

セメンタイトメタラジーによって生成した超微細等軸マルテンサイト+オーステナイト複相組織の優れた力学的特性の *in situ* 解析

***In situ* analysis on excellent mechanical properties of ultrafine grained martensite + austenite duplex structure formed by cementite metallurgy**

鳥塚 史郎, 伊東 篤志
Shiro Torizuka and Atsushi Ito

兵庫県立大学大学院
The Graduate School of Engineering, University of Hyogo

0.1C-2Si-5%Mn 鋼は優れた強度・延性バランスを持つが、初期組織をフェライト+Mn リッチセメンタイトとし、熱処理を行うとセメンタイトメタラジーによって、さまざまな組織が生成できる。今回、微細マルテンサイト+オーステナイト組織の生成を試み、その強度・延性特性を、引張試験透過 X 線回折により評価した。微細マルテンサイト組織の中に少量ながらオーステナイトが存在し、加工誘起変態することが明らかにできた。

キーワード： セメンタイト, セメンタイトメタラジー, マルテンサイト, オーステナイト, 超微細組織, 引張試験, その場透過 X 線回折, 強度, 延性, 加工誘起変態

背景と研究目的：

構造用金属材料の国際競争力は、その国の産業全体の競争力を左右するといっても過言ではない。強い素材産業があるからこそ、強い自動車産業があり、航空機産業、機械産業がある。特に自動車用ハイテン(高強度鋼板)は、自動車産業の競争力の根幹をなす技術である。また、Ti 合金は今後の日本の航空機産業を支える材料となる。高強度・高延性であり、靱性も高いという優れたトータルバランスを持った金属材料は存在しない。それは、これらの性質がトレードオフの関係にあるからである。引張強さを上げれば、伸びや靱性は低下してしまう。このトレードオフの関係を打破し、革新的構造材料を実現することを目標として、我々は国家プロジェクト S I P プロジェクト第二期(戦略的イノベーション創造プログラム)を推進中である。この中で、我々はセメンタイトメタラジーという金属組織制御コンセプトを提案している。鉄の一般的析出物であるセメンタイト(Fe_3C)中にあらかじめ Mn, Cr, Mo といった元素を高濃度に濃縮させ、 $(Fe_3Mn_5)_3C$ のようにしておく。これに短時間かつ低温の焼入を行うだけで、Mn リッチなセメンタイトを核として形成される革新的金属組織を創製できることを見出した。これがセメンタイトメタラジーの効果である。得られる組織が超微細等軸マルテンサイト組織、および超微細等軸マルテンサイト組織にオーステナイトが複相した複相組織鋼である。革新的自動車用超高強度高延性鋼に展開できる。SPring-8 の高輝度 X 線を利用してその強度・延性発現機構を解析し[1, 2]、革新構造材料の開発指針を確立する。本実験では、セメンタイトメタラジーを利用して作製したマルテンサイト+オーステナイト組織におけるオーステナイト量とその加工誘起変態挙動、力学的特性との関係を調査した。

実験：

試料は Mn 鋼であり、その組成は Fe-0.1C-2Si-5Mn、および、Fe-0.1C-2.0Si-7Mn、Fe-0.2C-2Si-7Mn (wt%)である。Mn 鋼はセメンタイトメタラジーを用いて組織形成を行うが、セメンタイト中への Mn の濃縮は物質・材料研究機構の温間圧延装置を利用した。フェライト+Mn リッチセメンタイトを急速加熱冷却し、組織形成を行った。加熱速度は 100 K/s、加熱温度は、675、700、750、800、850°Cとし、保持時間は 1 s とした。冷却は He ガスで急速冷却を行った。

引張試験片試料は平行部長さ 12 mm, 幅 2.5 mm, 厚さ 0.4–0.5 mm の引張試験片で、Fig.1 に示すように、BL19B2 のゴニオメータ上に設置した引張試験機に取り付けた。集合組織の影響も考慮したいため 2 次元検出器 PILATUS を用いた。検出器の位置は、 2θ が 5–35°の範囲で計測できるよ

うに、適切な位置に設置した。

X線のエネルギーは30 keVとした。材料は鉄鋼材料であるが、板厚0.5 mmであれば十分な回折強度が得られる。引張速度は0.26 mm/minとした。引張荷重の測定には、最大荷重20 Nのロードセルを用いた。また、CCDカメラを持ち込み、試験片の伸びを直接計測した。

観察するX線のピークはフェライト(α)相で(110), (200), (211), (220), (310), (321)の各面とオーステナイト(γ)相では、(111), (200), (220), (211), (311)である。2次元検出器PILATUSを用いて、引張試験を行いながらX線回折を同時に行う *in situ* 引張試験 X線回折を実施した。応力-ひずみ曲線を取得しながら、応力-ひずみ曲線に対応するX線回折データを得ることができる。データの測定間隔は、1 s程度とした。得られたデータをもとに、各ピーク強度の比からフェライト相とオーステナイト相の比を求めた。具体的には、オーステナイト体積率は式(1)を用いて、hkl理論回折強度Rと得られた散乱角における α 相(111), (200), (220)と γ 相(111), (200), (220)のピーク面積強度比より求めた。

$$V_{\gamma} = \frac{\frac{1}{n} \sum_j^{\gamma} \frac{I_{\gamma}^j}{R_{\gamma}^j}}{\frac{1}{n} \sum_j^{\gamma} \frac{I_{\gamma}^j}{R_{\gamma}^j} + \frac{1}{n} \sum_j^{\alpha} \frac{I_{\alpha}^j}{R_{\alpha}^j}} \quad (1)$$

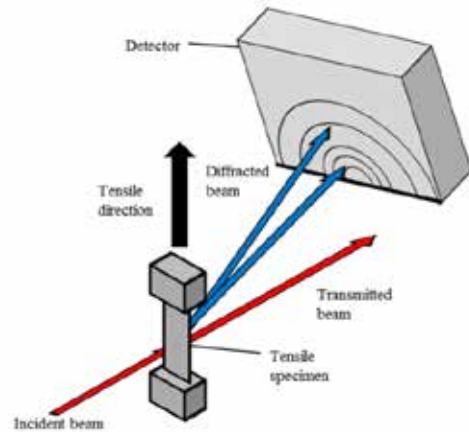


Fig.1 Schematic illustration of the in-situ transmission type X-ray diffraction during tensile test system [1].

結果および考察：

Fig. 2 に 800°Cおよび 850°Cで焼鈍した供試材 0.1C-2Si-5%Mn 鋼マルテンサイト組織の公称応力-公称ひずみ 曲線を示す。EBSD 観察の結果からマルテンサイト組織が微細であることを確認している。

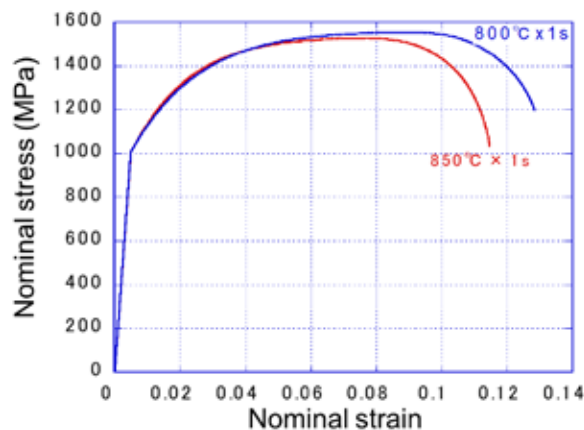


Fig. 2 Nominal stress – nominal strain curves of martensitic steels obtained by annealing at 800 and 850°C for 1 s in 0.1C-2Si-5%Mn steels.

ともに 1500 MPa 級の引張強さを示した。一方、一様伸び、全伸びは、800°C焼鈍が優れていた。

Fig.3 に 800°C焼鈍材の引張開始前と引張強さ到達時における X線ラインプロファイルを示す。 α はフェライトではなく、マルテンサイトと考えられる。引張前の状態ではオーステナイトのピークが測定でき、本組織がマルテンサイト+オーステナイトであることが確認できた。オーステナイト、例えば $\gamma(200)$ のピークは引張強さ到達時には消滅していた。これは加工誘起変態が生じたこ

とを表している。

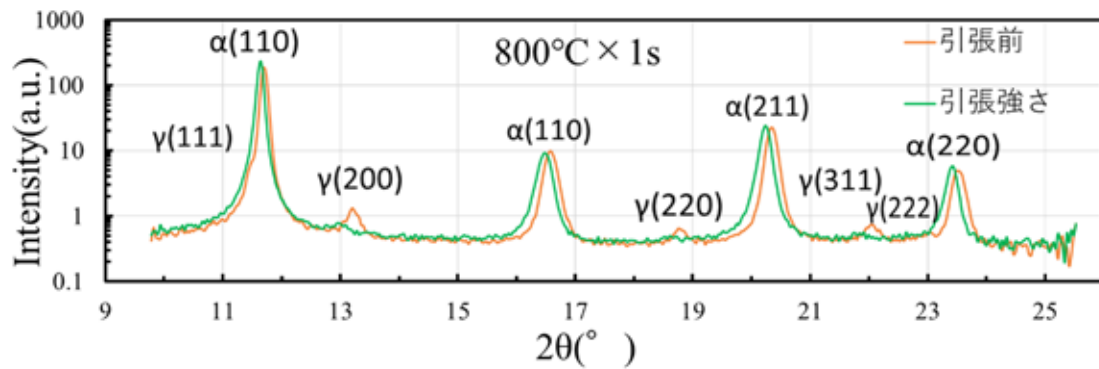


Fig.3 Change in the X ray line profiles of the martensite+austenite structure obtained by annealing at 800°C for 1s in a 0.1C-2Si-5%Mn steel during tensile test.

組織の主体がマルテンサイトであり、わずかに存在するオーステナイトが加工誘起変態により消滅したことが分かった。セメントナイトメタラジエーションの効果で、短時間でマルテンサイト組織の形成が可能であることが明らかにできた。詳しくは、今後検討してゆく。

今後の課題：引張変形中の加工誘起変態の定量化を行う。また、他の焼鈍温度の解析を進める。

参考文献：

- [1] 安達節展, 鳥塚史郎, 足立大樹, 伊東篤志, 鉄と鋼, **105**, 197 (2019).
- [2] 蓑田和樹, 足立大樹, 鳥塚史郎, CAMPS-ISIJ **31-2**, PS-99 (2018).