

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 5 月 28 日現在

機関番号：11301

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2012～2014

課題番号：24360283

研究課題名(和文) 特異なせん断変形を示す鉄合金の不均一歪の解析と力学特性の制御

研究課題名(英文) Characterization of the inhomogeneous strains and control of the mechanical properties in iron-based alloys showing unique shear deformation

研究代表者

鈴木 茂 (Suzuki, Shigeru)

東北大学・多元物質科学研究所・教授

研究者番号：40143028

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 13,200,000円

研究成果の概要(和文)：Fe-Mn基合金の中には、室温付近での変形により双晶変形や応力誘起マルテンサイト変態を起こしやすい合金がある。それらの特異なせん断変形を示す多結晶合金での変形過程を、放射光を用いたX線回折による微小部の応力解析や弾性異方性を考慮した有限要素シミュレーションにより調べた。また、高温加工により方位集積度を高めた鉄基形状記憶合金を作製し、集合組織制御によりマルテンサイト変態による形状回復率が向上することなどを示した。これら多結晶合金の変形特性に関連して、二相の鉄基合金における残留応力や弾性異方性が大きい合金における応力も調べ、弾性異方性が多結晶の変形において重要な役割を演じていることを示した。

研究成果の概要(英文)：Several kinds of Fe-Mn based alloys reveal twinning-induced plasticity and stress-induced martensitic transformation by deformation at room temperature. The deformation processes in these polycrystalline alloys showing unique shear deformation were investigated by the stress analysis of local area in the polycrystalline alloys using synchrotron radiation diffraction and the finite element simulation considering anisotropic elasticity. Furthermore, the texture of iron-based shape memory alloys is controlled by compression at high temperatures. The shape recovery of the alloys was shown to be improved by the texture control. Regarding the deformation characteristics of these alloys, the residual stresses in two-phase iron-based alloys and the stress distribution in the alloy with large anisotropic elasticity were studied. It was indicated that the anisotropic elasticity is an important role in polycrystalline iron-based alloys.

研究分野：材料工学

キーワード：双晶誘起塑性 形状記憶効果 マルテンサイト変態 放射光 X線回折 弾性異方性

1. 研究開始当初の背景

鉄基合金の中には、合金元素の種類や量によって室温付近で特異なせん断変形を示す合金がある。たとえば、オーステナイト相(相)からなる鉄基合金には、変形により面心立方(fcc)構造の母相中に双晶が生成したり、マルテンサイト変態相(hcp構造)が生成したり合金がある。これらの合金の実際の塑性変形においては、双晶変形やマルテンサイト変態だけでなく、転位によるすべり変形も少なからず起こるため、変形機構は単純ではない。しかし、これらの合金における双晶誘起塑性(TIWP)効果やマルテンサイト変態とその逆変態による形状記憶効果は材料特性において重要であり、その特異な変形過程を明らかにする必要である。特に、TWIP効果を示す合金では変形によってミクロ組織中に生じる不均一ひずみや双晶生成等を解明したり、また鉄基形状記憶合金では形状記憶特性に及ぼす集合組織の影響を解明したりすること等が求められている。

2. 研究の目的

以上のような背景から、本研究ではこれらの高濃度のMnを含む多結晶の鉄基合金において、変形に伴う双晶生成やマルテンサイト変態相が生じる条件等を明らかにするために、多結晶における微視的応力分散や集合組織の影響等を実験的に調べた。変形に伴うTWIP効果を示す鉄合金では、ミクロ組織中に生じる不均一ひずみや双晶生成に着目し、鉄基形状記憶合金では、高温での加工条件を制御することにより形状記憶効果を示しやすい集合組織を形成させ、その形状記憶特性に及ぼす影響について調べた。TWIP効果を示す合金における微小部応力解析では、高輝度放射光を用いた応力測定や有限要素法による応力分布解析を行った。一方、形状記憶合金の集合組織制御においては、集合組織制御のための特殊なプロセスを適用し、形状記憶特性に影響する結晶方位集積度の役割について検討した。

3. 研究の方法

TWIP効果を示す鉄基合金としては、アーク溶解により、粗大な結晶粒を持つFe-Mn-C合金を作製した。それらのミクロ組織中に生じる不均一塑性ひずみや双晶生成等を走査電子顕微鏡法(SEM)-電子後方散乱回折法(EBSD)による結晶方位解析等により調べた。それとともに、各結晶粒の変形方向に対する弾性定数を算出し、有限要素法による応力分布の見積もりを行った。これらの応力の見積もりには、東京都大の協力を得た。さらに、放射光による高エネルギー白色X線を用いて、多結晶のミクロ組織における微小部の回折実験(図1は実験レイアウト)を行い、各測定箇所での応力は幾つかの回折斑点に対するエネルギースペクトル測定等により見積もった。

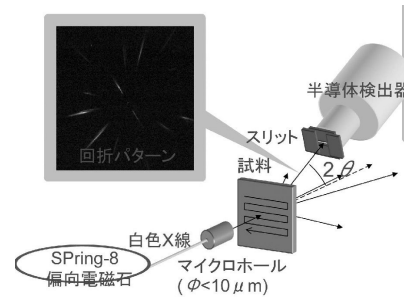


図1 マイクロビーム白色X線回折による応力解析の実験レイアウト

一方、鉄基形状記憶合金の形状記憶特性を向上させるには、fcc/hcp変態が起こりやすい結晶方位($\langle 144 \rangle$ 近傍)を増やすために、その集合組織制御が有効であると考えられる。たとえば、引張り方向にfcc/hcp変態が起こりやすい $\langle 144 \rangle$ 方位を揃えた結晶粒を増やせば、形状記憶特性が向上することが期待される。ここでは、申請者らが構築してきた技術を基に、この方位に近い $\langle 011 \rangle$ 方位の集積度を高めるために、図2のような条件下で圧縮加工(横浜国大で実施)を行った。

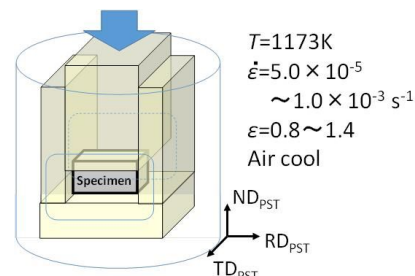


図2 集合組織制御のための高温圧縮加工の模式図と変形の条件。

4. 研究成果

4.1 双晶誘起塑性合金の解析

放射光による微小部X線回折実験を実施する前に、予めFe-Mn-C合金の結晶粒の形態や結晶方位をEBSDにより観察した。図3はその測定結果の例を示している。試料が塑性変形すると、結晶粒界面や粒界三重点付近に塑性ひずみが集中していることが分かる。また、図中のTは、微細な双晶生成が観察されたところであり、この箇所は引張り方向に対して $\langle 144 \rangle$ 方位付近の粒内にあり、粒界三重点付近の応力集中が起こりやすいところである。すなわち、双晶が発生するか否かは、結晶粒の方位や応力集中が重要であることが示唆されている。

この鉄基合金は弾性異方性を示すために、これらの結晶方位に関する情報および従来の弾性率の方位依存性を用いると、各結晶粒の弾性率を推定できる。それらの値を基に、結晶粒の結晶学的な弾性異方性を考慮して有限要素法により多結晶組織中に広がる不均一なひずみを推定することができる。

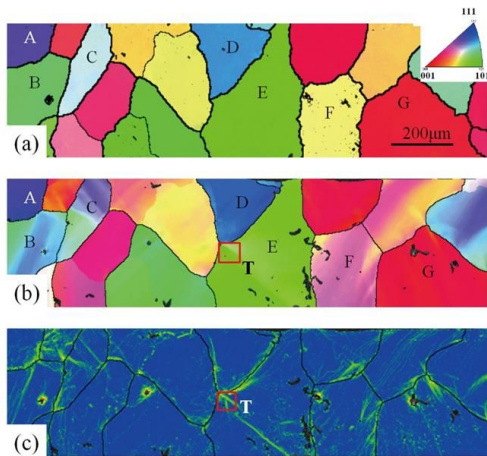


図3 横方向への引張変形前(a)と約10%の塑性変形後(b)の多結晶 Fe-Mn-C 合金の逆極点図 (IPF) のマップ、および(c)の方位差の程度を示すマップ。

図4は、二次元的な有限要素法 (FEM) により応力分布を見積もるためのマイクロ組織の模式図、および FEM シミュレーションのためのメッシュを示している。このような模擬的組織に対して、横方向に10%変形し除荷した組織に発生する応力、および引っ張ったままで生じる応力の分布を見積もった。塑性変形時の応力レベルは、従来の実験値を参考にし、結晶方位依存性はないとした。これらの解析では、特に結晶粒の結晶学的な弾性異方性を考慮して FEM により多結晶マイクロ組織中に広がる不均一なひずみに着目した。

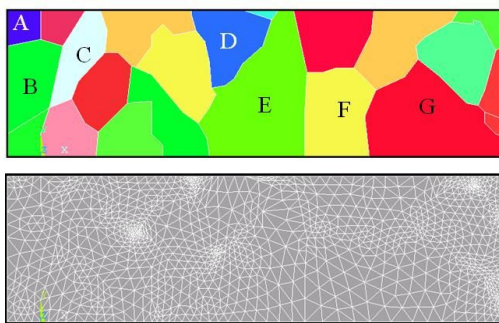


図4 図3に対応したマイクロ組織における FEM により応力分布を見積もるための模式図 (上) およびそのためのメッシュ (下)。

図5は図4のマイクロ組織に対して引張り変形後に除荷したときに生じた主応力を、FEM により見積もった例である。引張り変形による塑性ひずみが発生し、それにより除荷後も特徴的な残留応力が発生している。これは、結晶粒の間の弾性異方性が大きいために、塑性変形後に各結晶粒に異なる残留応力が発生したことによると考えられる。

一方、図6は図4の組織に対して引張り変形したままの状態での主応力を、FEM により見積もった例である。この場合も、応力

分布が引張り変形によりマイクロ組織にわたって不均一であるが、それら応力が高くなる箇所は、図5の場合と逆転している。

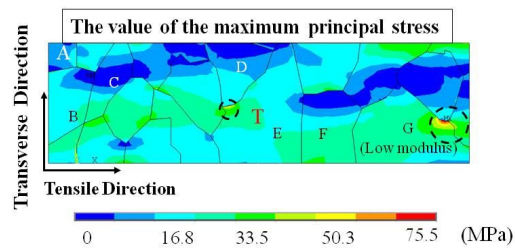


図5 図4に示した組織を持つ試料に横方向に引張り変形後に除荷したときに生じた最大主応力を FEM により見積もった例。

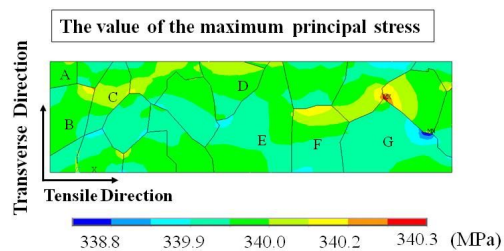


図6 図4に示した組織を持つ試料に横方向に引張り変形したままの状態での最大主応力を FEM により見積もった例。

以上のような引張り変形により多結晶粒内で応力分布の発生が予測される試料に対して、実験的に微視的応力を測定した。図7は、Fe-Mn-C 合金の引張り変形前 (焼鈍したまま) の主応力分布を示している。焼鈍したままでも残留応力が観察されており、これは高温焼鈍から冷却されたとき発生した応力などによるものと考えられる。一方、図8は引張り変形したままの主応力分布を示しており、主応力方向はほぼ引張り方向を向いている。このように、外的荷重により試料中に応力が分散される様子を示されたが、応力分配の定量的議論についてはさらに進めている。



図7 Fe-Mn-C 合金の引張り変形前 (焼鈍状態) の主応力分布。赤矢印は引っ張り、青矢印は圧縮を示し、数字の単位は MPa。



図8 Fe-Mn-C 合金の引張り変形したままの状態での主応力分布。

4.2 鉄基形状記憶合金の集合組織制御と形状記憶特性の向上

室温での変形後に約 400 で加熱することにより形状記憶効果を示す Fe-Mn-Si-Cr 合金の特性を向上させるために、高温で特殊な条件下で圧縮加工を施した。その加工に伴う集合組織の変化を、方位分布関数 (ODF) 等を用いて表示した結果を、図 9 に示す。これらの結果は、高温における低歪速度圧縮加工で、圧下率が増えたと RD と TD の間の方向の <011> 方位の集積度が高くなっていることを示している。

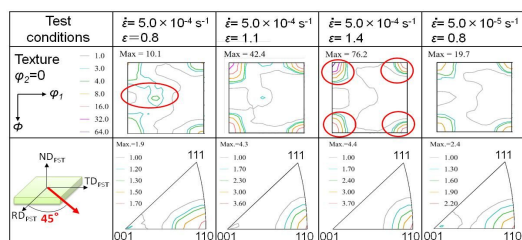


図 9 幾つかの条件下で高温圧縮加工した合金の集合組織 (上: ODF 表示、下: 逆極点図表示)

次に、これらの結果から幾つかの集合組織成分を抽出し、それらの圧下率に伴う変化をプロットした結果を、図 10 に示す。この結果によれば、真ひずみが 1 を超えると、Cube 成分の体積分率が著しく増大するのに対し、他の成分はそれほど増大していない。したがって、このような Cube 成分の多い試料に対し、RD と TD の間の 45° 方向から試料を切り出すと、引張り方向に <011> 方位の集積度が高い試料が得られることを示している。

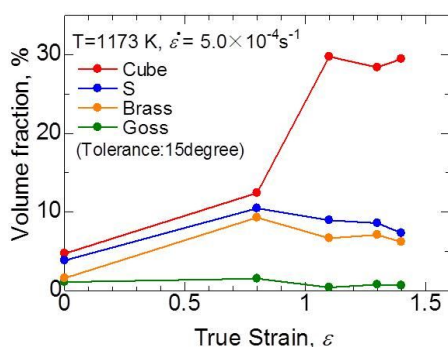


図 10 高温での圧縮変形に伴う集合組織成分の体積分率の相対的变化。

さらに、以上のような高温加工を施した試料の結晶粒の形態や結晶方位分布を調べるために、EBSD により各試料の IPF マップの観察結果を、図 11 に示す。これらの結果は、試料の圧縮方向の <011> 成分 (赤色部) が、高温加工の圧下度とともに増大しているこ

とを示している。また、図 11 では、<001> 方位を持つ結晶粒が、その周囲の結晶粒を侵食している様子が観察され、固音の荷重下において特異な動的な粒成長が起きていることを示唆されている。このような現象には、この合金における弾性的な異方性にも関係していると考えられる。

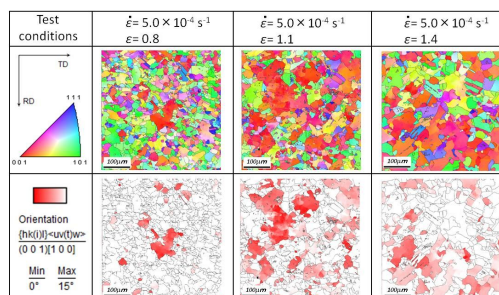


図 11 異なる条件下での高温圧縮変形に伴う集合組織の変化を IPF マップで表示。

以上のような高温圧縮加工した、RD、TD に <001> 方位が集積した合金素材から、図 9 に示すような 45° 方向に試料を切り出して、<011> 方位集積度が高い多結晶合金の試験片を作製した。それらを室温において異なるひずみだけ引張り変形を加えた後に約 400 で加熱し、形状回復率を測定した。図 12 は、それらの結果を示しており、通常多結晶の鉄基形状記憶合金の結果も示した。通常形状記憶合金では、約 8% の引張りひずみで、約 2% 程度の形状回復率であった。一方、ここで集合組織制御を施した合金では、約 3% 以上の形状回復率が得られた。

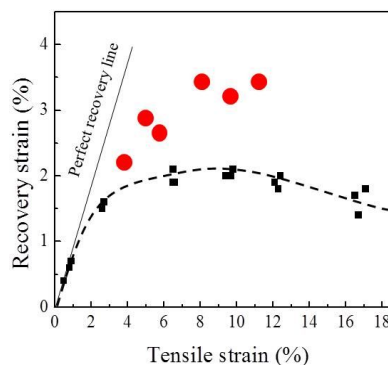


図 12 通常多結晶 Fe-Mn-Si-Cr 合金 (黒丸) および集合組織制御した同じ組成の合金 (赤丸) の形状回復率の変化。

本研究では、以上の成果と関連して、他の材料 (パーライト鋼等の二相合金、Fe-Ga 系磁歪合金等) についても、応力解析やミクロ構造解析等を行い、これらの合金の力学特性に及ぼす微視的な応力分配等の影響の重要性などについて明らかにした。

5 . 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

(雑誌論文)(計 10 件)

Y. Onuki, S. Fujieda, K. Shinoda, H. Ohtani T. Maruyama, S. Suzuki, Depletion Process of Manganese in Surface Layers of Fe-Mn-Si Shape Memory Alloys by Annealing, Defect and Diffusion Forum, 363, 196-201(2015)

S. Suzuki, R. Shishido, T. Tanaka, F. Abe, Characterization of the Inhomogeneous Distribution of Light Elements in Ferritic Heat-Resistant Steels by Secondary Ion Mass Spectrometry, ISIJ International, 54,885-892(2014)

S. Fujieda, S. Suzuki, A. Minato, T. Fukuda, T. Ueno, Growth of Fe-Ga Alloy Single Crystals by the Czochralski Method and Their Application to Vibration Power Generator, IEEE Trans. Magn., 50, 2505204 (2014)

S. Suzuki, E. P. Kwon, S.-I Tanaka, Characterization of Residual Stress Evolved in Iron-Based Shape Memory Alloys, Heat Treatm. Mat., 69, 89-96(2014)

S. Suzuki, S. Sato, K. Hotta, E. P. Kwon, S. Fujieda, K. Shinoda, K. Kajiwara, M. Sato, Microscopic Stress and Strain Evolved in a Twinning-Induced Plasticity Fe-Mn-C Steel, Advanced Materials Research, 996, 135-140 (2014)

S. Sato, K. Wagatsuma, M. Ishikuro, E. P. Kwon, H. Tashiro, S. Suzuki, Precise Characterization of Dislocations and Cementite in Pearlitic Steels at Different Drawing Strains Using X-ray Diffraction., ISIJ International, 53, 673-679(2013)

S. Sato, K. Wagatsuma, S. Suzuki, M. Kumagai, M. Imafuku, H. Tashiro, K. Kajiwara, T. Shobu, Relationship between Dislocations and Residual Stresses in Cold-Drawn Pearlitic Steel Analyzed by Energy-Dispersive X-ray Diffraction., Materials Characterization, 83, 152-160(2013)

S. Suzuki, E. P. Kwon, S.-I. Tanaka, Characteristic Evolution of Residual Stress in Shape Memory Fe-Mn-Si-Cr Alloys., Materials Science Forum, 768-769, 374-379 (2013)

E. P. Kwon, S. Sato, S. Fujieda, K. Shinoda, K. Kajiwara, M. Sato, S. Suzuki, Microscopic Residual Stress Evolution during Deformation Process of an Fe-Mn-Si-Cr Shape Memory Alloy Investigated using White X-ray Microbeam Diffraction, Materials Science and Engineering A, 570, 43-50 (2013)

E. P. Kwon, S. Fujieda, K. Shinoda, S.

Suzuki, Effect of Phosphorus on Microstructure, Mechanical Properties, and Formation of Retained Austenite in TRIP Steels, Key Engineering Materials, 508, 128-132(2012)

(学会発表)(計 20 件)

S. Suzuki, S. Sato, S. Fujieda, K. Shinoda, Kentaro Kajiwara, Masugu Sato, Characterization of microscopic stress and strain evolved in crystalline materials using synchrotron radiation, 7th French-Japanese joint workshop on FRONTIER MATERIALS, France, Nantes, (2014.12.8-2014.12.11)

R. Ukai, S. Fujieda, Y. Onuki, K. Shinoda, S. Suzuki, T. Fukuda, Effect of Co substitution on magnetostriction and Young's modulus of Fe-Ga alloys, The interdisciplinary research and global outlook (IRAGO) conference 2014, Japan, Tsukuba, (2014.11.6-2014.11.7)

佐藤成男, 我妻和明, 熊谷正芳, 田代均, 菖蒲敬久, 鈴木茂, 高温 X 線回折ラインプロファイル法による伸線加工パーライト鋼の転位回復の追跡, 日本鉄鋼協会 第 168 回秋季講演大会, 名古屋, (2014.9.24)

小貫祐介, 藤枝 俊, 鈴木 茂, 打越雅仁, 多結晶高純度鉄の引張変形における結晶回転と下部組織形成, 日本鉄鋼協会 第 168 回秋季講演大会, 名古屋, (2014.9.24)

小川ひろみ, 佐藤成男, 田代均, 鈴木茂, 石黒三岐雄, 我妻和明, 電解抽出分析法による伸線加工パーライト鋼のセメントイト分解挙動の解析, 日本鉄鋼協会 第 168 回秋季講演大会, 名古屋, (2014.9.24)

小貫祐介, 鶴飼竜史, 藤枝 俊, 篠田弘造, 鈴木 茂, 佐藤成男, 佐藤真直, 梶原堅太郎, 白色 X 線回折による Fe-Ga 系磁歪合金の局所応力測定, 日本鉄鋼協会 第 168 回秋季講演大会, 名古屋, (2014.9.24)

Y. Hirosaki, K. Kobata, S.Suzuki, H.Fukutomi, Texture control for improving shape recovery of iron based shape memory alloys, 17th International Conference on Texture of Material, Germany, Dresden, (2014.8.24-2014.8.29)

S.Sato, K.Wagatsuma, K.Sato, H.Ogawa, M.Kumagai, M.Imafuku, T.Shobu, H. Tashiro, S.Suzuki, Characterization of anisotropy of dislocation characteristics of cold-drawn pearlitic steel wires, 17th International Conference on Texture of Material, Germany, Dresden, (2014.8.24-2014.8.29)

K.Satoh, S.Sato, S.Suzuki, K. Wagatsuma, Changes of dislocation distribution in different texture components during recovery and recrystallization of cold-rolled sheets, 17th

International Conference on Texture of Material, Germany, Dresden, (2014.8.24-2014.8.29)

S. Suzuki, O. Taguchi, S. Fujieda, K. Shinoda, H. Ohtani, Depletion Process of Manganese in Surface Layers of Shape Memory Fe-Mn-Si alloys by Annealing, International Conference on Diffusion in Materials (DIMAT2014), Germany, Muenster, (2014.8.17-2014.8.22)

S. Suzuki, S. Sato, K. Hotta, S. Fujieda, K. Shinoda, K. Kajiwara, M. Sato, Microscopic Stress and Strain Evolved in a Twinning-Induced Plasticity Fe-Mn-C Steel, 9th European Conference on Residual Stresses, France, Troyes, (2014.7.7-2014.7.11)

鈴木茂, 藤枝俊, 湊明朗, 福田承生, 上野敏幸, 振動発電デバイス用 Fe-Ga 基合金単結晶の CZ 法による作製及びその磁歪特性, 日本学術振興会 結晶成長の科学と技術 第 161 委員会, 京都, (2014.5.9)

堀田孝治, 藤枝俊, 篠田弘造, 鈴木茂, Eui-Pyo Kwon, 佐藤成男, 佐藤真直, 梶尾堅太郎, 双晶変形を示すオーステナイト鋼における白色 X 線を用いた応力解析, 日本金属学会 2013 年秋期 (第 153 回) 講演大会, 金沢, (2013.9.17).

藤枝俊, 鈴木茂, 湊明朗, 福田承生, 振動発電デバイスへの応用に向けた Fe-Ga 合金単結晶の CZ 法による作製および評価, 日本金属学会 2013 年秋期 (第 153 回) 講演大会, 金沢, (2013.9.17)

鈴木茂, 藤枝俊, 湊明朗, 福田承生, CZ 法による Fe-Ga 基合金単結晶の育成およびその磁気的特性, 日本鉄鋼協会第 166 回秋期講演大会, 金沢, (2013.9.17)

堀田孝治, E. P. Kwon, 藤枝俊, 篠田弘造, 鈴木茂, 佐藤成男, 佐藤真直, 梶原堅太郎, 白色 X 線マイクロビームを用いた双晶誘起塑性鋼の微視的ひずみの評価, 日本鉄鋼協会第 165 回春季講演大会, 東京, (2013.3.27)

佐藤成男, 我妻和明, 鈴木茂, 田代均, 梶原堅太郎, 菖蒲敬久, 高エネルギー白色 X 線を利用したエネルギー分散型 X 線回折法による伸縮加工パーライト鋼内部の転移と残留応力分布解析, 日本鉄鋼協会, 東京都, (2013.3.27)

堀田孝治, Eui-pyo Kwon, 藤枝俊, 篠田弘造, 鈴木茂, 佐藤成男, 佐藤真直, 梶原堅太郎, 双晶変形を示す多結晶鉄基合金の引張による微視的不均一ひずみ, 日本金属学会東北支部大会, 仙台市, (2012.12.10)

佐藤成男, E. P. Kwon, 藤枝俊, 篠田弘造, 我妻和明, 梶原堅太郎, 佐藤真直, 鈴木茂, エネルギー分散型 X 線回折を組み合わせたラウエ回折測定による合金組織のイメージングと粒内・粒間応力分布解析, X 線分析討論会, 名古屋市, (2012.11.20)

熊谷正芳, 菊地拓哉, 今福宗行, 佐藤成男,

鈴木茂, 田代均, 白色 X 線マイクロビームを用いた伸縮加工パーライト鋼の相応力解析, 日本鉄鋼協会会秋季大会, 松山市, (2012.9.17)

〔図書〕(計 1 件)

鈴木茂, 鉄の辞典, 高純度鉄の材料物性、物理分析、朝倉書店, 368 ~ 373 (2014)

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 1 件)

名称: 鉄基形状記憶合金の製造方法、及び鉄基形状記憶合金

発明者: 福富 洋志, 鈴木 茂

権利者: 国立大学法人横浜国立大学、国立大学法人東北大学

種類: 特許

番号: 特願 2014 - 071544

出願年月日: 平成 26 年 3 月 31 日

国内外の別: 国内

〔その他〕

ホームページ等

<http://db.tagen.tohoku.ac.jp/php/db/view.php>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

鈴木 茂 (Suzuki Shigeru)

東北大学・多元物質科学研究所・教授

研究者番号: 40143028

(2) 研究分担者

福富 洋志 (Fukutomi Hiroshi)

横浜国立大学・工学研究院・教授

研究者番号: 90142265

(3) 研究分担者

今福 宗行 (Imafuku Muneyuki)

横浜国立大学・工学研究院・教授

研究者番号: 00183012

(4) 研究分担者

佐藤 成男 (Sato Shigeo)

茨城大学・理工学研究科・教授

研究者番号: 40509056

(5) 研究分担者

篠田 弘造 (Shinoda Kozo)

東北大学・多元物質科学研究所・准教授

研究者番号: 10311549

(6) 研究分担者

藤枝 俊 (Fujieda Shun)

東北大学・多元物質科学研究所・助教

研究者番号: 60551893