

[22042]

## 高窒素オーステナイト鋼の加工硬化挙動の温度依存性に関する研究 Study of Temperature Dependence on Work Hardening Behavior in High-nitrogen Austenitic Steel

増村拓朗<sup>A)</sup>, 馬天沢<sup>A)</sup>, 土山聡宏<sup>A)</sup>  
Takuro Masumura<sup>A)</sup>, Tianze Ma<sup>A)</sup>, Toshihiro Tsuchiyama<sup>A)</sup>  
<sup>A)</sup> Kyushu University

### Abstract

In order to establish the dislocation density analysis method by neutron line profile analysis using RESA-1, the dislocation density analysis using the modified Williamson-Hall/Warren-Averbach method was performed for martensitic steel, which has a high dislocation density and is relatively easy to analyze. The results showed that the dislocation density decreased as the recovery progressed with increasing tempering temperature. This indicates that RESA-1 can be used for dislocation density analysis.

**Keyword:** dislocation density, modified Williamson-Hall/Warren-Averbach method, line profile analysis

### 1. はじめに

オーステナイト系ステンレス鋼は低温でも優れた靱性を有する材料であり、極低温環境下での構造材料として用いられている。一方で、構造材料としては低強度であるため、高強度化のために窒素を添加することが有効であると知られている<sup>[1-3]</sup>。

高窒素オーステナイト鋼は高い加工硬化性を有する。これまでの研究においては、高窒素鋼でみられる特異な転位配列の観点から加工硬化の議論がなされてきた。高窒素鋼では交差すべりが極端に抑制され、転位が同一すべり面上に並んだプラナー転位列が発達することがよく知られている<sup>[1,2]</sup>。著者らは、SUS316L (Fe-18Cr-12Ni-2Mo 合金) に窒素を約 0.45% 添加した試料に対して室温での引張試験中の転位密度変化を調査した<sup>[1,2]</sup>。その結果、窒素添加により総転位密度自体はほとんど変化しないことが明らかとなった。すなわち、転位のプラナー化という転位分布の変化により、後続転位がより大きなバックストレスを受けることで高い加工硬化率を示すと結論づけている。

本研究では、高窒素鋼の加工硬化率の温度依存性に着目した。一般的なオーステナイト系ステンレス鋼では、温度低下に伴い積層欠陥エネルギー (SFE) が低下し、交差すべりが抑制されることで転位密度が上昇し、加工硬化率が高くなることが予想される。一方で高窒素鋼では、上述の通り、転位密度だけでは説明できない加工硬化現象が生じるため、その温度依存性についても一般的なオーステナイト系ステンレス鋼とは異なる可能性がある。そこで、まずは 77 K から 293 K までの温度で引張試験を行ったオーステナイト系ステンレス鋼 (SUS310S: Fe-25Cr-20Ni 合金) に対して中性子ラインプロファイル解析を行い、転位密度および転位分布の評価を行うことを計画した。

しかしながら、本研究で用いた JRR-3 の RESA-1 においてラインプロファイル解析を行った実績が無かったため、まずはじめに最適な測定条件や解析手

法の確立を目指した。そのために、転位密度が多く、ラインプロファイル解析が比較的容易なマルテンサイト鋼 (SCM415) を用いて測定およびラインプロファイル解析による転位解析を行った。その後、オーステナイト系ステンレス鋼での解析を実施する予定であったが、マシンの故障により追加実験ができなかったため、次年度以降に実施することとした。

### 2. 実験方法

供試材として、焼入処理でマルテンサイト単相組織 (BCC 構造) となる SCM415 (Fe-0.83Mn-0.25Si-1.12Cr-0.15Mo-0.16C 合金: mass%) を用いた。1173 K で 1.8 ks のオーステナイト化処理後水冷することでマルテンサイト組織を得た。その後、573、723、873 K で 18 ks の焼戻処理を行った 3 試料に対して、中性子回折測定を行った。また、ラインプロファイル解析用の標準材として、973 K で 10.8 ks の焼鈍を行った純鉄を準備した。

JRR-3 の RESA-1 を用いて、中性子回折測定を行った。Si 粉末で中性子線の波長  $\lambda$  を確認したところ、0.15468 nm であった。測定用試料は  $\phi 6 \text{ mm} \times 20 \text{ mmL}$  の円柱状とした。BCC 構造の 110、200、211、220、310 ピークが現れる 2 $\theta$  として、39.11~49.92 deg. (110)、59.66~70.48 deg. (200)、77.13~87.95 deg. (211)、93.65~104.77 deg. (220)、111.70~122.52 deg. (310) の範囲で測定を行った。測定間隔は、0.042425 deg/ch とした。各ピークの最大強度が約 10000 count になるまで測定を継続させた。

転位密度解析には、ラインプロファイル解析である modified Williamson-Hall/Warren-Averbach (mWH/WA) 法を適用した<sup>[4,5]</sup>。

### 3. 実験結果

#### 3.1 標準材のピークプロファイル

Figure 1 は標準材となる純鉄の 110 ピークを示す。横軸は面間隔  $d (= \lambda / 2 \sin \theta)$  としている。今回の測定条件により半価幅が小さい標準材においても良好な

[22042]

ピークが取得できている。バックグラウンドに注目すると、直線ではなく、曲線になっている様子が確認できる。mWH/WA 法の解析上、各ピークを Voigt 関数でフィッティングする必要があり、その際にバックグラウンドの指定を行うため、試料を置かずから測定することで、バックグラウンド形状の測定を行った。Figure 2 は 110 ピークが生じる範囲でのバックグラウンド測定結果を示す。バックグラウンド形状は、ピークトップ付近を頂点とした上に凸の曲線となった。この曲線は 2 次関数で良好なフィッティングができたので (図中点線)、バックグラウンド指定には 2 次関数を用いた。

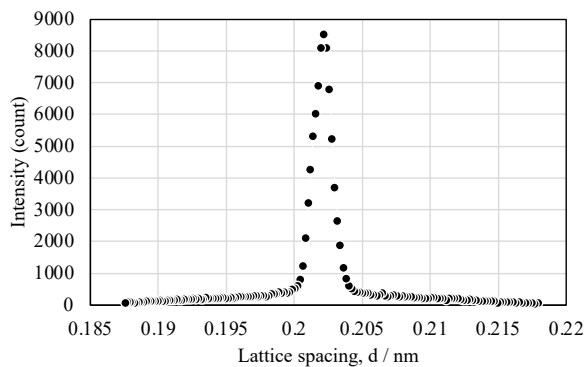


Figure 1. 110 peak of pure iron.

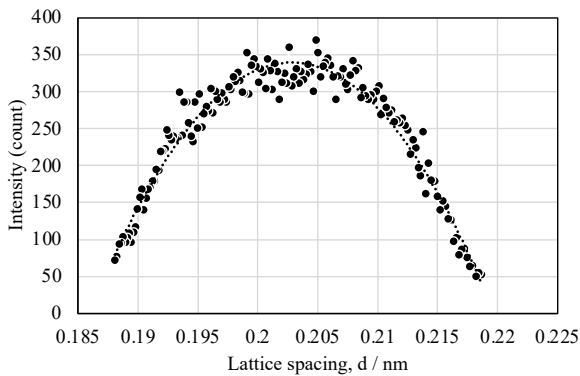


Figure 2. Background at 110 peak position.

### 3.2 マルテンサイト鋼のピークプロファイル

Figure 3, 4, 5 は 573, 723, 873 K で焼戻処理を行った SCM415 の 110 ピークをそれぞれ示す。いずれのピークも標準材よりブロードしていること、焼戻温度の上昇に伴い回復が進行し、半価幅が低下していることがわかる。これらのピークプロファイルにおいても、バックグラウンドを 2 次関数でフィッティングした。

### 3.3 転位密度解析結果

Figure 6 は 573, 723, 873 K で焼戻処理を行った SCM415 の mWH プロットを示す。mWH の式は下記の通り表される<sup>[4,5]</sup>。

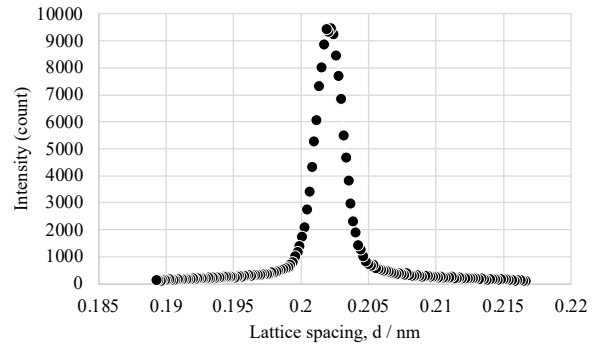


Figure 3. 110 peak of SCM415 tempered at 573 K.

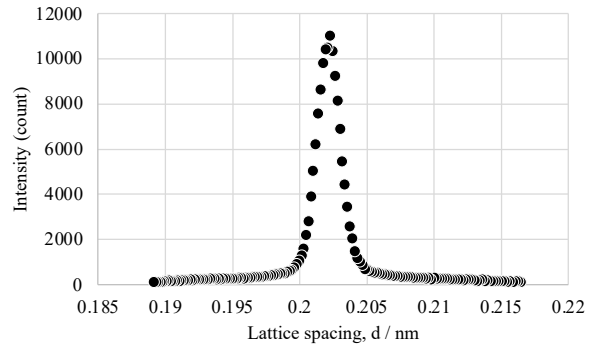


Figure 4. 110 peak of SCM415 tempered at 723 K.

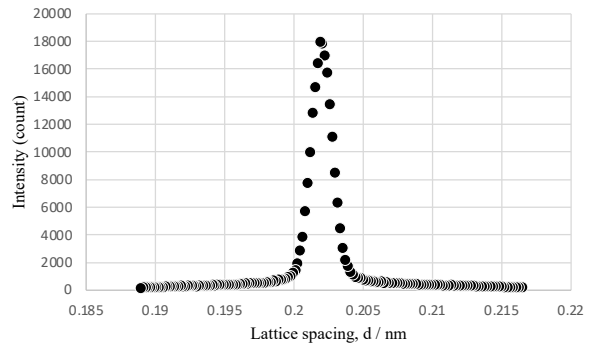


Figure 5. 110 peak of SCM415 tempered at 873 K.

$$\Delta K = \alpha + (\pi/2)^{1/2} Ab \sqrt{\rho K \sqrt{C}} + OK^2 C$$

ここで、 $\Delta K = \beta \cos \theta / \lambda$ 、 $\beta$  は半価幅、 $\alpha$  は結晶子サイズに依存したパラメータ、 $A$  は転位の分布状態で決まるパラメータ、 $b$  はバーガースベクトルの大きさ (0.248 nm)、 $\rho$  は転位密度、 $K = 2 \sin \theta / \lambda$ 、 $C$  はコントラストファクター、 $O$  は第二項の係数である。ここで用いた各ピークの半価幅は、標準材のデータを装置関数として差し引いた値である。

各プロットは直線でおおむね近似可能であり、第

[22042]

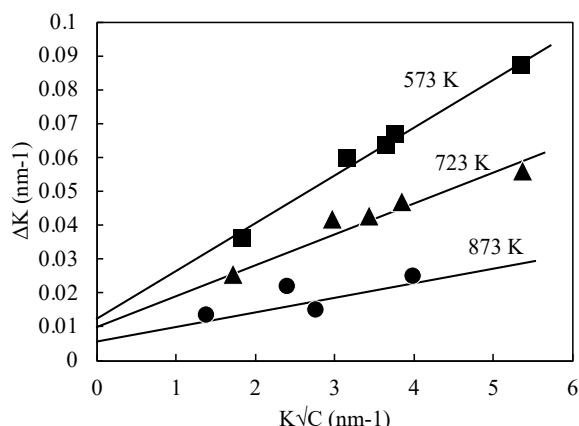


Figure 6. mWH plots of SCM415 tempered at 573, 723, 873 K.

二項は無視することができる」と報告されている<sup>[6]</sup>。実際、573, 723 K では良好な直線関係が得られている。873 K では半価幅が小さく、標準材との差が小さいため誤差が大きく、ばらつきが比較的大きくなっている。

上式より、mWHプロットの傾きと転位密度が関連していることがわかる。各プロットの傾きを計算すると、573, 723, 873 K 焼戻材でそれぞれ 0.0147, 0.0086, 0.0041 となった。この結果より、焼戻しに伴い転位密度が低下していることが予想されるが、傾きには転位分布に関連するパラメータ A も含まれるため、mWH 法だけでは転位密度を算出することができない。そこで、mWH 法で得られた結果を mWA 法に適用させることで、転位密度の厳密解を計算した。詳細な解析手法は文献に記されている<sup>[4,5,7]</sup>。

mWH/WA 法で転位密度解析を行った結果、573, 723, 873 K 焼戻材でそれぞれ  $4.29 \times 10^{15}$ ,  $1.91 \times 10^{15}$ ,  $4.63 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$  となり、焼戻温度の上昇に伴い転位密度が低下することが明らかとなった。この結果は、X 線ラインプロファイル解析を用いて計算した結果と良く一致している<sup>[7]</sup>。

#### 4. まとめ

以上の結果より、本実験での測定条件で  $5 \times 10^{14} \sim 4 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$  の転位密度範囲の解析が可能であることが示された。オーステナイト系ステンレス鋼の転位密度もこの範囲内であると考えられる。今回は 1 試料に対して 12 時間程度の測定を行ったが、測定条件を最適化し、より短時間でも精度の高い解析ができるように検討を行いたい。

#### 参考文献

- [1] 増村拓朗, 瀬戸雄樹, 土山聡宏, 木村謙: 熱処理, Vol.59 (2019), pp.222-229.
- [2] T.Masumura, Y.Seto, T.Tsuchiyama and K.Kimura: Mater. Trans., Vol.61 (2020), pp.678-684.
- [3] T.Tsuchiyama, K.Tsugumi, T.Ma, T.Masumura and Y.Ono:

Steel Research Int., to be published.

- [4] T.Ungár and A.Borbély: Appl. Phys. Lett., Vol.69 (1996), pp.3173-3175.
- [5] T.Ungár, S.Ott, P.G.Sanders, A.Borbély and J.R.Weertman: Acta Mater., Vol.46 (1998), pp.3693-3699.
- [6] S.Takaki, T.Masumura and T.Tsuchiyama: ISIJ Int., Vol.58 (2018), pp.2354-2356.
- [7] 増村拓朗, 浦中祥平, 松田恭輔, 高木節雄, 土山聡宏: 鉄と鋼, Vol.106 (2020), pp.826-834.