

技術論文

高エネルギーX線によるSUS304鋼のねじり変形過程の動的転位密度解析

High-energy X-ray Study of Dislocation Dynamics Under Torsion in SUS304 Steel

菅野 聡*
Satoshi SUGANO

米村 光治
Mitsuharu YONEMURA

抄 録

SUS304 鋼のねじり変形過程における転位挙動と加工誘起マルテンサイト変態を明らかにするため、高エネルギーX線回折その場測定を実施した。ラインプロファイル解析により変形中の転位密度および回折強度変化を定量評価し、電子顕微鏡観察と組み合わせでミクロ組織との相関を検討した。その結果、特徴的な転位密度変化が確認され、ねじり変形では一軸変形に比べ ε 相の形成が抑制されることを見出した。本知見は、変形メカニズム理解を深化させ、機械的性質評価や材料設計への展開が期待される。

Abstract

To elucidate the dislocation behavior and strain-induced martensitic transformation during torsional deformation of SUS304 steel, in-situ high-energy X-ray diffraction experiments were conducted. Line profile analysis enabled quantitative evaluation of the evolution of dislocation density and diffraction intensity during deformation, which was further correlated with microstructural characterization by electron microscopy. The results revealed distinct variations in dislocation density and demonstrated that ε -phase formation is suppressed under torsional loading compared with uniaxial deformation. These findings advance the understanding of deformation mechanisms in austenitic steels and provide a fundamental basis for the assessment of mechanical properties and the development of material design strategies.

1. 緒 言

鉄鋼材料は自動車や建築物に広く用いられる代表的な構造物であり、材料特性、コスト、リサイクル性などの観点から他材料と比べて極めて大きな市場規模を有する。構造物には荷重や衝突などによる損傷を防ぎ、人間の安全を守る役割があり、強度、延性、靱性といった力学特性の向上が重要課題である¹⁾。加えて、省エネルギー・CO₂排出削減の観点から環境性能も求められ、自動車用途では軽量化が鍵となる。このため高強度鋼材やプロセス技術の開発が進められており²⁾、インフラ分野では長期耐久性の確保も重要である。こうした多様な要求に応えるには、実環境下での変形・破壊現象を金属組織の観点から深く理解することが不可欠である。

実際の使用環境では、鉄鋼製品は引張や圧縮だけでなく、ねじりや曲げなど複雑な応力を受ける。例えば、自動車の駆動系やシートベルト固定部材には繰り返しトルクが作用

し、建築用鋼材には地震や荷重変動による複合荷重が加わる³⁾。このため、材料に生じるせん断変形を理解することが重要であり、特にその場でのねじり変形観測はミクロ構造変化を明確に捉える上で有効である。ねじりは回転対称なせん断応力を与えるため実験制御性に優れ、棒材ではひずみ分布が連続するため、複数ひずみ条件を同時に評価できる。また透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope: TEM) 観察や走査電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM) を用いた透過菊池線回折 (Transmission Kikuchi Diffraction: TKD) 等との組み合わせにより、転位組織や相変態、局所ひずみをマルチスケール・マルチモーダルに解析可能である。また、ねじり変形で得られる多軸応力状態により、通常の単軸引張変形では見えにくい転位密度分布や局所的なマルテンサイト変態挙動を捉えることができる。

近年、二次元ピクセル検出器を用いたその場観測技術の登場以来⁴⁾、放射光X線回折 (X-Ray Diffraction: XRD) を

* 先端技術研究所 解析科学研究部 兵庫県尼崎市扶桑町 1-8 〒660-0891

用いた測定技術が高度化し、応力・ひずみ状態の定量評価や相変態・欠陥挙動の解析へ応用が進んでいる。筆者らも熱間圧縮過程^{5,6)}や X 線自由電子レーザーによる超急速加熱冷却⁷⁾など多様な変形・熱履歴条件下におけるその場観測手法の高度化に取り組んできた。XRD は平均的な転位密度変化や相変態といったミクロ組織変化を同時に定量評価でき、ねじり変形観測にも適している。一方で、HPT (High Pressure Torsion) では適用例⁸⁾があるものの、通常のねじり変形へのその場 XRD 適用は未報告である。

本研究では、室温で加工誘起変態を示す準安定オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 に対して、高エネルギー XRD を用いたねじり変形中のその場観測を実施し、転位密度およびマルテンサイト変態の進行を定量評価した⁹⁾。さらに、中断材を用いた TEM や SEM-TKD によりその場観測結果の妥当性と対応関係を検証した。

2. 実験

2.1 測定試料

表 1 に供試材の化学組成を示す。SUS304 鋼は室温において準安定オーステナイト (γ) 相であり、冷間変形により加工誘起変態を生じることが知られている。XRD その場観測に使用した試料は日本産業規格 JIS G 4318:2016 に準拠した市販の冷間仕上げ SUS304 鋼棒材から作製した。試料形状は一般的なねじり試験片に準じて設計した。

ミクロ組織観察に用いる TEM および TKD 試料は、ねじり試験片から集束イオンビーム (FIB) 装置を用いて切り出し、作製した。観察に供したのは、ねじり未実施の As 材 (①)、破断まで変形させた試料 (⑥)、およびその場 XRD 観測と同一条件で、ねじり角 72° (②)、 552° (③)、 1032° (④)、 1395° (⑤) まで変形させた中断材の計 6 試料である。本研究では、X 線照射領域内の平均塑性せん断ひずみ $\bar{\gamma}$ を次式 (1) で定義する。

$$\bar{\gamma} = \frac{1}{S} \int_0^R \frac{4r^2 \theta \phi(r)}{L} dr \quad (1)$$

ここで、 r : 円柱断面における半径、 R : 変形部の最大半径、 θ : ねじり角度、 L : 変形部の長さ、 $\phi(r)$: X 線照射領域を表す関数、 S : X 線照射領域の面積である。

円柱試料が長手方向に様にねじれると仮定すると、せん断ひずみは半径方向に比例して分布する。この条件下で、X 線照射範囲内のせん断ひずみの面積平均として $\bar{\gamma}$ を定義し、各試料における変形量の指標とした。試料①～⑥は、それぞれ $\bar{\gamma}=0, 0.15, 1.2, 2.2, 2.9, 3.3$ に対応する。すべて

表 1 SUS304 鋼の化学成分
Chemical composition of the SUS304 steel

(mass%)							
C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Fe
0.08	0.27	1.35	0.035	0.023	8.17	18.33	Bal.

の試料について、変形部中央の円断面から測定用試料を採取した。ただし、破断材 (⑥) は中央部以外で破断が発生したため、破断面を機械研磨で整形した後、断面中央から試料を採取した。

2.2 測定

X 線回折その場観測は、SPRING-8 共用ビームライン BL13XU の第 2 ハッチにて実施した (図 1)。試験片には $2^\circ/\text{s}$ の速度で連続ねじり変形を負荷しつつ、単色 X 線を試験片に照射し、透過法により回折データを取得した。回折 X 線の検出には、公益財団法人高輝度光科学研究センターにより開発されたエネルギー閾値型 CdTe 二次元検出器を用いた¹⁰⁾。検出器の有効画素数は 191×201 、各ピクセルサイズは $200 \mu\text{m}$ 、カメラ長は 400 mm とし、測定 2θ 範囲は約 $4^\circ \sim 15^\circ$ に設定して低角および高角領域を分割測定した。露光時間 0.1 s で取得された二次元回折像は、Debye-Scherrer 環方向に積算し、ラインプロファイル化して解析した。また、変形時の加工発熱を低温用放射温度計により測温した。試験片のねじり負荷はステッピングモーターおよびコントローラで制御し、変形開始パルスを取りガー信号として検出器と同期させ、変形と同時にデータ取得が開始される実験系を構築した。

観測した各面指数の回折プロファイルは、擬 Voigt 関数によりフィッティングし、 γ 相の $\{111\} \sim \{422\}$ 面に対応する回折ピークの半値幅 (Full Width at Half Maximum: FWHM) を抽出して転位密度解析に使用した。また、装置による広がりの影響を除去するために、標準試料である LaB_6 (NIST 660c) の回折プロファイルを用いてデコンボリューションし実験値から装置関数の影響を補正した。さらに、加工誘起マルテンサイト (α') の発達を評価するため、 γ 相の $\{111\}$, $\{200\}$, $\{220\}$ 面および α' マルテンサイトの $\{111\}$, $\{200\}$, $\{220\}$ 面に対応する回折ピークの積分強度から、式 (2) に示す α' マルテンサイトの積分強度比 (A) を算出し、 α' マルテンサイトの体積分率の近似指標として使用した。

$$A = (I_{\alpha'110} + I_{\alpha'200} + I_{\alpha'211}) / (I_{\gamma110} + I_{\gamma200} + I_{\gamma220} + I_{\alpha'110} + I_{\alpha'200} + I_{\alpha'211}) \quad (2)$$

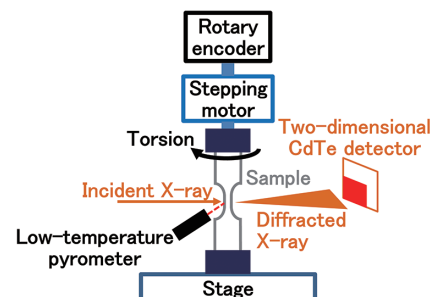


図 1 ねじり変形その場観測実験系概観
Schematic illustration of in-situ measurement during torsional deformation

TEM 観察には、日本電子製 JEM-210 PLUS を使用した。加速電圧 200kV で明視野像観察し、XRD によるマクロな平均転位密度とマイクロ組織を比較検討した。また、マイクロ組織の結晶方位および相情報を簡便に取得するため、FEI 製 Helios を用いた TKD 測定を実施した。測定領域は $5.5\mu\text{m} \times 6\mu\text{m}$ (走査間隔 50nm) とし、六角形格子パターンで結晶方位マップおよび相マップを取得した。

2.3 X 線ラインプロファイル解析

塑性変形を受けた金属では、転位導入により格子ひずみが生じ、小傾角粒界やセル構造といったドメイン構造が発達する。これらは XRD パターンにおいて、面指数依存性を持つピーク幅や形状変化として現れる。X 線ラインプロファイル解析 (X-ray Line Profile Analysis: XLPA) は、こうした回折ピークの形状を解析することで、転位密度や積層欠陥密度を分離・定量化する手法である。古典的手法として Williamson–Hall (WH) 法および Warren–Averbach (WA) 法が知られており、近年では弾性異方性を考慮した理論的展開が進んでいる。特に Ungár らの理論は、結晶方位に対する非等方的ひずみと転位のひずみ場との関係に基づき、回折線形状との対応を高精度に記述するものである¹¹⁾。この理論に基づく修正 WH (mWH) 法および修正 WA (mWA) 法を組み合わせた XLPA により、転位密度や転位性質 (ひずみ場の大きさ、転位の種類比) の定量的な評価が可能となった。

mWH の式は、式 (3) で示される。

$$\Delta K = \frac{0.9}{D} + \left(\frac{\pi M^2 b^2}{2} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot \rho^{\frac{1}{2}} K C^{\frac{1}{2}} + O(K^2 C) \quad (3)$$

ここで、 M と O は転位間距離に基づく定数、 b は Burger's ベクトル、 ρ は転位密度、 C は平均コントラスト因子である。また、mWA の式は、 R_e を転位の相互作用距離として式 (4) で示される。

$$\ln A(L) = \ln A^*(L) - \rho \cdot \frac{\pi b^2}{2} \cdot L^2 \cdot \ln \left(\frac{R_e}{L} \right) \cdot (K^2 C) + Q(K^4 C^2) \quad (4)$$

ここで、 L は Fourier 長、 $A(L)$ は Fourier 係数、 $A^*(L)$ は結晶子サイズに関する係数、 Q は高次項である。

3. 結果と考察

3.1 高エネルギー XRD その場観測

図 2 にねじり変形過程の XRD 強度の時間変化の一例を示す。変形開始前の試料は面心立方 (Face-Centered Cubic: FCC) 格子の γ 単相であり、変形初期には γ 相の $\{111\} \sim \{220\}$ 面の回折ピークのみが観測された。変形の進行に伴い、塑性ひずみが蓄積される。これらの回折ピークの FWHM が広がり、同時に体心立方 (Body-Centered Cubic: BCC) 格子の α' マルテンサイトに対応する $\{110\} \sim \{211\}$ 面の回折ピークが出現し、その強度は変形の進行とともに増大した。一方で、SUS304 鋼における引張その場観測¹²⁾

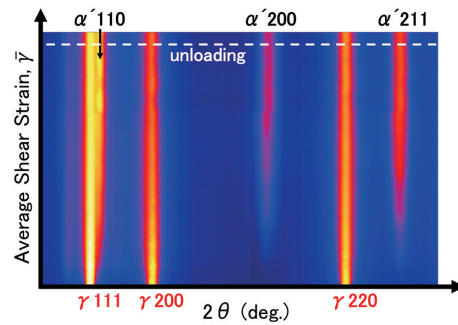


図2 ねじり変形過程の回折プロファイル変化
Line profile changes associated with torsional deformation

および冷間圧縮その場観測¹³⁾ など一軸応力下で確認された六方最密 (Hexagonal Close-Packed: HCP) 格子の ϵ 相は、本研究におけるねじり変形の多軸応力下では検出されなかった。 ϵ 相は準安定オーステナイト鋼の加工誘起 α' 変態における中間相として知られており、主として積層欠陥の導入により γ 相中に形成される。その形成には、材料の積層欠陥エネルギーや変形温度が大きく影響する¹⁴⁾。しかしながら、 ϵ 相が観測された冷間圧縮試験と本研究のねじり変形では、いずれも JIS 規格に基づいて化学成分を調整された市販の SUS304 鋼が用いられており、積層欠陥エネルギーに有意な差異は無い。また、本試験における変形速度は小さく、低温用放射温度計で実測した加工発熱に因る温度上昇も軽微 (約 1.5mJ, 最高温度約 50℃) であったため、変形温度の影響も限定的であると考えられる。

以上から、本研究における ϵ 相の形成抑制は、荷重の状態、すなわち一軸応力 (引張・圧縮) と多軸応力 (ねじり) の違いに起因する可能性が高い。すなわち、変形様式の相違が、加工誘起相変態の進行経路に与える影響を示唆している。なお、 ϵ 相抑制は、過去の HPT 加工に関する研究でも報告されており¹⁵⁾、圧力の有無に関わらず SUS304 鋼のねじり変形において共通して観察される現象であると考えられる。本現象を変形時のすべり系の活動および積層欠陥導入の観点から考察すると、一般に FCC 格子を有する金属材料においては、引張や圧縮などの一軸応力下では、Schmid 因子が最大となるすべり系から優先的に活動し塑性変形が開始する。変形が進行すると、一次すべりによって結晶が主応力方向とすべり方向が一致するように回転し、これに伴い別のすべり系 (二次すべり系) も活動を開始する。この一次すべり系が優勢な段階では、特定の結晶面内のすべりが支配的であり、積層欠陥の導入が促進されることで ϵ 相が形成しやすい状態となる。一方、ねじり変形のように多軸応力が作用する場合には、すべりは単一の結晶面内に限定されず、せん断変形を伴う複数のすべり系が同時に活動する。これにより、面内すべりの寄与が相対的に小さくなり、積層欠陥の導入が抑制される。したがって、多軸応力下であるねじり変形においては、 ϵ 相の形成が抑制されると推察される。

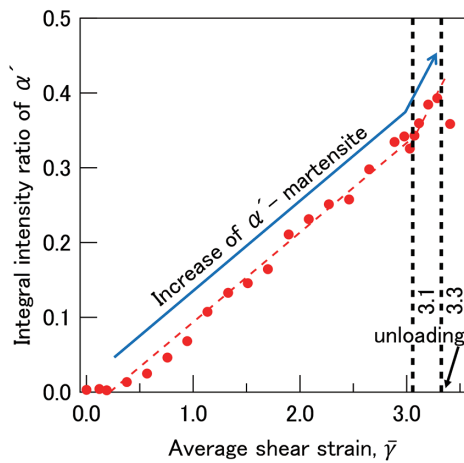


図3 ねじり変形過程の加工誘起 α' マルテンサイトの積分強度比の変化

Change in the integrated intensity of the α' -martensite during torsional deformation

次に、図3にねじり変形を加えた際に得られた α' マルテンサイトの回折ピークに基づく積分強度比の変化を示す。図中の黒色破線 ($\bar{\gamma}=3.3$) は、積分強度比の増加が減少した時点に対応しており、試料の破断に伴う応力緩和が生じたと推察される平均せん断ひずみ $\bar{\gamma}$ を示す。回折データは、取得した二次元回折像を Debye-Scherrer 環方向に積算し、得られたラインプロファイルから積分強度比を算出したものであり、この比はおおよそ各相の体積分率に対応すると解釈できる。図中の破線は実験値に対する近似直線を示す。実験結果より、 α' マルテンサイトの積分強度比は、ねじり変形の進行に伴いほぼ直線的に増加し、 $\bar{\gamma}=3.0$ で積分強度比は約0.33に達した。その後、破断直前において積分強度比が急激に増加し、 α' マルテンサイトの急速な生成が確認された。この現象は、X線照射領域がき裂発生位置に近接していたこと、および応力集中により局所的に相変態が促進されたことに起因すると考えられる。加工誘起 α' マルテンサイトは応力集中領域で優先的に生成される傾向があり、本試験片においても破断部付近での局所的な断面収縮によりトルクが低下し、応力がき裂先端に集中した結果、同領域における相変態が顕著に進行したと推察される。

図4に、ねじり変形した際に得られた γ 相中の転位密度変化を示す。図中の赤色破線は、測定値に基づき近似した転位密度変化を表している。また、黒色破線は、転位密度が顕著に変化した $\bar{\gamma}=0.3$ および $\bar{\gamma}=2.4$ を示しており、 $\bar{\gamma}=3.1$ では、き裂発生での応力緩和に因ると推察される転位密度の低下が観られた。XLP Aの結果、変形初期における α' マルテンサイトの生成はほとんど認められなかった。このことから、本試験片は冷間仕上げされた市販棒材から機械加工によって作製されているものの、加工履歴の影響は限定的であると判断される。したがって、変形前に観察された γ 相中の初期転位密度(約 $7 \times 10^{13}/\text{m}^2$)は、棒材製造時に γ 単相域で施された熱間加工に起因するものと推察される。

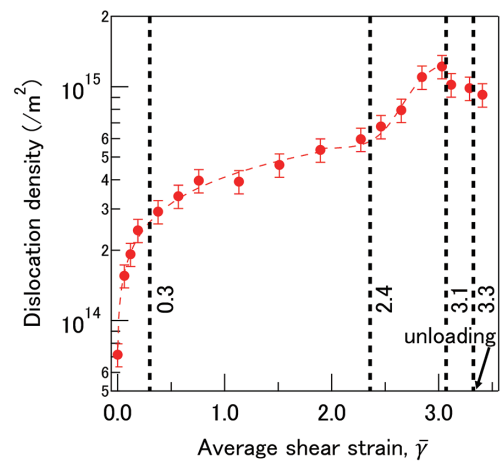


図4 ねじり変形過程の γ 相の転位密度変化
Change in the dislocation density of the γ phase during torsional deformation

変形開始直後、低ひずみ領域($\bar{\gamma} \leq 0.3$)では加工硬化により転位密度が急激に増加し、その後は緩やかに上昇する傾向が観察された。この挙動は、冷間加工に伴う典型的な転位導入機構と整合し、塑性変形が主として転位運動によって担われていることを示唆している。一方、高ひずみ領域においては、転位密度の増加傾向が一時的に停滞するものの、ある臨界ひずみ($\bar{\gamma}=2.4$)を超えると再び急激な増加に転じるという非線形的な変化が確認された。このような二段階的な転位密度の発展挙動は、二次すべりの活性化や局所的な組織変化、あるいは加工誘起型の α' マルテンサイト変態との相互作用による可能性があり、その詳細な機構解明には今後の検討が必要である。

3.2 TEM/TKD 測定による組織観察

図5に、ねじり変形を中断した各試料のTEM明視野像を示す(図中番号は2.1節の試料番号に対応)。(1)($\bar{\gamma}=0$)では、製造過程由来のミクロ組織が観察され、特徴的な転位組織や変形双晶は認められなかった。(2)($\bar{\gamma}=0.15$)では、積層欠陥のコントラストが一部観察された。(3)($\bar{\gamma}=1.2$)では、幅 $1\mu\text{m}$ 超の焼鈍双晶と推定される直線状組織の内部に、幅約 50nm の変形双晶とみられるミクロ組織が確認された。転位密度の増加がXRDで示唆される一方で、明瞭な転位セル形成は見られず、転位のタングルが主体であった。(4)($\bar{\gamma}=2.2$)では、変形双晶の発達とともに初めて明瞭な転位セル構造が観察され、XRDによる転位密度急増と整合した。(5)($\bar{\gamma}=2.9$)では、さらに微細なラメラ状組織が確認された。X線解析では破断後に転位密度の減少が示唆されたが、TEMでは明瞭な転位の減少は確認されず、高い転位密度が保持されているようにみえる。

さらに、(3)($\bar{\gamma}=1.2$)に対して、ミクロ組織の詳細観察を目的にTKD測定を実施した。図6に結晶の規則性や欠陥分布を可視化可能なバンドコントラストマップ(a)、結晶相マップ(b)、逆極点図(Inverse Pole Figure: IPF)マップ(c)

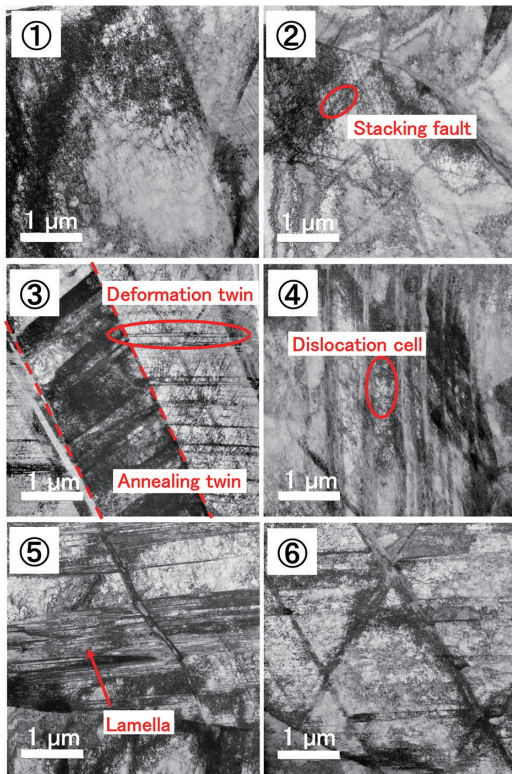


図5 ねじり中断材のTEM明視野像

Bright-field TEM images of specimens interrupted during torsional deformation

を示す。TEM との同一視野を観察しているが、観察面は反転している。斜め方向に延びた幅広の直線状境界は、 $\langle 111 \rangle$ を共通回転軸として $60 \pm 10^\circ$ の回転関係を持つ焼鈍双晶であると同定された。一方、それと交差する微細な直線状境界も同様に双晶関係を示し、変形双晶であると判断された。また、双晶近傍には BCC が一部確認され、加工誘起 α' と考えられる。これは先行研究と一致する知見である¹⁴⁾。なお、hcp- ϵ 相は本測定でも検出されなかった。結晶相マップの黒い領域は、ひずみによる回折パターンのひずみや相重複によるインデックスエラーに起因すると推定される。

本研究により、ねじり変形に伴い転位密度は二段階で増加し、変形双晶の発達と加工誘起 α' マルテンサイトの局所的生成を確認した。これらのマイクロ組織変化は加工硬化を促進し強度向上に寄与する一方、過度な転位集積や相変態は応力集中を引き起こし、加工性の低下やき裂発生リスクを高める。特に α' マルテンサイトの急速な生成は延性低下を招く可能性が高い。これらの知見は、高強度かつ加工性に優れた鉄鋼材料の設計・加工条件の最適化に寄与する基盤的な指針となる。

4. 結 言

SUS304 鋼を用いた高エネルギー二次元 X 線回折によるねじり変形過程のその場観測により、加工誘起相変態および転位密度変化を明確に評価した。得られた結果は、

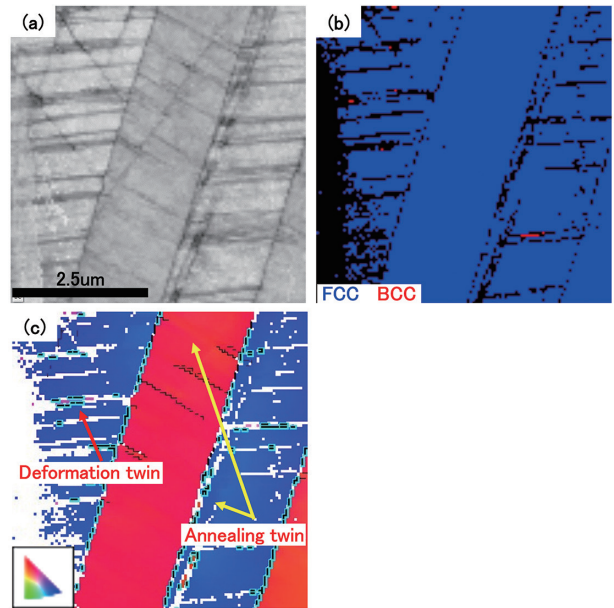


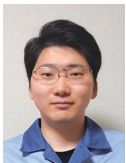
図6 $\bar{\gamma}=1.2$ ねじり中断材のTKDマップ
(a) バンドコントラストマップ、(b) 結晶相マップ、(c) 逆極点図マップ
TKD maps of the specimen interrupted at $\bar{\gamma}=1.2$ of torsional deformation
(a) Band contrast map, (b) Phase map and (c) IPF map

TEM/TKD による中断材のマイクロ組織観察とも整合し、引張・圧縮の一軸変形とねじり変形における転位導入および相変態挙動の差異を定量的に示した。本研究は、実用上重要なせん断変形をその場観測により可視化した点で意義深く、鉄鋼材料の変形挙動理解を深化させるとともに、製品特性の高精度な予測や構造材料の高度化に資する知見を提供する。今後は、ねじり試験片の中心部と表面における組織変化やねじり疲労試験データの蓄積を通じて、カーボンニュートラルやものづくり DX に対応した構造材料の高性能化および設計精度向上といった実用的な材料開発への展開が期待される。

参考文献

- 1) NEDO 技術戦略研究センターレポート：TSC Foresight. 25, 構造材料分野. (2018)
- 2) 上西朗弘：日本製鉄技報. (412), 8 (2019)
- 3) 半谷公司 ほか：日本製鉄技報. (420), 117 (2023)
- 4) Yonemura, M. et al.: Mater. Trans. 47, 2292 (2006)
- 5) Yonemura, M. et al.: Metal. Mater. Trans. A 56, 1193 (2025)
- 6) 菅野聡 ほか：SPRING-8/SACLA 利用研究成果集. 12 (1), 45 (2024)
- 7) Yonemura, M. et al.: Sci. Rep. 9, 11241 (2019)
- 8) Kerber, M.B. et al.: Adv. Eng. Mater. 23, 2100159 (2021)
- 9) 菅野聡 ほか：SPRING-8/SACLA 利用研究成果集. 13 (5), 351 (2025)
- 10) 豊川秀訓, 兵藤一行：放射光学会誌. 22, 256 (2009)
- 11) Ungár, T., Borbely, A.: Appl. Phys. Lett. 69 (21), 3173 (1996)

- 12) Hatano, M. et al.: Philos. Mag. Lett. 96 (6), 220 (2016)
- 13) 米村光治 ほかに: SPring-8/SACLA 利用研究成果集. 10 (2), 215 (2022)
- 14) Das, A., Tarafder, S.: Inter. J. Plastic. 25, 2222 (2009)
- 15) 原口大佑 ほかに: 日本金属学会 2014 年秋期 (第 155 回) 講演大会. 愛知, 2014-9, 公益社団法人日本金属学会



菅野 聡 Satoshi SUGANO
先端技術研究所 解析科学研究部
兵庫県尼崎市扶桑町1-8 〒660-0891



米村光治 Mitsuharu YONEMURA
先端技術研究所 主席研究員
リーディングリサーチャー 博士(工学)