

TRIP 鋼の高速変形挙動の解明と加工誘起変態の温度・ひずみ速度依存性

研究代表者 兵庫県立大学 准教授 土田紀之

1. 緒言

鉄鋼材料の強化機構の中で、高強度、高延性、優れた高速変形挙動が期待されるものに TRIP(Transformation Induced plasticity)効果がある[1, 2]. TRIP 効果は鉄鋼材料に発現する特徴的な強化機構であり、オーステナイト(γ)組織の一部が強度の高いマルテンサイト(α)組織に変態する(加工誘起変態)ことにより高強度、高延性が得られると言われている. TRIP 効果の研究は準安定オーステナイト鋼[3]から始まり、低温用 Ni 鋼[4]の研究成果が報告された後、低炭素鋼に Si を添加した TRIP 型複相鋼[5-7]が注目され、優れた高速変形挙動より近年では自動車用材料としての利用が進められている. TRIP 効果については、 γ から α への加工誘起変態が重要であることは明らかだが、変形中の加工誘起変態挙動と γ 、 α 組織の役割を詳細にまた定量的に解明する研究はほとんど見あたらない. さらには、衝突安全性や耐震性を見据えた高速変形時の変態挙動は未知の部分が多い. この点が明らかとなれば、優れた TRIP 効果の条件と TRIP 鋼の材料設計指針を示すことが可能となり、TRIP 鋼の適用拡大に繋がるのが期待できる.

以上のことから本研究では、TRIP 効果の定量的解釈を目的とし、加工誘起変態挙動を大きく変化させる試験温度の影響に着目し、様々な温度における基礎データを整理することで、優れた TRIP 効果を得るための加工誘起変態挙動の理解と定量化を試みた. 加工誘起変態挙動の定量化は TRIP 鋼の特性予測モデル構築へと発展させ、優れた TRIP 効果を得るための条件を計算の立場より明らかとし、材料設計指針の提示に繋げることも可能である. 本研究における特徴としては、①温度・ひずみ速度依存性の整理、②変形時の加工誘起変態挙動の温度依存性と TRIP 効果により優れた均一伸びを得るための条件提示、③その場中性子回折実験によるオーステナイト相の変形に関する考察、に大別される.

2. 実験方法

本研究では、市販の準安定オーステナイト鋼である SUS304 鋼を用いた. 光学顕微鏡を用いて各面の組織観察を行い、平均結晶粒径を測定した. 静的引張試験は、平行部長さ 25 mm, 幅 5 mm, 厚さ 1.5 mm の板状試験片を作製し、ギア駆動式引張試験機を用いて恒温槽により試験温度を 123 から 373 K の間で変化させ、初期ひずみ速度 $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の条件にて行った. 引張試験は破断まで行くとともに、試験を途中で中断し、ひずみ量の異なる試料を準備した. また、常温にてひずみ速度 10^0 から 10^3 s^{-1} までの高速引張試験を行った. この時、平行部長さ 6 mm, 幅 2 mm, 厚さ 1.2 mm の試験片を準備し、試験は検力ブロック式試験機を用いて行った.

引張試験を途中で中断し異なるひずみを与えた試料は、X 線回折によりオーステナイトとマ

ルテンサイトの体積率を測定した. X 線回折は $K\alpha$ -Cu 線を用いて, 管電圧 40 kV, 管電流 30 mA, 回折速度 $2\theta=1^\circ/\text{min}$ の条件で回折角 $2\theta=40\sim95^\circ$ の範囲で測定を行った. この時試料は表面の加工層を電解研磨により除去した. X 線回折結果より, 測定された各相, 各ピークの積分強度と, Bragg 角 θ , ミラー指数(hkl), 物質の種類に依存する定数を求め, 各相の体積率を算出した[8].

引張変形中のオーステナイト相の変形を考察する目的で, 引張変形中のその場中性子回折実験を行った. 本実験は, 日本原子力研究開発機構の角度分散型残留応力解析装置 RESA(波長 $\lambda=1.6\text{\AA}$)を用いた[9]. この時の引張試験片形状は, 平行部長さ 80 mm, 平行部幅 3 mm である. 弾性および塑性域の引張負荷状態において, 引張方向に対して垂直なオーステナイト(111), (200), (311)結晶粒群からの Bragg 回折を測定した. 回折プロファイルからは, 格子面間隔を求め, 格子ひずみを算出するとともに, 変形に伴う回折積分強度の変化等を求めた.

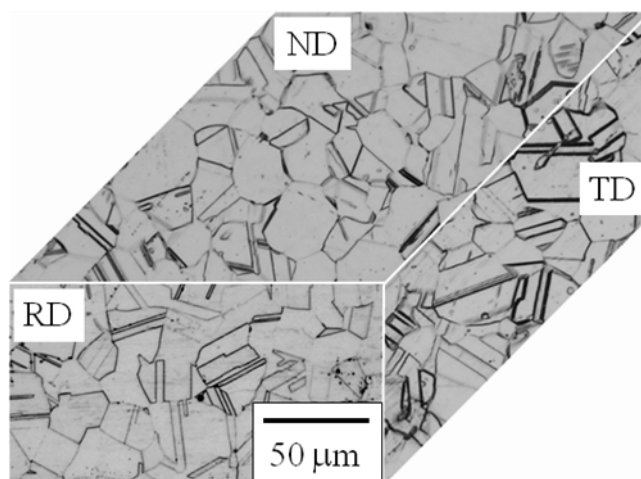


Fig. 1 Optical micrographs of the SUS304 steel, where RD means rolling direction, ND normal direction, TD transverse direction, respectively.

3. 結果と考察

Fig. 1 に, SUS304 の光学顕微鏡写真を示す. 組織はオーステナイト単相であり, 組織写真を用いて線分法により平均結晶粒径を求めたところ $23\text{ }\mu\text{m}$ であった.

Fig. 2 には, 種々の試験温度における引張試験で得られた公称応力-ひずみ曲線を示す. 各温度における 0.2%耐力, 引張強さ, 均一伸びは, Fig. 3, Table 1 に整理した. 373 K から試験温度が低下するに従って引張強さは増大した. また, 均一伸びは常温(296 K)より少し高い 308 K にて最大の値を示し, これは全伸びについても同様であった. 0.2%耐力については 243 K までは増大したが, 温度がそれ以下になると低下した. これはオーステナイト相が降伏する前に加工誘起変態が起こったためであると考えられ, このことから SUS304 鋼の M_s^σ 点は 243 K 付近であることがわかった.

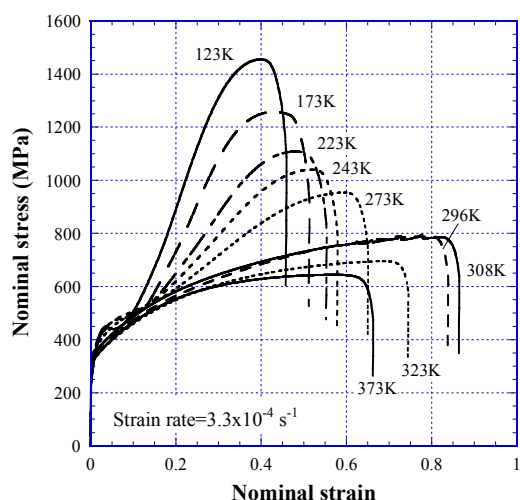


Fig. 2 Nominal stress-strain curves in the SUS304 steel at various temperatures.

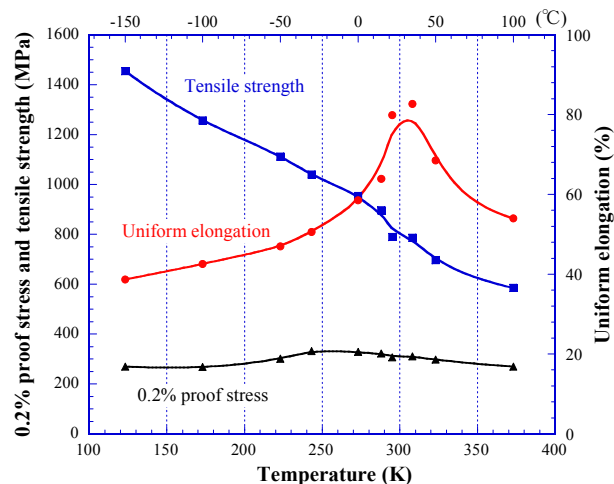


Fig. 3 Mechanical properties as a function of test temperature in the SUS304 steel.

Table 1 Mechanical properties obtained by tensile tests at various temperatures with a strain rate of $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Temperature (K)	0.2% proof stress (MPa)	Tensile strength (MPa)	Uniform elongation (%)	Total elongation (%)
123	280	1455	38.6	45.5
173	268	1257	42.6	50.9
223	302	1112	47.0	55.0
243	325	1040	50.7	57.6
273	313	954	58.7	64.8
288	329	897	63.9	68.8
296	307	790	79.9	83.6
308	311	786	82.7	85.2
323	298	696	68.5	74.3
373	270	585	54.0	64.0

SUS304 鋼の温度依存性のうち、特に均一伸びの変化については変形中の加工誘起変態挙動が密接に関係していると思われる。そこで、引張試験を行った条件のうち 123, 243, 273, 296, 308 K の 5 種類の試験温度における、変形に伴うオーステナイトと加工誘起マルテンサイトの体積率を X 線回折により算出した[8]。その結果を Fig. 4 に示す。横軸のひずみとともにマルテンサイト体積率は増加し、同じひずみ量におけるマルテンサイト体積率は温度低下とともに増加した。なお、Fig. 4 に示したプロットは X 線回折により算出した結果であり、各温度における挙動を示した曲線は、下記に示す Matsumura ら[10]が提案した式を用いて記述した計算結果である。

$$V_{\alpha} = 1 - \left(\frac{V_{\gamma_0}}{1 + (k/q)V_{\gamma_0}\varepsilon^q} \right) \quad (1)$$

ここで、 ε は真ひずみ、 V_{α} はマルテンサイト体積率、 V_{γ_0} は初期オーステナイト体積率、 k と q は定数であり、これらは実験結果をもとに決定した。Fig. 4より、優れた均一伸びを示した 308 K の結果について見ると、非常に多くのオーステナイトがマルテンサイトに変態しているわけではなく、均一伸び付近におけるマルテンサイト体積率は約 50 %であった。また、オーステナイトの加工安定性を見る指標のひとつに Md30 点があるが、ひずみ 30 %加えたときのマルテンサイト体積率は約 5 %であった。

Fig. 5 には、Fig. 4 の結果を元にひずみに対する加工誘起変態の速度について計算した結果である。いずれの温度においても、変態速度は変形開始から上昇し、最大速度を過ぎてからは低下した。この時、低温であるほど最大速度は低ひずみ側にあり、また最大変態速度は大きくなった。308 K の場合、最大の変態速度は約 2 (ひずみ 1 %加えたときに 2 %マルテンサイトに変態する)であり、これは 308 K とほぼ同じ均一伸びであった 296 K の場合も同様であった。また、最大変態速度を迎えるひずみは真ひずみで 0.4 または 0.5 であり、引張変形の後半であった。これまでの報告では、最大の TRIP 効果はネッキング開始前後や変形の後半に加工誘起変態が起こることであると述べられており、本実験結果はこれと一致した。

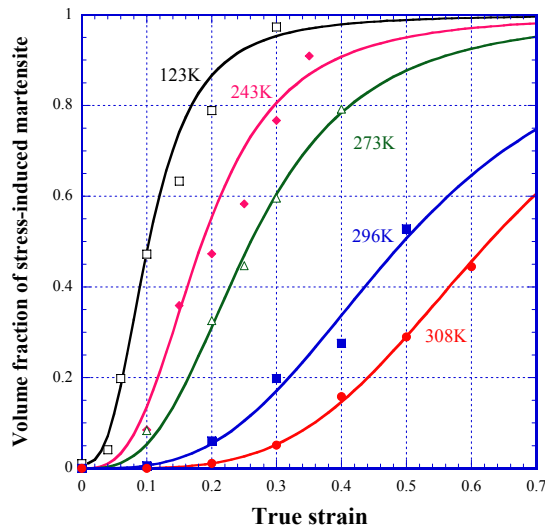


Fig. 4 Volume fraction of stress-induced martensite as a function of true strain at various temperatures.

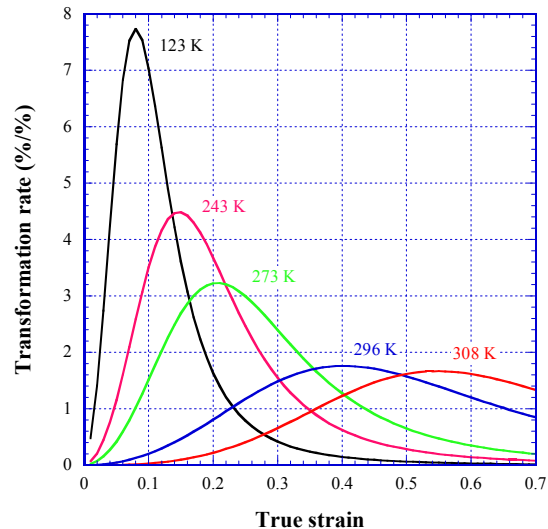


Fig. 5 Stress-induced transformation rate as a function of true strain at various temperatures.

以上のことから、SUS304 鋼において TRIP 効果により優れた均一伸びが得られる加工誘起変態の条件としては、①ひずみ 30 %加えたときのマルテンサイト体積率が 5 %程度であること、②ひずみ 1%加えたときのマルテンサイト体積率は 2 %以下であることが望ましい、ことの 2 点が明らかとなった。

次に、ひずみ速度依存性について検討した結果として、Fig. 6に296 Kにてひずみ速度を変えて引張試験を行った時の公称応力-ひずみ曲線を示す。ひずみ速度が高くなるにしたがって0.2%耐力は増大したが、引張強さや均一伸びはFig. 2, 3で示したような温度依存性とは異なる挙動を示した。しかしながら、SUS304鋼のひずみ速度依存性についても変形中の加工誘起変態挙動が重要な役割を果たしていると考えられる。準安定オーステナイト鋼のひずみ速度依存性については、高木ら[11]がSUS301L鋼を用いてひずみ速度 $10^{-3} \sim 10^3 \text{ s}^{-1}$ の範囲での引張試験を行い、加工誘起変態によるマルテンサイト体積率についても調査を行った。その結果、同じひずみを加えたときのマルテンサイト体積率はひずみ速度とともに減少し、ひずみ速度 10^0 s^{-1} 以上になると体積率はほとんど変化がないことがわかった。加工安定性は異なるが同じ準安定オーステナイト鋼であるSUS304鋼にも同様のことが起こっていると考え、 10^{-4} s^{-1} と 10^1 s^{-1} 以上の結果で均一伸びが異なる理由は、加工誘起マルテンサイト体積率が減少したことが関係していると考えられる。一方で、 10^1 s^{-1} 以上のひずみ速度では変形に伴う加工誘起変態挙動に大きな違いがないとすると、通常のひずみ速度依存性のみで応力-ひずみ曲線や機械的特性が変化していると考えることができ、引張強さはひずみ速度とともに増大する一方で、均一伸びは減少したことが変形に伴う γ と α の体積率変化より推察することができる。通常、変形応力の温度・ひずみ速度依存性は、転位運動の熱活性化過程によって議論することができる[12]。熱活性化過程が成立する温度とひずみ速度域では、変形応力におよぼす温度とひずみ速度の影響は等価であると考えられ、本実験結果についても、ほぼ γ 単相の変形応力である0.2%耐力については熱活性化過程で変形応力を議論できると思われる。しかしながら、加工誘起変態挙動については温度、ひずみ速度の等価性は成り立たず[13]、特にひずみ速度依存性の結果については加工誘起変態挙動がどのように整理できるかについては更なる検討が必要である。

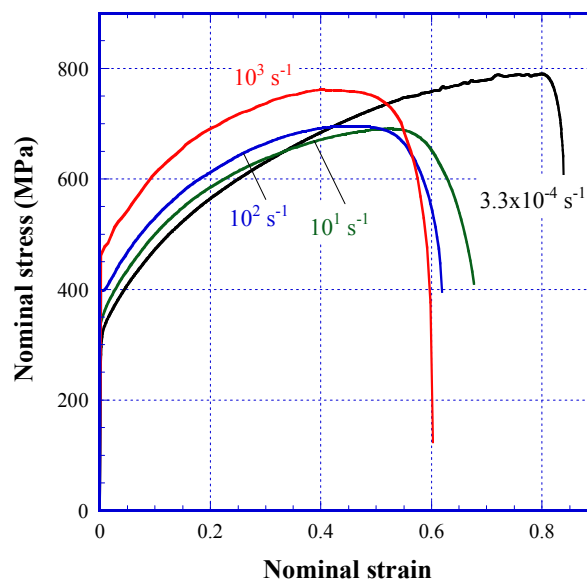


Fig. 6 Nominal stress-strain curves with various strain rates at 296 K in the SUS304 steel.

最後に、その場中性子回折実験結果について述べる。Fig. 7 には、SUS310S, SUS304, SUS301L の 3 種類のオーステナイト系ステンレス鋼におけるオーステナイト相の格子面ひずみの変化を公称応力に対して整理した。ここで取り上げた 3 種類のオーステナイト鋼については、SUS310S 鋼が安定オーステナイト鋼、SUS304 と 301L 鋼は準安定オーステナイト鋼であり、Ni 当量より考えると、304 鋼の方がオーステナイトの加工安定性が高い[14]。また、Fig. 7 に示した格子面ひずみとは、変形に伴う各面のピーク角度より求められる格子面間隔の変化から得られるひずみである[15]。

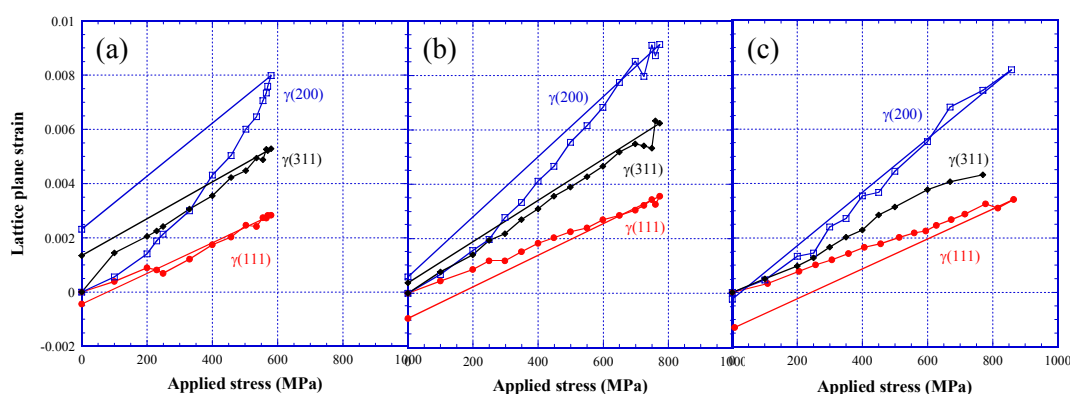


Fig. 7 Lattice plane strain as a function of applied stress obtained by in-situ neutron diffraction experiments in the SUS310S (a), SUS304 (b), SUS301L (c).

各オーステナイト鋼とも、(111)格子面ひずみの変化が小さく、一方で、(200)格子面ひずみの変化は大きく、(311)格子面ひずみはその中間的な変化であった[16]。このことから、(200)は硬質粒、(111)は軟質粒であると判断できる。また、同じ公称応力における各面の格子面ひずみを 3 種類の試料で比較すると、加工誘起変態が起こり、マルテンサイト体積率が多くなるほど、オーステナイトの格子面ひずみは小さくなっていた。これはマルテンサイト体積率が多いほど、オーステナイト相がより変形しやすくなっていることを意味し、これはオーステナイト相とマルテンサイト相の応力分配と関係しているものと思われる。さらに、除荷後の残留格子面ひずみの大きさを見ると、310S 鋼と 304 鋼は硬質粒は引張、軟質粒は圧縮であるのに対して、一番マルテンサイト体積率の多かった 301L 鋼は、硬質粒である(200)面も圧縮であった。これは、変形によってある程度のマルテンサイト変態が起こると、オーステナイト単相の変形からオーステナイトとマルテンサイトの 2 相の変形へと変化することで、マルテンサイト相が硬質相として働き、マルテンサイト相に引張の残留ひずみが残ったことが予想される。Fig. 7 では通常オーステナイト相中の不均一変形を見ているが、上記の違いはこれに他の相の影響による不均一変形が重なっていることを表している。

以上、3 種類のオーステナイト鋼の中性子回折実験より、加工安定性によってオーステナイト相が担う変形に違いが見られることがわかった。

4. まとめ

- (1) 準安定オーステナイト鋼である SUS304 鋼を用いて様々な温度で引張試験を行った。この時、引張強さは温度低下とともに増大し、均一伸びは 308 K の時に最大の値を得た。
- (2) SUS304 鋼における均一伸びの温度依存性について、加工誘起変態挙動の観点から整理を試みた。その結果、TRIP 効果により優れた均一伸びを得るための加工誘起変態の条件は、ひずみ 30 %加えたときのマルテンサイト体積率は約 5 %であることと、ひずみに対する加工誘起マルテンサイトの変態速度は 2 以下であることの 2 点が明らかとなった。
- (3) その場合中性子回折実験により、SUS304をはじめ、SUS310S, SUS301L 鋼におけるオーステナイト相の変形について検討した。その結果、個々の $[hkl]$ 配向結晶粒により塑性変形量が異なることや、変形とともに変態する加工誘起マルテンサイトによりオーステナイト相の変形が影響を受けることなどが示された。

謝辞

本研究は、JFE21 世紀財団技術研究助成より援助を受けて実施しました。関係各位に深く感謝申し上げます。

参考文献

- [1] V.F. Zackay, E.R. Parker, D. Fahr, R. Bush, *ASM Trans.*, 60 (1967), 252.
- [2] I. Tamura, *Met. Sci.*, 16 (1982), 245.
- [3] T. Angel, *JISI*, (1954), 165.
- [4] K. Nagai, K. Shibata, T. Fujita, Y. Ujiie, *Trans. ISIJ*, 22 (1982), 696.
- [5] S. Hashimoto, T. Kashima, S. Ikeda, K. Sugimoto, *Tetsu-to-Hagane*, 88 (2002), 400.
- [6] O. Akisue, T. Hada, *Met. Technol.*, 65 (1995), 287.
- [7] Y. Tomota, H. Tokuda, Y. Adachi, M. Wakita, N. Minakawa, A. Moriai, Y. Morii, *Acta Mater.*, 52 (2004), 5737.
- [8] B.D. Cullity: *Elements of X-ray Diffraction*, 2nd. ed., (AGNE, Tokyo, 1992), 377.
- [9] 友田陽, ふえらむ, 15 (2010), 17.
- [10] O. Matsumura, Y. Sakuma and H. Takechi, *Scripta Mater.*, 21 (1987), 1301.
- [11] Y. Takagi, Y. Nakahara, R. Ueki, K. Kunishige, *CAMP-ISIJ*, 21 (2008), 1463.
- [12] P.S. Follansbee and U.F. Kocks, *Acta Metall.*, 36 (1988) 81.
- [13] L. Samek, E.De. Moore, J. Penning, and B.C.De Cooman, *Metall. Mater. Trans A*, 37A (2006), 109.
- [14] M. Sanga, N. Yukawa and T. Ishikawa, *J of the JSTP*, 41 (2000), 64.
- [15] K. Tanaka and Y. Akiniwa, *J. Soc. Mat. Sci. Japan*, 47 (1998), 1301.
- [16] M. Ojima, Y. Adachi, Y. Tomota, K. Ikeda, T. Kamiyama, Y. Katada, *Mater. Sci. Eng.*, A527 (2009), 16.