長分散型 XRD、マイクロ歪み分布測定

背景と研究目的：

鉄鋼材料の強度、加工性、耐腐食性等の特性制御は、金属組織を構成する結晶粒の粒径、相比率の制御によって行われる。特に相比率の制御が重要となる機械的特性（硬さ、変形能）の違う複数の鉄鋼相（オーステナイト、フェライト、マルテンサイト等）で構成される複相鋼は、それぞれの特性のブレンドによって材料機械特性を制御している。この複相鋼の材料強度は外力印加時における各相の結晶粒への応力再分配によって発現する。

したがって、材料開発において、この各相への応力分配の組成比依存性を把握することは材料強度設計の指針となり、材料ユーザーのニーズに合わせて材料特性のバランスを計算する上で重要な情報となる。しかしながら、従来の X 線回折応力測定法における多結晶組織全体の平均的な X 線回折データでは、結晶構造が大きく違うオーステナイト相とフェライト相の区別は可能であるが、結晶構造の違いがわずかなフェライト相とマルテンサイト相のような組織の区別はほとんど不可能である。このような相を識別するために、SPring-8 において、金属組織を顕微鏡観察してその形態的な特徴から各相の結晶粒を同定して、その結晶粒に選択的に X 線マイクロビームを照射し、回折データを得る測定手法 (Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy technique, 以下 EXDM 法) が開発された^[1]。今回、本手法を用いて、2 相鋼中の結晶粒ごとに分配されるマイクロ歪みの測定を行い、組織内部の応力集中傾向の確認を目指した。

実験：

EXMD 法には、高強度の白色 X 線が必要であることから BL28B2 を用いた。白色 X 線は、入射スリットにより、 $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ に整形されている。BL28B2 に設置されている多軸回折計を用い、透過配置においた試料後方にラウエパターン検出用の 2 次元検出器（浜松フォトニクス製フラットパネルセンサー）と、検出されたラウエパターン上の回折スポットのエネルギースペクトル測定用の solid state detector (SSD) を配置した。金属光学顕微鏡による金属組織観察技術を併用し、試験片上での X 線の照射位置を制御しながら、各結晶粒からの回折信号を SSD を用いた波長分散型 X 線回折法により各結晶粒からの回折信号を測定し、得られた格子定数から弾性歪みを評価して、各結晶粒における内部応力の分布の評価を試みた。

測定試料にはフェライト - マルテンサイトの 2 相鋼を用い、大きさ $1 \times 5\ \text{mm}$ 、厚さ $20\ \mu\text{m}$ の薄片に加工し、小型の引張試験機を用いて引張外力を印加しながら測定した。図 1 は試験片表面の

顕微鏡写真である。10~20 μm の 2 相組織が分布していることが確認された。図 1 中、暗黒色組織はマルテンサイト相組織、白色部はフェライト相組織に対応する。白色 X 線マイクロビームは透過配置で試料各部に任意で選んだ各組織合計 8 箇所照射された。各照射位置について複数 (10~20 程度) の回折ピークを測定し、得られた各回折面の格子面間隔の無歪状態に対するずれから、弾性歪みを評価した。無歪状態の格子面間隔は、外力を印加しない状態での全測定データから得られる格子定数の平均値を用いた。さらに各回折面に生じている歪みと結晶方位に対する弾性異方性を考慮し、各結晶粒に生じている内部応力の応力テンソルを計算した。応力テンソルの計算には、本試験片の弾性コンプライアンス定数が $\alpha\text{-Fe}$ と同等と仮定して計算した。

結果および考察：

図 2 に外力印加なしと弾性限界内の 350 MPa の引張外力を印加した状態での各照射位置での応力状態を示す。各測定点ごとに結晶方位解析を行い、各回折スポットの hkl 面を決定することで格子歪みを求めた。図中に示している赤もしくは青の線イメージは照射位置を走査した際の変化から各結晶粒ごとの引っ張り外力方向と垂直方向の応力テンソルを求めた。図 2 には、各測定点での応力テンソルを対角化することで求めた主軸応力成分の大きさを線の長さで、また主軸の向きを線の方向で表現している。図 2 中、赤線は引張応力、青線は圧縮応力を示すとともに、1 GPa に相当する線の長さを示している。この応力テンソルの計算の際には試料表面に垂直な方向の成分は解放していると考えて面内成分のみを計算して求めた。応力テンソル計算には 3 回折面以上の弾性歪みの情報が必要であるが、回折信号の強度が非常に弱かったため、データの不足のために解析ができなかった個所も生じている。図 2 の外力印加状態の異なる両者を比較してみると、外力印加なしの状態でも数 10 MPa 程度の圧縮応力から 0.7 GPa 程度の引っ張り応力まで、不均一な残留応力の分布が生じていることが分かる。また引張外力を印加することで、引張方向の引張応力成分が増加している様子が観察できた。

各結晶粒への応力再分配の傾向については、おそらく外力印加後に解析スポットがブロードニングすることによる S/N 比の低下から解析不能となった点があったものの、図 2 中矢印で示した 4 点では外力印加前後の比較が可能であり、外力印加により内部組織にも呼応した外力方向の応力が生じたことが確認できた。現在、解析に成功している点が暗黒色部のみであり、白色部組織の状況との比較は困難となっている。現在、さらに詳細な解析をすすめ、2 相両方の結果の解析を目指している。今回の測定で、本 EXDM 法を用いることで、微細組織を識別しながら結晶粒子ごとの内部応力状態が解析できる可能性が確認された。測定および解析にはまだ改善があるものの、今後、組織形状や配合比率の異なる試料についても測定および解析を行うことにより、鉄鋼組織と機械的特性についての知見が深まるものと期待できる。

今後の課題：

当初の想定以上に測定に時間が必要なことが判明した。結果、今回予定していた組織形状や混合比率を変化させた試料に関する測定はできなかった。次回以降データを追加、補完し、応力再分配挙動のマイクロ組織依存性を明らかとしたい。

参考文献：

[1] K. Kajiwara, M. Sato, T. Hashimoto, T. Yamada, T. Terauchi, T. Fukumura, K. Arioka: *ISIJ International*, **53** (2013), 165-169.

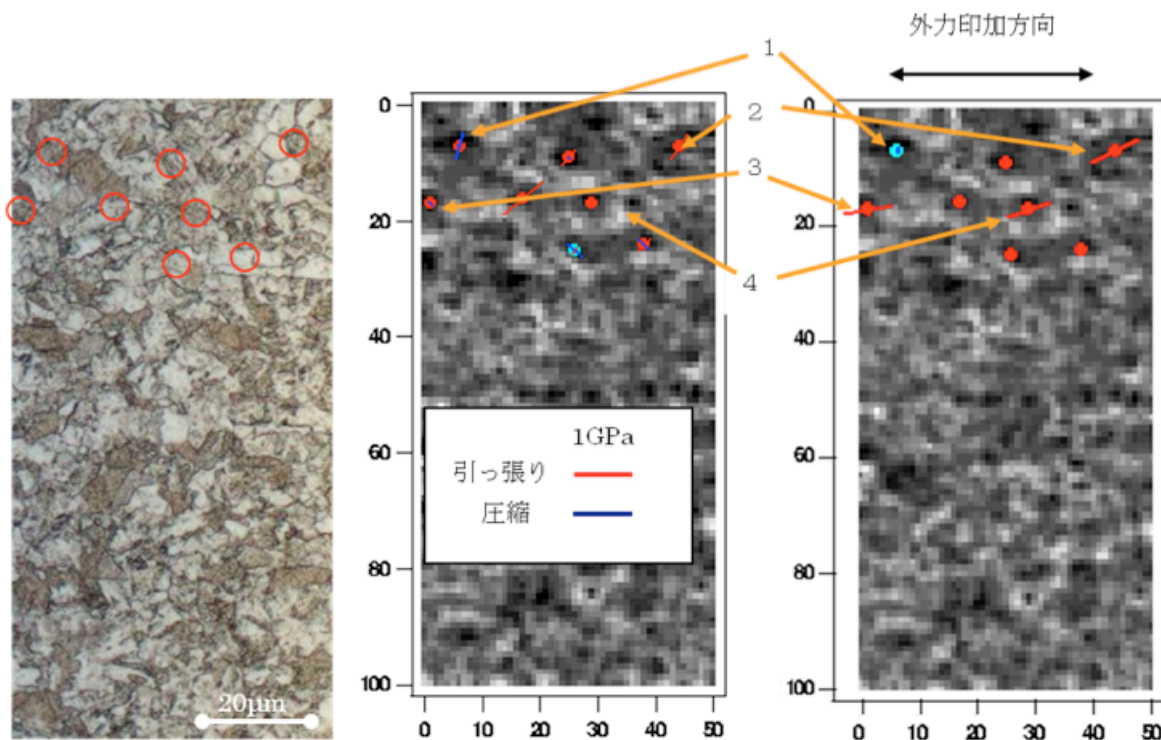


図1 観察位置光学顕微鏡写真.

図2 左：外力 0 Mpa, 右：外力 350 Mpa 印加時.
数字と矢印は、外力印加前後で対応する点.

©JASRI

(Received: April 6, 2012; Early edition: April 28, 2015; Accepted: June 29, 2015;
Published: July 21, 2015)