SHONAN INSTITUTE OF
TECHNOLOGY JOURNAL
Vol. 57, No. 1, 2023

準安定オーステナイト系ステンレス鋼の塑性ひずみ誘起マルテンサイト変態に伴う非線形音響特性，磁気特性と結晶方位差の変化

大谷　俊博*

Changes in Nonlinear Acoustic and Magnetic Properties and Crystal Misorientation during Plastic Strain-Induced Martensitic Transformation in a Metastable Austenitic Stainless Steel

Toshihiro OHTANI

Abstract:
We studied the correlation between the evolutions of non-linear acoustic and magnetic properties and local misorientation on strain-induced martensitic transformation (SIMT) behavior in SUS 304 metastable austenitic stainless steel during tensile test. Two nonlinear acoustic characterizations; resonant frequency shift and high harmonic components with electromagnetic acoustic resonance (EMAR), parameters in magnetic hysteresis loops were measured. Furthermore, the evolution of microstructure was observed with electron backscatter diffraction (EBSD) was examined. EMAR is a contactless resonant method with an electromagnetic acoustic transducer (EMAT). This method enables not only to measure exact ultrasonic attenuation of measured sample but also to eliminate nonlinear acoustic effect between the sample and transducer. We used two type of axial SH wave EMATs, which transmit and receive axially polarized shear wave along a cylindrical surface of a circular rod, for ferromagnetic and non-ferromagnetic materials. The changes in non-linear acoustic and magnetic properties have good correlations with microstructural observations. They successfully capture SIMT behavior in a metastable austenitic stainless steel.
Keywords : Metastable austenitic stainless steel, Strain-induced martensitic transformation, Non-linear acoustics, Magnetics, EBSD, EMAR

要旨:
本研究の目的は，準安定オーステナイトステンレス鋼SUS304の引張試験中のひずみ誘起マルテンサイト変態（SIMT）に伴う非線形音響特性・磁気特性の変化と局所方位差の相関関係を明らかにすることである．ここでは，電磁超音波共鳴(EMAR)を用いた2つの非線形音響特性:共鳴周波数の振幅依存性と高調波成分の振幅，及び磁気ヒステリシスループより磁気特性を測定した．また，電子後方散乱回折(EBSD)を用いて，微細構造の変化を観察した．EMARは，非接触で超音波を送受信できる電磁超音波探触子(EMAT)に超音波共鳴法を適用した方法である．この方法は，測定試料の超音波減衰を正確に測定できるだけではなく，試料と音波探触子の間の非線形音響効果がないという特長を有する．本研究では，丸棒の円周方向に沿って軸方向に偏向するせん断波を送受信する2種類の軸対称SH波EMATを，強磁性体と常磁性体に対して使用した．非線形音響特性および磁気特性の変化は，微細構造観察と良い相関があった．また，これらの特性は，準安定なオーステナイト系ステンレス鋼のSIMT挙動を捉えることに成功した．

キーワード： 準安定オーステナイトステンレス鋼，ひずみ誘起マルテンサイト変態，非線形音響特性，磁性，EBSD，EMAR.

1. 緒　　言

オーステナイト系ステンレス鋼は高温強度，耐酸化性に優れ，火力や原子力プラントの構造部材として使用されている[1]．　これら構造物の設計，安全確保のためには，構成する材料の強度を知ることは最も重要なことである．そして非破壊的な評価技術が不可欠であり，簡便かつ有効な評価方法が求められている．ステンレス鋼の一種である準安定オーステナイト系ステンレス鋼は無負荷状態で面心立方構造(fcc)のオーステナイト相(γ相)の常磁性体である．しかし塑性変形されるとγ相の一部が体心正方(bct) 構

*湘南工科大学　工学部　機械工学科　教授

造のマルテンサイト相(α'相)に変態し，強磁性体となる[(2)-(5)]. このような変態をひずみ誘起マルテンサイト変態 (Strain Induced Martensitic Transformation; SIMT)と呼ぶ. これまで,この変態後の組織について走査型電子顕微鏡(SEM)[(6)], 透過型電子顕微鏡(TEM)[7), X 線回折[(6),(8),(9)], 電子後方散乱法(electron backscatter diffraction :EBSD)[(8),(10)]を用いて研究されてきた[(11)]. また磁気特性[(9),(12),(13)]や超音波[(14)]を用いた非破壊的な評価も行われてきた.

本研究では, 引張試験中の変形(弾性変形も含む)によるひずみ誘起マルテンサイト変態の変化を，転位など材料微細組織の変化に従来の線形超音波特性より敏感である非線形超音波特性[(15),(16)], 磁気特性および EBSD 法による結晶方位差からマルチフェイズで捕えることを目的とした. 本研究では非線形超音波法に電磁超音波共鳴法 (Electromagnetic Acoustic Resonance: EMAR 法) [(17)]を適用した. EMAR 法は, 非接触で超音波を送受信できる電磁超音波探触子(Electromagnetic Acoustic Transducer: EMAT) [(16)]を共鳴測定に適用した計測法で, 接触に伴う非線形効果がないという特長を有する. また, 用いた EMAT は, 常磁性材料体用(SIMT 前用)と強磁性材料体用(SIMT 後用)の 2 種類の軸対称 SH 波(horizontally polarized shear wave) EMAT[(17)]である. その EMAT は丸棒の軸方向に偏向しながら円周方向に SH 波を送受信する探触子である. 非線形超音波法では, 一般に次のような非線形音響特性 ①高調波の発生,②分調波の発生, ③共鳴周波数の移動, ④非線形 3 波相互作用の観察から評価をしている[(15),(16)]. そこで,本研究では, EMAR 法を用いて準安定オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 の丸棒の引張試験中の 2 つの非線形超音波量: ①高調波の発生と③非線形超音波スペクトロスコピー(Nonlinear Resonant Ultrasound Spectroscopy: NRUS) 法による振幅依存性による共鳴周波数の移動[(18)], 磁気ヒステリシス曲線から磁気特性[(19)]と EBSD 法を用いた局所方位差による微細組織の変化との関係を明らかにした[(20)].

2. 実 験 方 法

2.1 供試材

市販の SUS304 丸棒を溶体化処理(1283K,0.5h 保持後, 水冷)したものを供試材として用い, Fig.1 に示す丸棒引張試験片(ゲージ部:直径ϕ14 mm, 長さ 80 mm)を複数本作製した. Table1 に化学成分を示す. 室温での機械的性質は 0.2%耐力:298 MPa, 引張強さ: 678MPa であった. その丸棒試験片を用いて破断まで引張試験を行い, その後他の試験片で異なる引張ひずみ(ε)まで荷重をかけ, 除荷した途中止め引張試験片を作製した. Fig.2 に途中止め引張試験の条件を示す. 降伏点手前(ε=0.09%), 降伏点(σ_y: ε=0.18%), 降伏点と引張強さの間の 4 点
(ε=2.78, 11.45, 19.08 , 26.78%), 引張強さ(σ_B: ε=50.08%)で途中止めをしている. 図中の○が途中止め点である. 超音波計測および磁気特性は除荷後実施した.

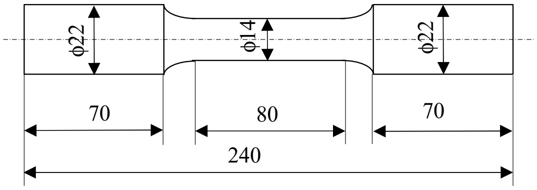


Fig. 1 Geometry of specimen.

Table 1 Chemical composition of sample (Wt%).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.05	0.33	1.32	0.037	0.026	8.01	18.21

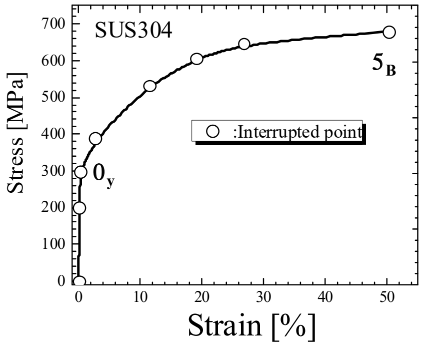


Fig.2 Interrupted strain-stress condition in tensile test for SUS304 austenitic stainless steel.

2.2 非線形超音波特性の計測

本研究で用いた軸対称 SH 波 EMAT の概略図および作動原理を Fig.3 および Fig.4 に示す[(17)]. 軸対称 SH 波は, 円柱や円管の外表面を軸方向に偏向しながら, 周方向に伝播する表面 SH 波である. Fig.3 はローレンツ力を利用して常磁性体に, Fig.4 は磁わい効果を利用し強磁性体に, それぞれ軸対称 SH 波を送受信する. Fig.3 のローレンツ力を利用した場合，半

径方向の静磁場を与える 1 対の永久磁石と軸方向に変動磁場を与えるソレノイドコイルから構成されている． Fig.4 の磁わい効果を利用した場合は，軸方向の静磁場を与えるソレノイドコイルと円周方向に変動磁場を与える蛇行コイルから構成されている．SH 波が伝播し，ソレノイドコイル(Fig.3 参照)または蛇行コイル(Fig.4 参照)の下を通る度に同じコイルによって受信される．周波数を掃引して受信信号の振幅を測定すると複数の共鳴ピークが観測できる．共鳴周波数は,

$$NJ_N\left(kR\right) - kRJ_{N+1}(kR) = 0 \qquad (1)$$

で決定される[17]．ここで，N は磁石の対数(N=1, Fig.3 参照)または蛇行コイルのターン数(N=48, Fig.4 参照), J_N は N 次の第 1 種ベッセル関数, R は丸棒の半径，k は波数である．波数 k は，m 次の共鳴周波数 $f_m^{(N)}$ と横波の音速 V の関係から $k=2\pi f_m^{(N)}/V$ で表される． Fig.5 に強磁性体(SIMT 後)と常磁性体(SIMT 前)で測定した共鳴スペクトルの例を，Fig.6 に，式(1)から解析的に求めた各 1 次, 2 次共鳴モードにおける半径方向の音響エネルギー分布を示す．共鳴スペクトルの周波数帯は異なるが, 1 次の共鳴モードでは, 試料表面だけが振動し, 高次の共鳴モードになるにしたがって振動領域は内部へ移る[17]． N の大きいほど,音響エネルギーは試料表面に集中する[17]．詳しい作動原理については，参考文献[17]を参照のこと．

EMAR を用いた共鳴周波数の振幅依存性の変化と高調波成分の振幅計測を以下に述べる．共鳴周波数の振幅依存性の計測には NRUS 法（Nonlinear Resonant Ultrasound Spectroscopy)[18]により，比較的低振幅から試料を加振しながら，ひずみ振幅の周波数依存性を調べる．相対的な周波数の移動量を観察することで，材料内部の微細組織の変化の計測が可能になる．本研究では，測定する際の駆動電圧を 10%から 100% (160$V_{p\text{-}p}$~1600 $V_{p\text{-}p}$)の間で測定し，共鳴周波数シフト量 Δf を振幅に依存しない共鳴周波数 f_0 で除した $\Delta f/f_0$ を NRUS 法における非線形超音波量として定義している[18].

高調波成分の測定方法においては, EMAT を共鳴周波数 f で駆動し，測定した振幅を基準振幅 A_1 とする．次に入力電力を保持したまま，$f/2$ の周波数で EMAT を駆動する，この条件では共鳴条件を満たしてはいないが, 非線形効果によって $f/2$ の 2 倍の周波数成分(f)は共鳴し，その時の振幅を 2 次高調波の振幅 A_2 とする [20]． 2 次高調波の振幅は基本波の 1/30 以下の振幅になっている． 同様に，測定した 2 次高調波の振幅を A_3 とした．本研究では，2 次高調波による非線形超音波量を A_2/A_1，3 次高調波のものを A_3/A_1 とした[21],[22]．測定にはスーパーヘテロダイン位相検出器を搭載した RITEC RAM5000-SNAP を使用した．

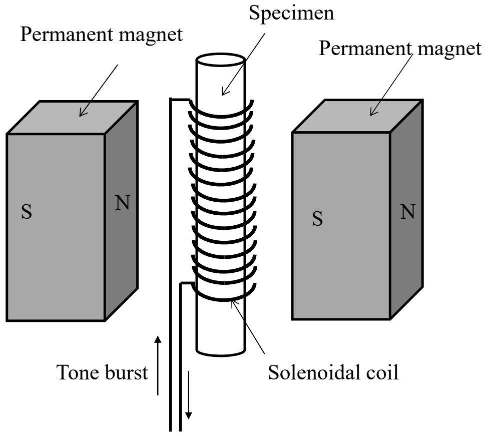


Fig.3 Axial-shear-wave EMAT consisting of a pair of permanent magnets and a solenoidal coil surrounding the cylindrical surface. The Lorentz force causes the axial surface SH wave.

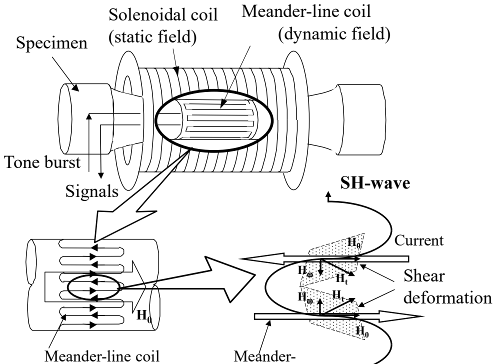


Fig. 4 Axial-shear-wave EMAT consisting of a solenoid coil and a meander-line coil surrounding the cylindrical surface. The magnetostrictive mechanism causes the axial surface SH wave.

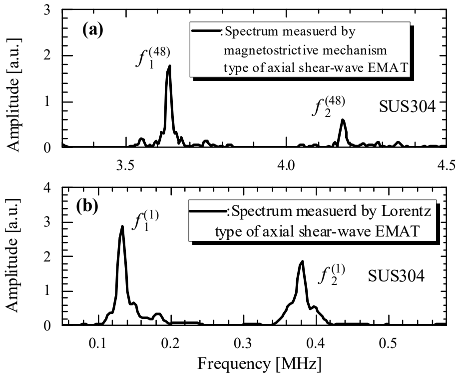


Fig.5 Measured resonant spectrums for SUS 304 tensile specimen with 7-mm diameter measured by (a) magnetic mechanism type of axial shear wave EMAT and (b) Lorentz type of axial shear wave EMAT.
.

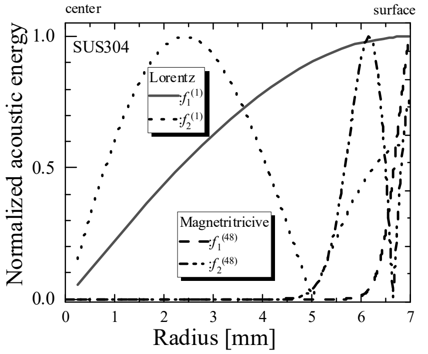


Fig. 6 Radial distribution of the axial-shear-wave energy for the lowest modes at N=1, 48 in SUS304 tensile specimen with 7-mm diameter.

2.3 磁気特性の計測

磁気測定は，試験片のゲージ部の軸方向に 5mm 間隔で B-H ループ(磁気ヒステリシス曲線)を測定した(19)．Fig.7 に磁気特性計測システムの模式図を示す．純鉄の U 字ヨークに磁励コイル N_1=120 巻き，検出コイルを N_2=40 巻きした磁気プローブを使用した．磁励コイルには，バイポーラ電源から 0.5Hz の三角波電流 I を流し，検出コイルに発生した電圧 V_B をアンプ(60dB)とフィルター(40Hz ローパスフィルター)を通し，AD 変換器(16 ビット)を経由してパソコンに取り込む． LabVIEW で自作したプログラムを用いて，次式の磁束密度 B と磁場 H を算出し，B-H ループを求めた．

$$B = (1/N_2 S)\int V_B dt \tag{2}$$

$$H = (N_1/L)I = (N_1/L)(V_H/R) \tag{3}$$

ここで磁路長 L=30mm，ヨーク断面積 S=9mm²，V_H は励磁コイルに直列に接続した抵抗器の両端の電位差．また，各試験片の B-H ループから保磁力(磁化された磁性体を磁化されていない状態に戻すために必要な反対向きの外部磁場の強さ)と残留磁束密度(外部磁場を飽和磁化の状態となる高い値から 0 に戻した時に残る磁束密度)からひずみ誘起マルテンサイト変態の変化を求めた．

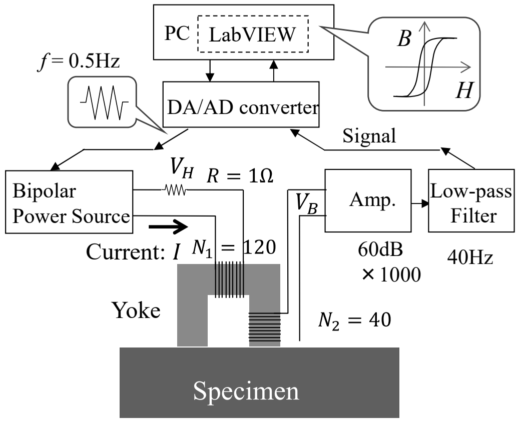


Fig. 7 Schematic drawing of magnetic hysteresis loop (MHL) measurement setup.

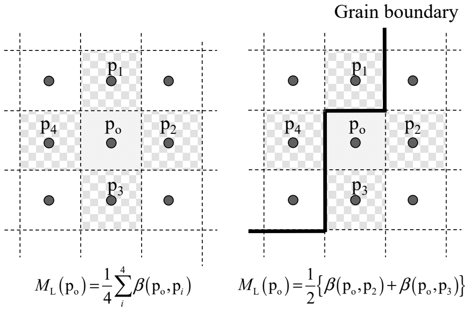


Fig. 8 Definition of local misorientation.

2. 4 組織観察

組織観察では, EBSD 法による方位差解析を行った. Fig.1 の引張試験片の中央部から長手方向に平行な断面を切り出し観察した．観察断面は，樹脂埋め後，表面を最終 1 μm のダイヤモンドペーストで仕上げた後，コロイダルシリカ(OP-U)による仕上げ研磨を行った．電界放射型走査型電子顕微鏡(Carl Zeiss ULTRA55)に備え付けられた EBSD 測定システム (OIM Data Collection ver. 5.2)を用いて，試料表面の結晶方位分布を測定した．回折パターンを取得するために CCD カメラの有効画素数は 348×260 ピクセル(1392×1040 を 1/4 に Binning した)とし，ステップサイズ d は，0.5 μm で，1 回あたり 200×200 μm^2 の測定範囲 (401×401 個の測定点)に対し方位測定を行った．測定は 1 サンプルに 2 回ずつ実施した．

釜谷らの開発した結晶方位差解析用ソフトウェア MADAM (Misorientation Analyzer for DAmage Measurement)を用いて局所方位差, M_L を次式より求めた(23),(24).

$$M_L(p_0) = (1/4)\sum_{i=1}^{4}\beta(p_0, p_i) \tag{4}$$

ここで，β(i, k)は，点 i と k の方位差を表す．点 p_i は Fig.8 に示すように，点 p_0 を中心に隣接する 4 つの測定点を示す．ただし，点 p_0 と点 p_i の間に結晶粒界が存在する場合は計算から除外した．方位差がしきい値となる角度(ここでは 5°とした)上となる測定点の境界が，閉じた領域を形成した場合に，その境界を結晶粒界と定義した. 1 回の測定において得られる結晶方位は 160,801 点であるが，それぞれの点で算出される局所方位差 M_L の度数分布は対数正規分布で近似できる [24]．そこで，この分布の対数平均を局所方位差平均 M_{ave} として次式により算出した(25).

$$M_{ave} = \exp\left[\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}\ln\left\{M_L(p_i)\right\}\right] \tag{5}$$

ここで, n はデータ数を示す．方位測定の位置によっては，転位や析出物などの影響で回折パターンが不鮮明になり結晶方位の同定が困難であったり，結晶粒界近傍では, 2 つ以上の結晶方位の回折パターンが重なり結晶方位が正しく同定されなかったりする場合もある．このような点では周囲の測定点の方位差が大きくなり，独立した結晶粒として認識される．そこで，9 個以下の測定点で構成される結晶粒は，正しく測定ができなかった測定点(以後，ブランク点と呼ぶ)として，M_{ave} などの解析には用いなかった．n はブランク点を除いた測定点数となる．また，結晶方位の変化を表す指標として，次式で定義される MCD(Modified Crystal Deformation)値も用いた(24).

$$MCD = \exp\left[\frac{\sum_{k=1}^{n_g}\left\{\sum_{i=1}^{n_k}\ln\left\{\beta\left(m_k, p_i\right)\right\}\right\}}{\sum_{k=1}^{n_g} n_k}\right] \tag{6}$$

ここで，m_k は結晶粒 k に含まれる測定点の平均方位を示し，n_k は結晶粒 k に含まれる測定点の数，n_g は結晶粒数を示す．β (m_k, p_i) は結晶粒の平均方位と，その結晶粒内測定点との方位差を示すことから，MCD は個々の測定点ではなく，結晶粒全体の変形量を反映したパラメータとなっている(市販の EBSD 装置で算出される粒内方位差 GROD: Grain Reference Orientation Deviation パラメータの対数平均に相当する)．これまで，MCD は塑性ひずみ量とよい相関を示すことが示されている．さらに，測定間隔や測定条件の影響も受けにくいという特徴を有し，塑性ひずみ量を測定する尺度となり得ることが報告されている(24), (26)．また，方位差には 0.1～1° 程度の誤差が含まれることから，詳細な方位差分布を得るには誤差の影響を低減させる必要がある(27)，そこで平滑化フィルター(28)を用いた.

3. 実験結果および考察

3.1 非線形超音波特性

引張試験途中止め材の 1 次共鳴モードの 2 次高調波成分及び 3 次高調波成分による非線形超音波量 A_2/A_1，A_3/A_1, NRUS 法による非線形超音波量$\Delta f/f_0$ と超音波特性(減衰係数: α，相対音速:$\Delta V/V_0$ (ΔV=V - V_0, V:音速, V_0:初期音速)の変化を Fig.9 に示す. 横軸は引張試験を中断した時の引張ひずみである. 1 次共鳴モードf_1(1)およびf_1(48)を合わせて示す．Fig.5 および 6 を見ると共鳴周波数および音響エネルギー分布が異なるが，引張試験では断面の応力分布は均一であるので，音響エネルギー分布が異なっても比較出来ると考えた. 常磁性材料用のローレンツ型軸対称 SH 波 EMAT の計測結果(抜き記号)強磁性材料用の EMAT の計測結果(塗りつぶし記号)を併せて示す．　A_2/A_1, A_3/A_1, $\Delta f/f_0$ と減衰係数:αは，初期から弾性域では直線的に増加し，ε=2.5%程度のひずみで，増加は鈍化した(Fig.9 の白抜き記号:)．ε=11%では, 基本波の信号が微小になり測定が困難になった(ローレンツ型 EMAT による計測). 引張ひずみ範囲ε=11～50 %で

は，強磁性材料用の EMAT により測定した結果で，ひずみ増加に伴い単調に増加していった．その変化量は弾性域での変化より大きかった． $\Delta V/V_0$ は，初期から弾性域内では急激に減少し，その後単調に減少していった．変化量は 1%程度であった．異なる超音波送受信の原理の 2 つの EMAT を用いても,弾性域から塑性域での引張ひずみ量に応じた非線形超音波特性や減衰，音速の変化を取られることができた．ε=0〜2.5%では常磁性体，ε=11〜50%では強磁性体であることが分かる．

3.2 磁気特性

Fig.10 に異なるひずみで途中止めした試験片の B-H ループを示す．初期から 11%程度のひずみでは，ループにヒステリシスは見られないが，それ以降の 19%〜50%の間では，ヒステリシスが見られた．Fig.10 を基に，引張ひずみによる残留磁束密度と保磁力の変化を調べた．その結果を Fig.11 に示す．残留磁束密度と保磁力も引張ひずみが 11%から 27%の間で急増し，50%ではその増加率は鈍化した．ひずみが 10%以上から磁性を帯び始め 19%から強磁性体に変化したと考えられる．

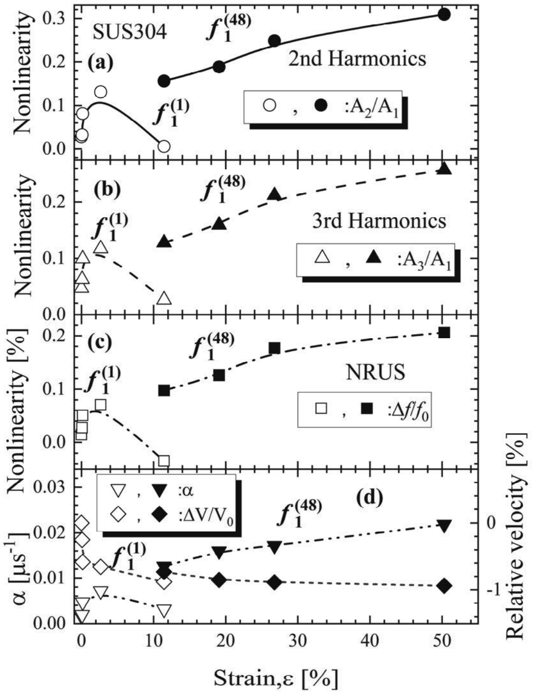


Fig. 9 Evolutions of (a) (b) the nonlinearity with 2nd and 3rd harmonics, (c) the nonlinearity with NRUS, (d) attenuation coefficient and relative velocity during tensile test for SUS304 steel (Open symbols: measured by Lorentz type of axial shear wave EMAT and closed symbol: magnetostrictive mechanism type of Axial shear wave EMAT).

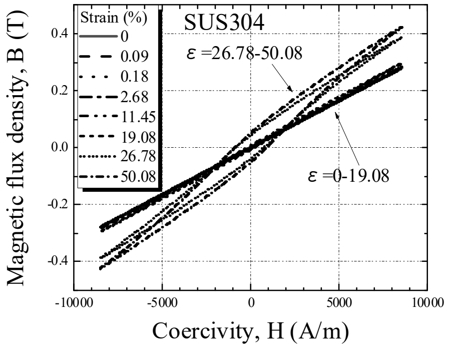


Fig. 10　Changes of magnetic hysteresis curves under different tensile strains during tensile test for SUS304 steel.

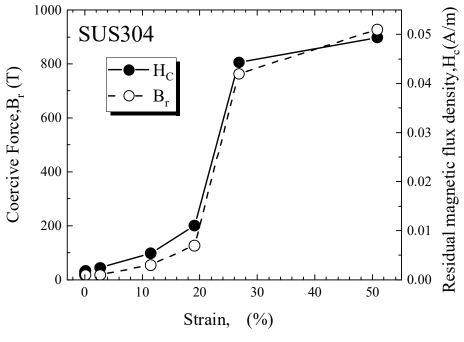


Fig. 11　Evolutions of residual magnetic flux density and coercive force under different tensile strains during tensile test for SUS304 steel.

3.3 組織観察

Fig.12 に EBSD 法を用いた引張試験中の結晶方位マップ(IPF map : Inverse pole figure map）を示す．Fig.12(a)は，初期材(ひずみ ε=0%)，Fig.12(b)が降伏点(ε=2.6%)，Fig.12(c)がε=19%)，そして Fig.12(d)が引張強さ(ε=50%)でのマップである．引張方向は図の上下方向である．塑性ひずみにより結晶内のカラーコントラストが変化しているのがわかる．

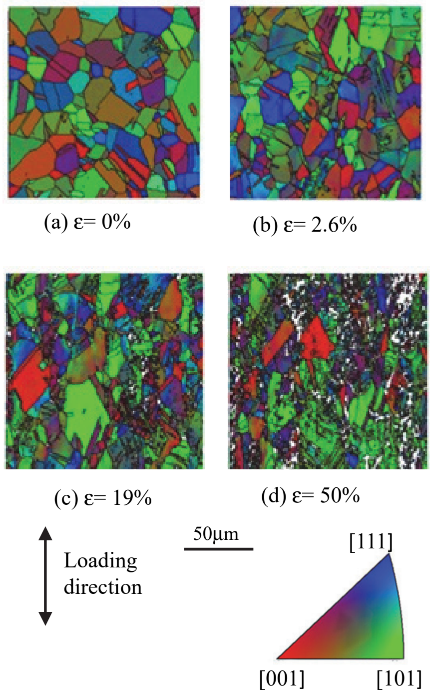


Fig.12 Inverse pole figure maps for SUS304 during tensile tests [(a) before tensile test, (b) at upper yield stress, (c) at lower yield stress, and (d) at tensile strength]

Fig.13 に局所方位差(M_L)の分布を示す．Fig.13(a)は，初期材(ひずみ ε=0.0%)，Fig.13(b)がε=2.6 %(降伏直後)，Fig.13(c)がε=19 %そして Fig.13(d), (e)が引張強さ(ε=50%)でのマップである．図中には結晶粒界と判断された境界を実線で示した．50%のひずみの試験片では，ネッキングが生じていたので，ネッキングした部分も併せて計測した[Fig.13 (e)]．塑性ひずみが大きくなると，方位差が大きくなるとともに，白いブランク点の割合が多くなっている．1 つの結晶粒を構成するピクセル数が 9 個以下の場合にブランク点と判別している．塑性ひずみにより EBSD パターンが不鮮明になると，方位が正しく同定できない．その場合，その点の方位が周囲と大きく異なるため，1 ピクセルのみの独立した結晶粒と認識されブランク点となる．また，方位差が大きくなってピクセル間の方位差が 5° を超えると結晶粒界の判別が困難となり，見かけ上(小さな)結晶粒と認識されてブランク点となる場合もある．

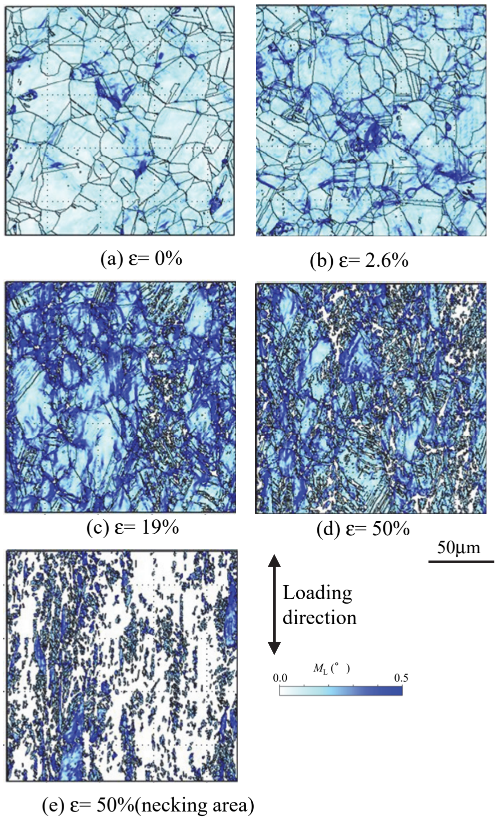
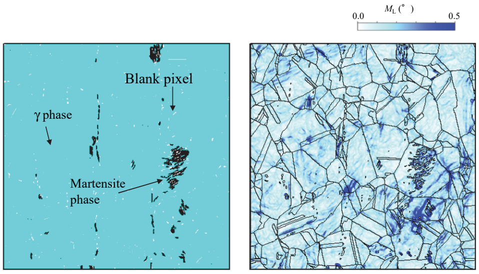


Fig.13 Mapping data of local misorientation (M_L) during tensile test in SUS304 [(a) before tensile test (ε=0%), (b) after yield stress (ε=2.6%), (c)(d) at tensile strength (ε=50%) (No necking and necking area).

Fig.14 に方位差と M_L の分布の例を示す．マルテンサイト相(Fig.14(a)の黒い点)は局所的に発生し，そこでは結晶粒数が少ない粒(Fig.14(b))となる傾向がある．

ひずみの増加に伴うブランク点（白点）およびマルテンサイト相の割合を Fig.15 に示す．ブランク点の割合は測定ピクセル数（160,801 点）に対する割合

である．ブランク点とマルテンサイト相は，ひずみが 19%を超えると顕著に増加していることがわかる．



(a) Misorientation　　(b) M_L

Fig.14 A mapping data of (a) misorientation and (b) local misorientation (M_L) during tensile test in SUS304 [ε=0.18 %].

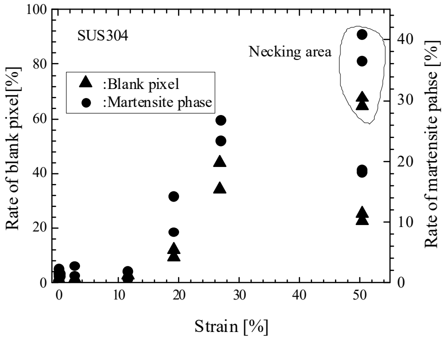


Fig.15 Evolutions in rates of blank pixel and martensite phase during tensile test in SUS304.

ひずみ量と局所方位差平均M_{ave}(局所方位差領域平均)の関係を Fig.16 に示す．M_L はひずみ量とともに大きくなる傾向にあるが，ひずみが 27%を超えると増加傾向は飽和し, Fig.15 に示したようにブランク点が 40%を以上になっている．局所的にひずみが大きい箇所はブランク点になる傾向があることから，M_L の増加には限界があり，M_{ave} が飽和したと考えられる．大きな変形を受けた部分はマルテンサイトに変化するとともにブランク点になる場合も多い．Fig.17 にひずみ量と *MCD* (粒内方位差領域平均) の関係を示す．ひずみ量が大きくなると M_{ave} と同様に飽和し，さらには減少する場合もあった．M_{ave} の場合と同様に粒界が正確に判別できないなどの原因によると考えられる．

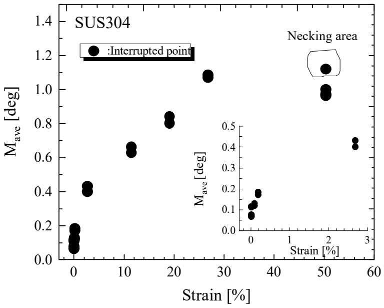


Fig.16 Change of local misorientation average (M_{ave}) during tensile test in SUS304.

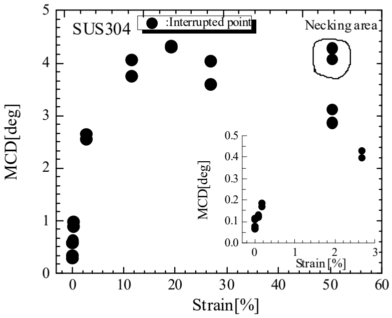


Fig.17 Change of modified crystal deformation (*MCD*) during tensile test in SUS304.

固体が示す非線形音響現象の原因はさまざまであるが,下記のような 3 つの要因が知られている[(29)~(33)].
1) 固体を構成する結晶格子が有する非対称性[(30), (31)],
2) 転位の運動の非線形性[(32)] ,
3) 固体に内在する欠陥やき裂により生じる非線形性[(33)] 今回は，き裂が観察されていないことから，組織変化にともなう要因の 1), 2)が要因になる．

これまでの我々の研究では，疲労やクリープ損傷中の減衰係数の変化は，転位組織の変化に関係することを示した[(34),(35)]．その関係は, Granato と Lücke の弦モデル[(36)]を用いて説明ができた．弦モデルでは,転位の振動を,粘弾性体中の弦の振動としてモデル化し，減衰係数α,相対音速$\Delta V/V_0$ と転位密度Λ,平均転位長さ L との関係を以下のように導いた[(36)].

$$\alpha \propto \Lambda L^4 f^2 \tag{7}$$

$$\Delta V/V_0 \propto -\Lambda L^2 \tag{8}$$

また Hikata らは，高調波成分も減衰係数と同様な関係があることを示した(22)．さらに，超音波減衰は超音波により生じる応力とひずみのヒステリシスに起因し,その不可逆的な動的過程は,転位運動により引き起こされる．そしてヒステリシスループの面積が超音波 1 サイクル中に吸収されるエネルギーである．これが超音波減衰として観察される．この非線形なヒステリシスは，超音波により引き起こされるひずみ振幅$\Delta\varepsilon$に比例する(ただし，大きなひずみ振幅において)．そして共鳴周波数の移動量Δf は, $\Delta\varepsilon$に比例する(19)．

Fig.9～17 を基にして，準安定オーステナイト系ステンレス鋼の引張試験中の組織と超音波特性，磁気特性の関係を考える.初期から降伏点直後(ε=2.6%)間では， 磁気特性(Fig.10, 11)や EBSD によるマルテンサイト相の割合(Fig.15)から常磁性体であることが分かる．その間，非線形超音波量， 減衰係数は急増し，音速は減少している(Fig.9)．これまでの研究から(34),(35),(37), 変形に伴う転位の増殖が超音波量を支配していると考える．また，局所方位差もひずみの増加とともに増加している(Fig.16,17)．それ以降の領域(ε=11～50%)では，常磁性体から強磁性体に変化し *B-H* ループにヒステリシスが見られ残留磁束密度や保持力が増加し(Fig.11)，マルテンサイト相の割合が急増した(Fig.14)．この間では転位組織だけでなく，ひずみ誘起マルテンサイト変態が起こり始め，母相(オーステナイト相)とマルテンサイト相の間に一定の結晶方位関係が生じ，マルテンサイト相中に生じる高密度の格子欠陥(転位，双晶，積層欠陥など)が生じている(38)．それにより超音波特性が増加する(Fig.9)．また局所方位差では，見かけ上(小さい)結晶粒やブランク点が増加し，その一部がマルテンサイト相であり，その割合が増加した(Fig.15)．非線形超音波特性， 磁気特性およびEBSD法による結晶方位差からマルチフェイズで， 準安定オーステナイト系ステンレス鋼の引張試験中の弾性変形からひずみ誘起マルテンサイト変態を伴う塑性変形中の組織変化を捕えることができた．

3. 4 結　言

準安定オーステナイト系ステンレス鋼の引張試験中のひずみ誘起マルテンサイト変態の組織変化を非接触・超音波電磁探触子 EMAT を用いた非線形超音波特性，磁気特性および EBSD 法による結晶方位差から捕えた．

1)　高調波成分，共鳴周波数の移動よる 2 つ非線形超音波量と減衰係数は,弾性および塑性ひずみと良い相関関係があった． それらは，磁気特性や EBSD 法よる観察の結果から裏付けられた．

2)　ひずみ誘起マルテンサイト変態前後の組織変化を，非線形超音波特性，磁気特性および局所方位差は，正確に捕えた．

参考文献

1) M. F. McGuire, Encyclopedia of materials: science and technology (second edition), Eds. K.H.J. Buschow, R. W. Cahn, M. C. Flemings, B. Ilschner, E. J. Kramer and S. Mahajan, P. Veyssière, (2001), 406, Pergamon.
2) I. Tamura, Metal Science, 16, 5,(1982) 245.
3) J. Post, H. Nolles, K. Datta and H.J.M. Geijselaers, Materials Science & Engineering A, 498,(2008), 179.
4) M. Radu, J. Valy, A.F. Gourgues,　F. Le Strat and　A. Pineau, , Scripta Materialia , 52, 5, (2005), 525.
5) J.A. Lichtenfeld, M.C. Mataya and C.J. Van Tyne, Metallugical & Materials, Transaction. A , 37, (2006),147.
6) J. Talonen and H. Hannien, Acta Materialia 55, 18, (2007), 6108.
7) J. Talonen, P. Nenonen, G. Pape and H. Hannien, Metallugical Transaction A. ,36 ,(2005), 421.
8) Y.F. Shen, X.X. Li, X. Sun, Y.D. Wang and L. Zuo, Materials Science & Engineering A 552,(2012), 514.
9) L. Zhao, N.H. Van Dijk, E. Brück, J. Sietsma and S. Van Der Zwaag, Materials Science & Engineering A, 313, (2001), 145.
10) P. Hausild, V. Davydov, J. Drahokoupil, M. Landa and P. Pilvin, , Material & Design, 31, (2010), 1821.
11) B. Cao, T. Iwamoto and P. R. Bhattacharjee, Materials Science & Engineering A, 774 , (2020), 138927.
12) E. Hristoforou, Metal, 8, (2018), 482.
13) M. Smaga, F. Walther and D. Eifler, Materials Science & Engineering A, 483-484,(2008), 394.
14) J. Zhang, S. Li, F. Xuan and F. Yang, Materials Science & Engineering A, 622, (2015), 146.

15) K. Y. Jhang, International Journal of Precision Engineering and Manufacturing, 11, 1, (2009), 123.
16) K. Y. Jhang, IEEE Transaction on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, 47, 3, (2000), 540.
17) M. Hirao and H. Ogi, EMATs for science and industry: nondestructive ultrasonic measurements", (2003), 1-92, 135-196, 215-226, Kluwar Academic Publishers, Boston.
18) K. E-A. Van Den Abeele and J. Carmeliet, Research Nondestructive Evaluation, 12, 1 (2000), 31.
19) S. Kobayahi, A. Saito, S. Takahashi, Y. Kamada and H. Kikuchi, Applied Physics Letter, 92, (2008), 182508.
20) T. Ohtani, Y. Ishi, Y. Kamada, and M. Kamaya, Journal of the Society of Materials Science, Japan, 70, 2, (2021), 191.
21) H. Ogi, M. Hirao and S. Aoki, Journal of Applied Physics, 90, (2001), 438.
22) A. Hikata, F.A. Sewell Jr. and C. Elbaum, Physical Review, 151,(1966), 442.
23) M. Kamaya, A. J. Wilkinson and J.M. Titchmarsh, Nuclear Engineering and Design, 235,(2005), 713.
24) M. Kamaya, A.J. Wilkinson and J.M. Titchmarsh, Acta Materialia, 54,(2006), 539.
25) M. Kamaya, Material Characterization, 60,(2009), 125.
26) L. N. Brewer, D. P. Field and C. C. Merriman, Electron Backscatter Diffraction in Materials Science Second Edition, edited by A. J. Schwarts, M. Kumar, M., B.L. Adams and D. P. Field, (2009),251 Springer.
27) M. Kamaya, Journal of the Society of Materials Science, Japan, 58,(2009), 568.
28) M. Kamaya, Materials Transactions, 51,(2010), 1516.
29) D. C. Wallace, Thermodynamics of crystals, (1972),14,Dover Publisher.
30) H. Hirao, Journal of the Japanese Society for Non-Destructive Inspection, 56, 6, (2007),292.
31) K. Y. Kim, Physical Review B, 54, (1996), 6245.
32) R. A. Guyer, K. R. McCall and G. N. Boitnott, Physical Review Letter, 74,(1995), 3491.
33) O. Buck, W. L. Morris and J. M. Richardson, Applied Physics Letter, 33, 5, (1978), 371.
34) T. Ohtani, N. Nishiyama, S. Yoshikawa, H. Ogi and M. Hirao, Materials Science and Engineering A, 442, (2006), 466.
35) T. Ohtani, H. Ogi and M. Hirao, Journal of Society of Materials Science, Japan, 51, (2002), 195.
36) A. Granato and K. Lücke, Journal of Applied Physics, 27, (1956), 583.
37) T. Ohtani, Y. Ishii, M. Kamaya and T. Sakakibara, Journal of Society of Materials Science, Japan, 68, (2019), 121.
38) T. Maki, Materia Japan, 54, (2015), 557.