



## 加工誘起マルテンサイトのシンクロトン光による評価

杉本貴紀<sup>1</sup>、杉山信之<sup>1</sup>、野本豊和<sup>1</sup>、中尾俊章<sup>1</sup>、清水彰子<sup>2</sup>、山口梨斉<sup>2</sup>

<sup>1</sup> あいち産業科学技術総合センター 共同研究支援部

<sup>2</sup> あいち産業科学技術総合センター 産業技術センター

### 1. 背景と研究目的

オーステナイト系ステンレス鋼は、面心立方構造（fcc）で本来非磁性であるが、深絞りや曲げ加工といった冷間加工によって体心立方構造（bcc）／体心正方構造（bct）であるマルテンサイト相が誘起されると、若干の磁性を帯びる。金属加工業の現場では、磁性を帯びるとオーステナイト系ステンレス鋼ではない可能性を指摘され、しばしば問題になる。しかしながら、誘起される相が中間相で微細結晶であるために、その詳細はまだ未解明な点がある。そこで、引張加工した4種のステンレス鋼についてシンクロトン光及び汎用装置によるX線回折測定を行い、材種・加工度とマルテンサイト相の関係を調べることを目的とした。

### 2. 実験内容

試料には、一般的なオーステナイト系ステンレス鋼であるSUS304、SUS304L、SUS316、SUS316Lの板材を用い、ダンベル試験片を作製した。これらの試験片を、引張試験機を用いて速度5 mm/minで引張加工し、伸び0%、24%、47%及び破断（67～79%）の試料を作製した（図1）。

BL8S1において、それぞれの試料中央部のX線回折測定を行った。シンクロトン光の波長は1.353 Åとし、検出器にシンチレーションカウンタを用いて、 $2\theta = 35^\circ \sim 90^\circ$ の範囲で測定を行った（所要時間約5分）。比較として、同じ試料を汎用のX線回折装置により測定した。X線波長は1.540 Å（Cu K $\alpha$ ）、シンチレーションカウンタを用いて $2\theta = 40^\circ \sim 110^\circ$ で約20分の測定を行った。



図1 試験片概観  
(SUS304)

### 3. 結果および考察

代表的な例として、SUS304のシンクロトン光及び汎用装置によるX線回折測定結果を図2に示す。BL8S1では、バックグラウンドのノイズが極めて小さく、回折ピークが明瞭に得られた。伸び0%の試料では、体心立方構造（bcc）の小さな回折ピーク（▼印）が回折角 $39^\circ$ （110反射）、 $71^\circ$ （211反射）付近にみられた。これは、SUS304の板材の製造過程で、圧延等によりマルテンサイト相がわずかながら加工誘起されたことを示唆するものである。また、伸び24%、47%、79%（破断）と引張加工が強くなるにつれて、回折角 $39^\circ$ （110反射）、 $56^\circ$ （200反射）、 $71^\circ$ （211反射）付近のbccの回折ピークが高くなった。これは、引張加工によって誘起されたマルテンサイト相が多く

なったことを定性的に示している。さらに、回折角  $39^{\circ}$  (110 反射) 付近の bcc の回折ピークの左隣には、回折角  $37^{\circ}$  (111 反射) 付近に母相であるオーステナイト相の回折ピーク (●印) がみられるが、これら隣接する 2 つの回折ピークが明瞭に分離された。

汎用装置で得られた回折パターンは、バックグラウンドのノイズが大きく、回折ピークも不明瞭で十分な強度が得られなかった。回折角  $45^{\circ}$  (110 反射) 付近の bcc の小さな回折ピークは、伸び 0%、24% の試料では確認できなかった。また、回折角  $65^{\circ}$  (200 反射)、 $83^{\circ}$  (211 反射) 付近の体心立方構造 (bcc) の回折ピークはいずれの試料でも確認できなかった。これは、マルテンサイト相が汎用装置では検出できない程度だったと推察される。さらに、回折角  $45^{\circ}$  (110 反射) 付近の体心立方構造 (bcc) の回折ピークの左隣には、回折角  $43^{\circ}$  (111 反射) 付近に母相であるオーステナイト相の回折ピーク (●印) がみられるが、これら隣接する 2 つのピークは、何とか分離できたという程度であった。

従って、BL8S1 を用いた X 線回折測定では、加工誘起されたマルテンサイト相が汎用装置よりも微量まで検出でき、隣接するピークも明瞭に分離できた。

次に、BL8S1 で得られた回折パターンから、WPPF (Whole Powder Pattern Fitting) 法により算出したマルテンサイト相の割合を図 3 に示す。SUS304 では、伸びの増加とともにマルテンサイト相の割合が増えたが、SUS304L、SUS316 では伸び 40% 付近までマルテンサイト相の割合は変化せず、伸び約 70% (破断時) に大きくなった。SUS316L では、伸びが増えてもマルテンサイト相の割合はほとんど変化しなかった。これらのことから、今回の試験の範囲では、加工誘起マルテンサイト相が SUS304 で生じやすく、SUS304L と SUS316 が同等、SUS316L で生じにくいといえる。

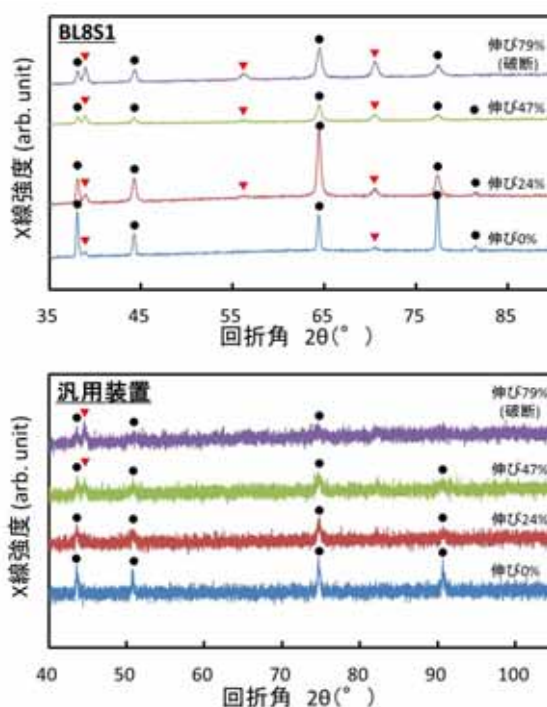


図2 SUS304 の X 線回折測定結果

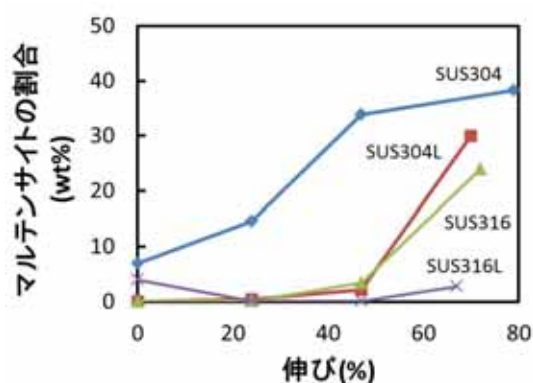


図3 マルテンサイト相の割合