

マルテンサイト鋼の高強度・高延性化におよぼす 予ひずみ加工と低温焼もどしの影響

兵庫県立大学 大学院 工学研究科
教授 土田 紀之
(2022年度 一般研究開発助成 AF-2022011-B2)

キーワード：予ひずみ加工，焼もどし，マルテンサイト鋼

1. 研究の目的と背景

鉄鋼におけるマルテンサイト組織は様々な機械部品として利用され、さらに Dual-Phase 鋼や TRIP 鋼の機械的特性向上においても重要な役割を担っている。マルテンサイトは組織が微細で複雑なことに加えて、焼きもどしによりセメントタイトが析出する。セメントタイトはナノオーダーの微細炭化物であり、組織の定量化と力学特性への影響は不明な点が多く残されている。マルテンサイトは、鉄鋼材料における重要な微細組織のひとつであり、通常、機械的特性を変化させるために焼入れと焼もどし処理が行われる。焼入れされたマルテンサイト鋼は、弾性限と降伏強さ(0.2%耐力)が低いことで知られている^{1,2)}。過去の研究において、マルテンサイト鋼の降伏強さ増加を目的として、低温でのひずみ時効または焼もどし処理に関する研究が行われた³⁾。ここで、少量の予ひずみを加えた後に低温で焼もどし(ひずみ時効)を行うことを、ストレイン・テンパリング(ST)処理と呼ぶ^{3,4)}。ST 処理により、全伸びと絞りの低下をほとんど伴わずに、降伏強さを大幅に向上させることができる。

マルテンサイト鋼における、ST 処理による機械的特性の変化については、セメントタイトや炭化物の観点から議論が行われてきたが^{3,4)}、その詳細は不明な点が多い。ST における低温焼もどし温度は、微細組織およびセメントタイトの析出挙動にわずかな変化をもたらすことが予想されるため、セメントタイトの影響に焦点を当てた研究は複雑な要素を含んでいる。ST 処理において本質的な因子である予ひずみの影響を、機械的性質の変化と、格子ひずみや相ひずみなどの結晶粒や相単位の変形挙動に着目して検討することは重要である^{2,5)}。

以上のことを背景に、本研究では、マルテンサイト鋼の機械的特性におよぼす予ひずみと焼もどし処理の影響を調査した。ここでは、マルテンサイト鋼の ST 材と焼入れ焼もどし材 (QT 材) の 2 種類を準備し、それらの機械的特性について調査を行った。引張変形挙動については、引張変形中のその場中性子回折実験を行い、得られた格子ひずみ、相ひずみと転位密度を用いて議論した。

2. 実験方法

2・1 サンプルの準備と引張試験

本研究では、0.41C-1.47Si-1.18Mn (mass%) の鋼材より、

2 種類のマルテンサイト鋼を作製した。それぞれ焼入れ焼もどし (QT) 材、および、ストレイン・テンパリング (ST) 材と表記する。QT 材は 1273 K で 1.8 ks 加熱後焼入れし、その後 473 K で 1.8 ks 加熱後水冷の焼もどし処理を行った。ST 材は、QT 材と同じく 1273 K で 1.8 ks 加熱後焼入れした後、室温で引張変形を加えて 0.5% の塑性ひずみを与えた。その後、473 K で 1.8 ks 保持後水冷の、焼もどし処理を行った³⁾。

各サンプルからは、圧延方向と長手方向が平行になるように、標点距離 5 mm、平行部長さ 25 mm、板厚 1.8 mm の形状の引張試験片を加工した。これらの試験片は、ギア駆動式引張試験機を用いて引張試験を行った。試験条件は、ひずみ速度 $5.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 、試験温度 296~573 K の範囲で行い、この時、試験温度は加熱炉を用いて制御を行った。



図 1 J-PARC ビームライン (BL-19) TAKUMI の外観写真

2・2 引張変形中のその場中性子回折実験

その場中性子回折実験は、大強度陽子加速器施設 (J-PARC) の物質・生命科学実験施設 (MLF) のビームライン TAKUMI を用いて実施した (図 1)^{2,5)}。引張試験機は入射ビームに対して 45 度の角度で設置した。TAKUMI の 2 つの検出器は、引張方向と引張方向に対する横方向について、中性子回折プロファイルを同時に測定した。ここでは、平行部幅 4 mm、平行部長さ 25 mm の引張試験片を用いて、弾性変形時は $6.1 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ 、塑性変形時のひずみ速度は $2.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ にて実験を行った。試験温度 523 と 573 K での実験では、誘導加熱装置を用いて試験温度を制御した。中性子回折プロファイル解析により、bcc 相の格子ひずみ

(ε_{hkl}) と相ひずみ(ε_{phase})を算出した。格子ひずみは格子面間隔から、相ひずみは格子定数から、それぞれ以下の式を用いて算出した。

$$\varepsilon_{hkl} = (d_{hkl} - d_{hkl}^0)/d_{hkl}^0 \quad (1)$$

$$\varepsilon_{phase} = (a - a_0)/a_0 \quad (2)$$

ここで、 d_{hkl} は回折パターンから得られた引張変形中の格子面間隔、 d_{hkl}^0 は変形前の格子面間隔、 a は格子定数、 a_0 は変形前の格子定数である。また、CMWP 法により bcc 相の転位密度を解析した⁶⁾。

3. 結果と考察

3.1 組織

図 2 に、ST 材の SEM 写真を示す。典型的なラスマルテンサイト組織であり、旧オーステナイト結晶粒は約 30 μm であった⁵⁾。SEM 写真から判断する限り、ST 材と QT 材に大きな違いは見られなかった。

図 3 には、引張変形開始前の中性子回折プロファイルを示す。中性子プロファイルでは、わずかにオーステナイト相のピークが観察され、これらから計算した残留オーステナイト体積率は約 2% であり、機械的特性に影響をおよぼす量ではないと考えられる。また、中性子回折プロファイルでは、セメンタイト相のピークもわずかに観察されたが、焼もどしマルテンサイト鋼ほどではなく、相ひずみなどセメンタイト相の強度の定量解析までは困難であった。

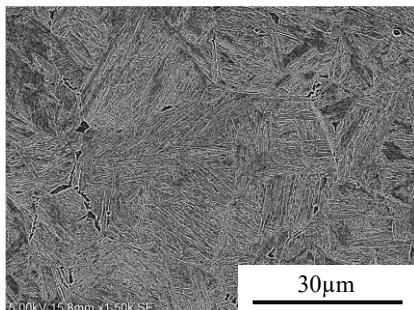


図 2 ST 材の SEM 写真

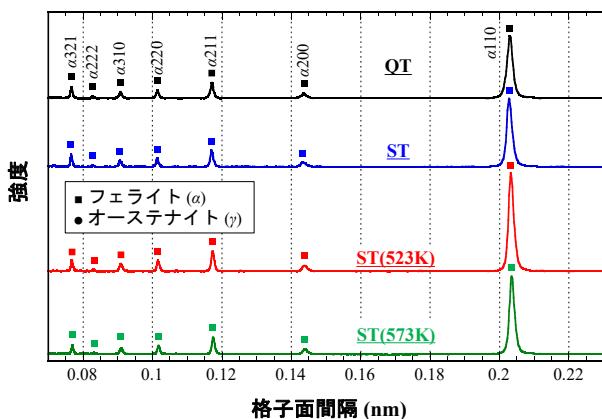


図 3 引張変形開始前の中性子プロファイル

3.2 引張試験結果

図 4 に、引張試験で得られた降伏強さ、引張強さ、均一伸びを、変形温度に対して整理した結果を示す。この時の機械的特性は、表 1 と 2 にもまとめた。変形温度の上昇とともに、QT 材の降伏強さと引張強さはわずかに減少し、均一伸びは増加した。ST 材では、降伏強さと引張強さは 523 K で最大値を示し、均一伸びは 473 K 以上になると大幅に増加した。ST 材では、523 K の時に優れた強度-延性バランスが得られた。

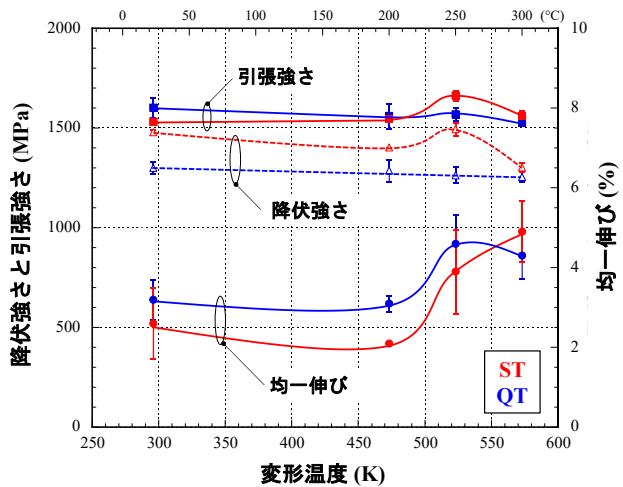


図 4 ST 材と QT 材における、試験温度に対する降伏強さ、引張強さと均一伸びの関係

表 1 ST 材の機械的特性

温度 (K)	降伏強さ (MPa)	引張強さ (MPa)	均一伸び (%)	全伸び (%)
296	1478	1531	2.6	5.9
473	1402	1546	2.1	4.0
523	1494	1663	3.9	8.1
573	1302	1560	4.9	9.3

表 2 QT 材の機械的特性

温度 (K)	降伏強さ (MPa)	引張強さ (MPa)	均一伸び (%)	全伸び (%)
296	1301	1602	3.2	6.6
473	1286	1560	3.1	4.0
523	1264	1570	4.6	6.8
573	1256	1526	4.3	9.6

図5には、296および523KにおけるST材の真応力-真ひずみ曲線と加工硬化率と真ひずみの関係を示す。STとQT材では、弾性限と降伏強さはほぼ同じであったが、523Kでは降伏後の同じ真ひずみにおける加工硬化率は523Kの方が大きかった。ST材では、温度上昇に伴い真応力と加工硬化率がともに増大した。このような加工硬化率の変化は、ST材の引張強さと均一伸びの温度依存性(523Kにおける優れた引張強さと均一伸びの関係)と関連していると考えられる。

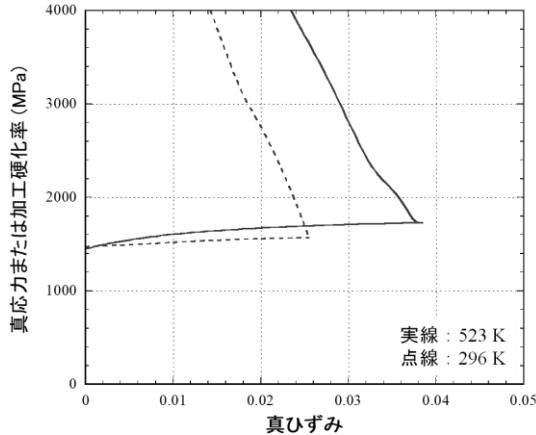


図5 296および523KにおけるST材の真応力-真ひずみ曲線と加工硬化率の関係

3・3 中性子回折実験結果

図6には、296Kと523KにおけるST材(a)とQT材(b)の格子ひずみを真応力の関数として示す。同じ真応力では、各試料とも523Kの方が格子ひずみは大きな値を示した。4種類の格子ひずみを比較すると、ST材の $\{310\}_\alpha$ の値は、温度が523Kに上昇すると大幅に増加することが分かった。格子ひずみ差が相の加工硬化挙動につながることを考慮すると^{2,5)}、523Kではその差は大きくなった。つまり、これは変形温度の上昇に伴うbcc相の加工硬化の増加と関係していると考えられる。一方で、296Kでは、同じ真応力における格子ひずみの大きさは523Kよりも大きかったが、降伏後の $\{110\}_\alpha$ の増加を見ると、その変化は小さいことがわかった。523Kにおける格子ひずみの変化は、ST材とQT材ではほぼ同じ挙動を示したが、 $\{310\}_\alpha$ のみST材の方が大きな値を示した。

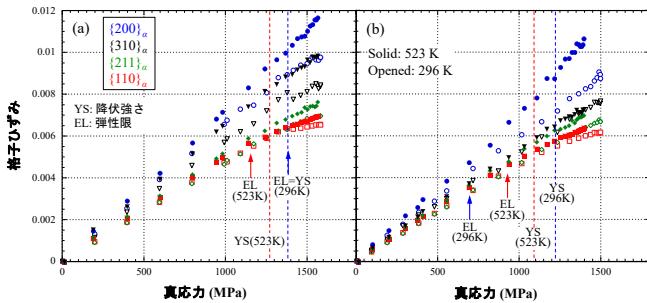


図6 ST材(a)とQT材(b)の、296,523Kにおける格子ひずみと真応力の関係

図7には、296, 523, 573KにおけるST材における転位密度の変化を、真応力に対して整理した結果を示す。296Kでは、初期の転位密度は大きいものの、真応力増加に伴う変化はわずかであった。一方で、523Kでは、ST材の初期の転位密度は296Kよりも小さい値を示したが、降伏後の変形に伴う増加はより顕著であった。ST材とQT材の結果を比較したところ、296と523Kにおける転位密度の初期値は異なり、523Kにおける降伏後の転位密度変化はST材の方が大きいことがわかった。一方で、変形温度が573Kになると、初期の転位密度は減少し、降伏後の応力増加に伴う転位密度変化はより小さくなかった。降伏後における転位密度の大きな増加は、523KにおけるST材の引張強さと均一伸びの良いバランスを説明するための手がかりとなると思われる。

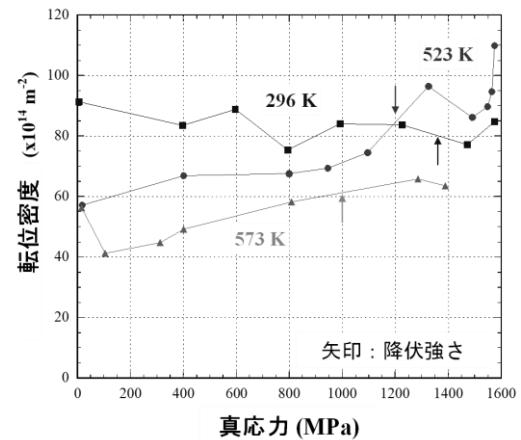


図7 296, 523, 573KにおけるST材の転位密度変化

引張試験では、変形温度が473から523Kに上昇すると、ST材の引張強さと均一伸びは大きく増加した。中性子回折実験では、同じ真応力と真ひずみで、523Kに温度が増加すると、変形応力によよぼすbcc相の寄与が増加した⁵⁾。この時、bcc相の加工硬化と関係する格子ひずみ差も増加した。しかしながら、変形温度を573Kまで上昇させると、あるひずみにおける格子ひずみの大きさはいずれも減少した。296Kから523Kへの変形温度の上昇は、結晶粒間の応力分配の増加によって特徴づけられるが、bcc相とセメンタイト相間の相応力にはほとんど差異は見られなかった。温度上昇に伴い、セメンタイト相の強度は著しく低下することが予想される。例えば、変形温度が296から573Kに上昇すると、ビッカース硬度は950から700に減少する⁷⁾ことが報告されている。つまり、変形温度の上昇に伴うセメンタイト強度の低下によって、bcc相への応力分配が増加したのではないかと考えられる(図8)。

一方で、転位密度について考えると、296Kでは初期の転位密度は大きいもの、降伏後の変化は小さかった。変形温度が523Kまで上昇すると、転位密度の初期値は小さくなるが、引張変形中の転位密度増加は大きかった。これは、ST材の予ひずみによる静的ひずみ時効が関連していると

考えられる。一般に、変形応力は Bailey-Hirsh の式を用いて、転位密度の平方根で表され、転位密度、変形温度、ひずみ速度に依存する⁸⁾。296 K では、塑性変形中には転位密度は増加せず、均一伸びは小さかったが、ST 材の降伏強さは予ひずみの効果により転位密度が増加したことによって上昇した。変形温度が 523 K になると、変形温度の上昇により転位の運動が促進され、296 K よりも転位が動きやすくなつたと考えられる。また、ひずみ時効によって動きにくくなつた転位が障害物として作用したことも考えられる。したがつて、図 6 の ST 材の 523 K における、降伏後の転位密度の著しい増加は、これらが原因ではないかと考えられる。しかし、573 K では、同じ真ひずみでの格子ひずみは小さくなり、線形関係からの逸脱も小さくなつた。ST 材においては、転位密度の増加に対するひずみ時効の影響は変形温度に依存し、降伏後の転位密度変化は bcc 相の加工硬化の大きさとも関連していた。

転位密度の大きい高強度マルテンサイト鋼では、初期転位密度の変化、変形中の転位の動き、相間の応力分配と bcc 相の加工硬化の大きさが機械的特性に影響を与えると整理できる。本研究では、0.5% の予ひずみが初期転位密度に影響を与える可能性があること、転位の動きと相間の応力分配は変形温度に依存することが示された。

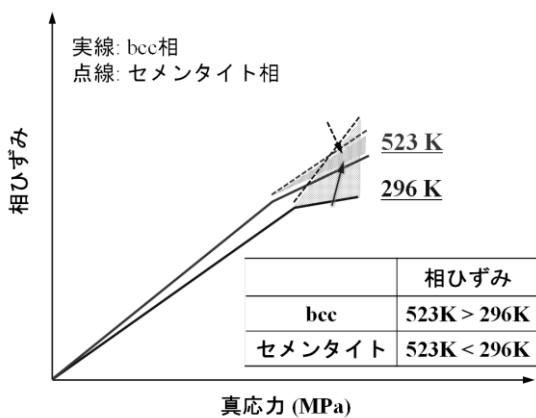


図 8 ST 材における 296 と 523 K での bcc とセメントサイト相の応力分配の変化

4. まとめ

本研究では、高強度マルテンサイト鋼の機械的特性における予ひずみの影響について調査を行つた。機械的特性はその場中性子回折実験により調べた。主な結論は以下の通りである。

- 1) 296 から 573 K の温度範囲における引張試験では、ST 材は 473 から 523 K で引張強さと均一伸びの両方が増加したが、QT 材は引張強さの変化はわずかで、均一伸びが増加した。

- 2) その場中性子回折実験結果から、296 K から 523 K への変形温度上昇に伴い、変形応力における bcc 相への応力分配が増加した。格子ひずみとその差も、温度上昇に伴い増加した。
- 3) 0.5% の予ひずみは、296 K では降伏応力を増加させ、わずかに加工硬化を引き起こした。初期の転位密度は 523 K になると減少したが、降伏後は大幅に増加し、引張強さと均一伸びのより良い組み合わせにつながつた。予ひずみ、焼もどし、変形温度の組み合わせにより、高強度マルテンサイト鋼では変形前の転位密度が変化し、また、降伏後の転位密度は増加した。

謝 辞

本研究は公益財団法人天田財団の 2022 年度一般研究開発助成(AF-2022011-B2)を受けて行ったものである。ここに記して深甚なる謝意を表す。

参考文献

- 1) H. Muir and M. Cohen: The elastic limit and yield behavior of hardened steels, *Trans. Amer. Soc. Metals*, 47 (1954) 380–407.
- 2) S. Harjo, T. Kawasaki, Y. Tomota, W. Gong, K. Aizawa, G. Tichy, Z. Shi and T. Ungár: Work hardening, dislocation structure, and load partitioning in lath-martensite determined by in situ neutron diffraction line profile analysis, *Metall. Mater. Trans. A*, 48 (2017) 4080–4092.
- 3) T. Watanabe, A. Fukui, C. Asada: Effect of strain aging on the mechanical properties of low carbon martensite steel, *Trans. JSSE*, 15 (1970) 29–36.
- 4) D.V. Wilson: Effects of plastic deformation on carbide precipitation in steel, *Acta Metall.*, 5 (1957) 293–302.
- 5) N. Tsuchida, R. Ueji, W. Gong, T. Kawasaki, S. Harjo: Stress partitioning between bcc and cementite phases discussed from phase stress and dislocation density in martensite steels, *Scripta Mater.*, 222 (2023), 115002.
- 6) T. Ungár, J. Gubicza, G. Ríbarik, A. Borbely: Crystallite size distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis: principles and practical application to cubic and hexagonal crystals, *J. Appl. Crystallogr.*, 34 (2001) 298–310.
- 7) M. Umemoto, Y. Todaka, T. Takahashi, P. Li, R. Tokumiya and K. Tsuchiya: Characterization of bulk cementite produced by mechanical alloying and spark plasma sintering, *J. Metastab. Nanocryst. Mater.*, 15-16 (2003) 607–614.
- 8) H. Mecking and U.F. Kocks: Kinetics of flow and strain-hardening, *Acta Metall.*, 29 (1981) 1865–1875.