

鉄鋼・チタン合金の塑性加工時の複相組織形成における応力・ひずみの動的効果の解明

東北大学 金属材料研究所

教授 古原 忠

(2022 年度 一般研究開発助成 AF-2022017-B2)

キーワード：微細組織，熱間・温間加工，弹性応力

1. 研究の目的と背景

鉄鋼の代表的な加工熱処理である制御圧延・加速冷却においては、加工硬化状態のオーステナイト(fcc)母相をより低温でフェライト(bcc)変態させることで多数のフェライトが核生成し、微細フェライト組織を得ている。1990 年代以降フェライト組織微細化のための熱間・温間加工熱処理の探索的研究が行われ、多段パス加工プロセスにおいて変態前の最終パス加工をより低温・大ひずみで行うことで、粒径 1 ミクロン以下の超微細粒鋼が創製でき、著しい強靭化が達成できることが明らかになった。この組織変化では、オーステナイトの加工後の冷却中に起こる静的フェライト変態に加えて、加工中に変態が生じる動的フェライト変態も起こる可能性が示唆されたが、その組織形成過程の実態は未だに十分理解されていない。高温からの冷却時に $\beta(\text{bcc}) \rightarrow \alpha(\text{hcp})$ 相変態が起こるチタン合金でも、 $\alpha + \beta$ 二相域で高温変形を施した場合に平衡状態で説明できない相分率の組織形成が一部報告されているが、鉄合金と同様にその原因の詳細も不明である。

本研究では、従来研究において合金の熱力学的情報が明らかになっている鉄基およびチタン基合金を用いて、塑性加工プロセス条件（温度/時間、ひずみ速度/ひずみ量）を種々変化させた熱間・温間加工を施すことで、応力一ひずみ応答と形成される二相組織の変化を評価した。特に、塑性加工で導入される力学的エネルギーおよび格子欠陥として蓄積されるエネルギーが、二相平衡状態におよぼす影響を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

供試材として、状態図が明確でサーモカルクなどの熱力学解析ソフトから化学組成と構成相の自由エネルギーについて信頼できるデータが抽出できる Fe-14mass%Ni 合金を溶製し、二相域温度(873K)で温間加工後長時間焼鈍処理を施した初期組織を作製した。図 1(a)は Fe-Ni 2 元系計算状態図、(b)(c)は 873K でのフェライト+オーステナイト等軸二相組織と Ni 分配プロファイルである。ほぼ二相の分率および相間の Ni 分配ともに平衡状態が得られている。この初期組織材に、熱間加工シミュレーターを用いて種々の条件での二相域圧縮加工を施し、変形中の応力-ひずみ曲線を得るとともに、途中段階での急冷によって組織評価を行った。変形後の組織解析には、X線回折および SEM-

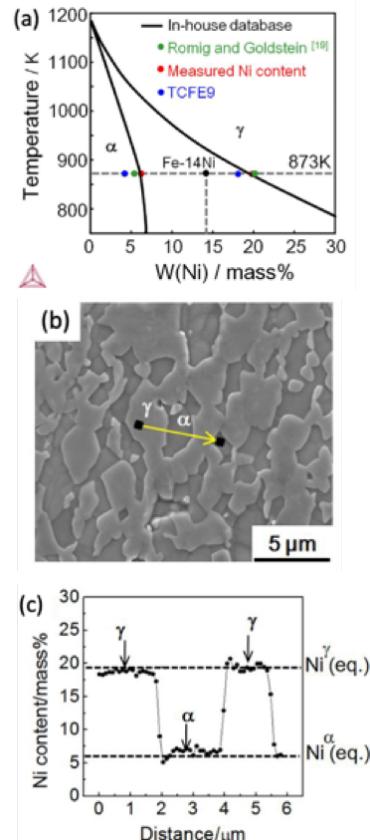


図 1 (a)Fe-Ni 2 元系計算状態図、(b)初期材 (873K 保持材) の SEM 組織、(c) Ni の組成分配 (EDX 解析)。

EBSD による相同定、FE-EPMA、三次元アトムプローブによる組成評価を用いて化学的自由エネルギーの観点からの平衡状態からの偏倚を評価した。

また、変形中の相構成の変化のその場観察を、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 BL19 匠 (工学材料回折装置) を用いて行った。図 2 は熱間・温間加工中のその場中性子回折実験における測定系の模式図である。Bragg 反射の位置・強度・プロファイルを詳細に解析することで、材料の内部応力・相分率・転位・集合組織を時系列で評価できる。マクロな変形応力-ひずみ曲線の同時測定で加工による機械的仕事量を評価するとともに、格子定数測定から応力下変態により発生する弹性ひずみエネルギーを抽出した。また、プロファイル解析

による各相の転位密度測定および転位のひずみエネルギーの評価、EBSD 解析を用いた組織中の粒界同定による粒界エネルギーの評価をそれぞれ行った。

さらに、代表的 $\alpha+\beta$ 型チタン合金である Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Cr-4Mo(Ti-17)合金について、同じく熱間加工シミュレーターを用いて種々の条件での二相域圧縮加工を施し、変形中の応力-ひずみ曲線を得るとともに、途中段階での急冷によって組織評価を行った。温間加工+長時間焼鈍を施した後組織観察を行い、相分率および組成分配の評価により、無応力下の静的な平衡状態を決定し、圧縮温間加工を施した試料と比較することで、平衡状態からの偏倚量を評価し、静的および動的変態挙動の解明を行った。

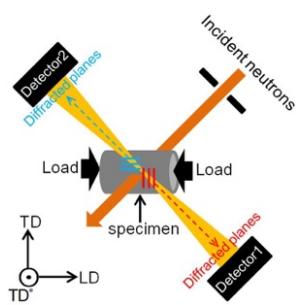


図 2 J -PARC MLF-BL19 での加工中の相構造および格子定数変化のその場測定実験の模式図。

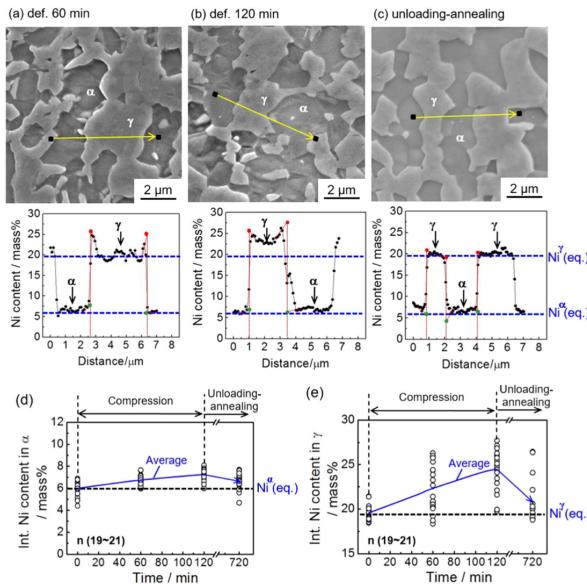


図 3. 873K, $1.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ での(a)60 分($\varepsilon = 0.43$), (b) 120 分($\varepsilon = 0.86$) 恒温圧縮材⁸および (c) 除荷後保持材の SEM 写真および Ni 分配の EDX 測定結果. (d),(e) α および γ 側の界面 Ni 組成の変化.

3. 実験結果

3.1. Fe-14mass%Ni 合金の ($\alpha+\gamma$) 二相域変形時の動的変態挙動¹⁾

図 3 は、Fe-14Ni 合金を 873 K で初期ひずみ速度 $1.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で圧縮変形し、その後除荷して同じ温度で焼鈍した際の二相組織の形態および Ni 分配挙動の変化を示したものである。圧縮前初期組織ではすでに α/γ 界面での特定の結晶方位関係は失われており、界面易動度は高い状態にあると考えられる。変形初期には α 相の分率が徐々に増加し、それに伴って Ni の界面組成も平衡状態から高濃度側にずれることがわかる。一方、除荷後の長時間焼鈍では、界面組成は平衡状態に戻っていることから、圧縮変形時に平衡状態からの偏倚が起こることがわかる。

図 4 は、圧縮変形中のその場中性子回折実験によって測定した LD および TD 方向の平均相ひずみおよび真応力の変化の評価結果である。相ひずみは、Ni 濃度変化による等方的なひずみ成分を取り除いた結果を示している。(a)を見ると、変形初期に LD 方向の圧縮ひずみが両相とも増加した後、徐々に変形が進むにつれて低下している。一方(b)では、TD 方向の引張ひずみが変形初期の増加後は徐々に低下しているが、変形後期で γ 相中で再度増加に反転している。除荷時は、LD 方向ではひずみが除荷直後になくなるが、TD 方向では除荷後も γ 相中に引張ひずみが残存しているのがわかる。(c)はひずみの測定結果より相応力を評価した結果である。 γ 中の応力分配は LD 方向ではより大きく、平均応力は実際の変形応力と良い一致を示している。一方、TD 方向の応力成分は小さいこともわかる。

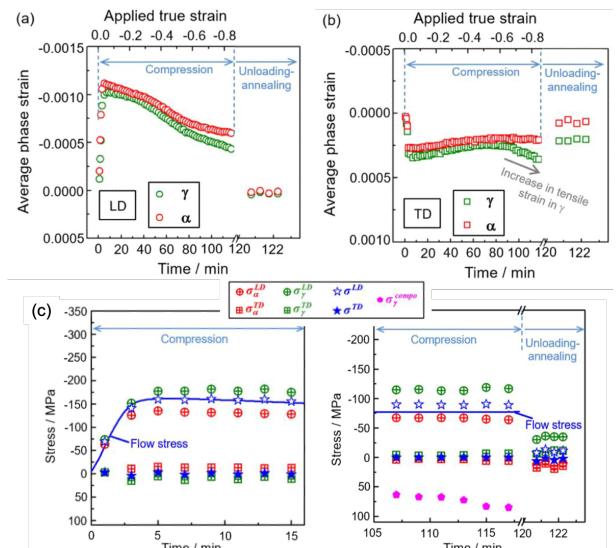


図 4. (a) LD 方向,(b) TD 方向の平均相ひずみ、および(c) 対応する真応力の変化。

本研究では、変形時の弾性および組成仕事の自由エネルギーにおよぼす寄与を考慮して、二相平衡状態の偏倚を評価した。図 5(a)は α 相および γ 相の界面 Ni 組成の評価よ

り、相変態時のヘルムホルツの自由エネルギーの化学成分の変化を示す模式図である。以下では界面での Fe 原子の移動にともなうエネルギー変化を $\delta F_{chem,int}^{\gamma \rightarrow \alpha}$ として評価した。(b)は $\delta F_{chem,int}^{\gamma \rightarrow \alpha}$ の圧縮変形および除荷後焼鈍による変化を示している。変形の進行にともなって、変形前の平衡状態でゼロであったエネルギー変化が変形の進行によって増加し、120 分後すなわち $\varepsilon = 0.86$ の時点では 280J/mol に達していることがわかる。また除荷後の長時間焼鈍によりその値は再びゼロに戻ることも確認できる。これは、圧縮変形時に弾性および塑性変形によるひずみエネルギー、さらに系に作用した仕事が寄与して α 相への動的変態が促進されたことを示すものである。

以上、本研究の実験結果より、鉄鋼の最も重要な相変態である $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態において、二相組織の相平衡におよぼす応力・ひずみの動的効果を定量的に評価することができ、新たな熱力学的モデルの構築により、動的変態挙動の理解が深化したと言える。

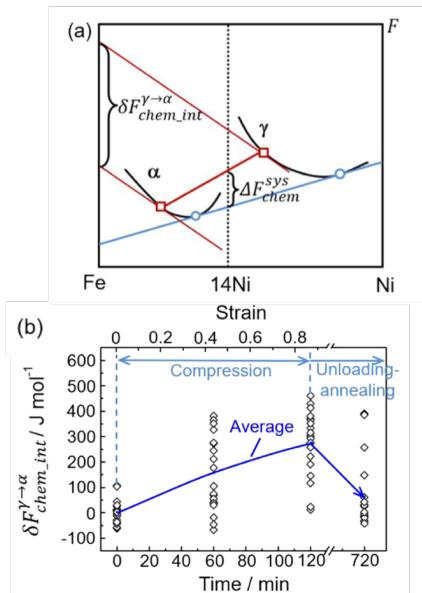


図 5 (a) 平衡状態からの組成偏倚が存在する時のヘルムホルツの自由エネルギーの化学成分の系全体 ΔF_{chem}^{sys} および界面 $\delta F_{chem,int}^{\gamma \rightarrow \alpha}$ での変化、(b) 873K, 1.2×10^{-4} s⁻¹ 圧縮変形および除荷後焼鈍による $\delta F_{chem,int}^{\gamma \rightarrow \alpha}$ の変化。

3.2. Ti-17 合金の($\alpha+\beta$)二相域および β 単相域での圧縮加工時の動的 α 変態挙動

本研究では、以前 ($\alpha+\beta$) 二相域変形中の組織変化を検討した Ti-17 合金(Ti-5.1Al-3.9Mo-4Cr-2Sn-2Zr-0.1O (wt%))²⁾について、 β 変態点 (880°C) 上下での圧縮変形時の相分率の変化を評価した。

図 6(a)は二相域である 800°Cにおいてひずみ速度 $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$ s⁻¹ (2min で 70%圧縮) および 3.1×10^{-3} s⁻¹ (20min で 70% 圧縮) で変形した時の α 相分率の変化を示している。ひず

み速度が大きい場合には、体積率に変化はほとんど見られないが、ひずみ速度が小さい場合には、変形の進行とともにない体積率が増加する。(b)は種々のひずみ速度で変形した場合の、流動応力の変化を示している。流動応力は変形初期でピーク応力に達した後、動的回復・再結晶により低下する。その後一部の変形条件で応力が増加するのは圧縮面で変形拘束が起こったための見かけの現象である。

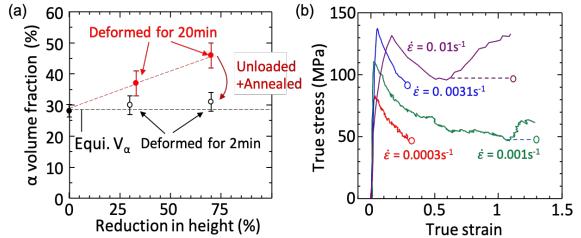


図 6 800°Cにおいて種々のひずみ速度で圧縮変形した場合の(a) α 相分率、および(b)流動応力のひずみ増大にともなう変化。

図 7(a)に、800°C圧縮時の流動応力と α 相分率の関係を示す。 α 相分率の平衡からの偏倚量の大小関係は変形応力との相関は見られない。(b)は 3.1×10^{-3} s⁻¹ で圧縮変形した場合の変形の進行にともなう二相間の Mo および Al 分配の EDX 測定結果である。 α 相には Al が濃縮する一方、 β 相には Mo が濃縮するが、変形の進行にともない α 相分率が増加し、両相中の各元素の濃縮もさらに進行していることがわかる。以上より、800°Cでの二相域変形により平衡状態の偏倚が生じていることが示唆される。

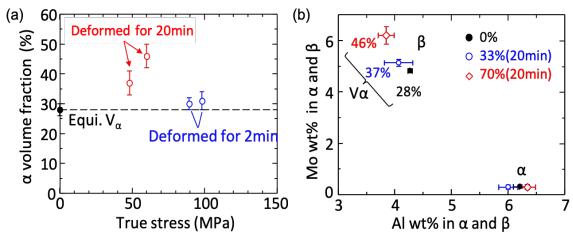


図 7 (a) 800°Cでの流動応力と α 相分率の関係、および (b) 流動応力のひずみ増大にともなう変化。

図 8 の SEM 写真は、 β 変態点直上の 900°C, 3.1×10^{-3} s⁻¹ での圧縮変形およびその後の焼鈍による組織変化を示す。900°Cでの単純焼鈍では α 相の析出が見られないが、70% 圧縮変形材では約 5% の α 相析出が生じている。このような析出 α はその後の長時間焼鈍により消滅することから、変形中の動的 α 析出が起こっていることが明らかとなった。このような動的析出は 920°Cでもわずかに見られるが、940°C変形時では β 単相状態となることがわかる。

以上の結果より、チタン合金の高温変形時でも、Fe-Ni 合金と同様に、応力・ひずみの影響によって α 相がより安定

化し、動的 α 変態が発現することが示された。

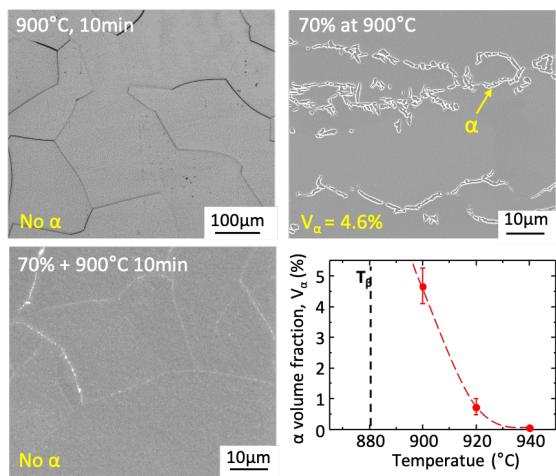


図 8 900, $3.1 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$ での圧縮変形および除荷後の焼鈍による組織変化を示す SEM 写真、および β 単相域での 70% 変形材における動的 α 変態相分率。

4. 結言

本研究において、鉄合金の $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態、チタン合金の $\beta \rightarrow \alpha$ 変態において、高温変形時の応力・ひずみ効果によって低温相がより安定化する平衡状態の偏倚、すなわち動的変態が発現することが明らかになった。しかしながら、その現象には、組成変化や弾性および塑性応力・ひずみ場のみならず、系に作用する機械的な仕事の履歴も影響することから、この制御原理の構築にはより系統的な検討が必要であることが示唆される。今後の研究の進展に期待したい。

参考文献

- 1) Lian Li · Goro Miyamoto · Yongjie Zhang · Miaoquan Li · Satoshi Morooka · Katsunari Oikawa · Yo Tomota · Tadashi Furuhasha: Journal of Materials Science and Technology, 184(2024), 221.
- 2) Elango Chandira · Yuya Nagata · Fei Sun · Goro Miyamoto · Tadashi Furuhasha: Metallurgical and Materials Transactions. A, 52A(2021), 3107.