

# 巨大ひずみ加工とマルテンサイト変態を融合した 新規な加工熱処理による超高強靱鋼の開発

## Development of Novel High Strength and Tough Steel through the Combination of Severe Plastic Deformation and Martensitic Transformation

京都大学大学院工学研究科材料工学専攻 助教 柴田 暁伸

Department of Materials Science and Engineering, Kyoto University, Akinobu Shibata

### 1. 緒言

金属材料を構成する結晶粒を微細化すれば、Hall-Petch 関係に従って、種々の力学特性が向上することが知られており、結晶粒微細化は金属材料の組織制御において常に重要な研究課題である。近年、Equal-Channel Angular Pressing (ECAP)、High Pressure Torsion (HPT)、Accumulative Roll Bonding (ARB) などの、形状を変化させることなく、材料に塑性加工を施すことができる加工法が開発された。このような加工法により、材料に極めて大きな塑性加工（巨大ひずみ加工）を施すと、結晶粒径が  $1\mu\text{m}$  以下の超微細結晶粒材料が得られることが明らかとなった [1-3]。この超微細結晶粒材料は、従来はトレード・オフの関係であった強度と延性・靱性を両立することが可能であるため、巨大ひずみ加工に関してこれまで非常に多くの研究がなされてきている。

一方、従来から金属材料の力学特性向上は相変態を利用して成し遂げられてきた。特に鉄鋼材料におけるマルテンサイト変態によって得られる組織は非常に硬い組織であり、ほとんどの高強度鋼の基地組織となっている。そのため、巨大ひずみ加工により得られる超微細結晶粒組織とマルテンサイト変態を組み合わせることによって、力学特性が飛躍的に向上する可能性がある。しかし、巨大ひずみ加工によって得られる超微細結晶粒組織からのマルテンサイト変態を調べた研究はほとんどない。そこで本研究では鉄鋼材料における超微細結晶粒オーステナイト組織から生成したマルテンサイトの組織的特

徴・結晶学的特徴を明らかにするとともに、その力学特性を調べることを目的とした。

### 2. 実験方法

試料として Fe-24Ni-0.3C (mass %) 合金を用いた。真空溶解材を熱間圧延および冷間圧延によって厚さ  $1\text{mm}$  の板材に成形した。この試料のマルテンサイト変態開始温度 ( $M_s$  点) は  $245\text{K}$  である。超微細結晶粒オーステナイト組織を得るために、本研究では巨大ひずみ加工法の一つである ARB 法 [4、5] を用いた。ARB 処理の模式図を Fig. 1 に示す。接合する面に表面処理（アセトンによる脱脂とワイヤブラッシング）を施した 2 枚のオーステナイト化処理後の板材を積層し、オーステナイト域である  $873\text{K}$  で圧下率  $50\%$  の接合圧延を施し、直ちに室温まで水冷した。その後、圧延された板材を長手方向に 2 等分し、表面処理を施した後に重ね合わせ、再度、 $873\text{K}$  で圧下率  $50\%$  の接合圧

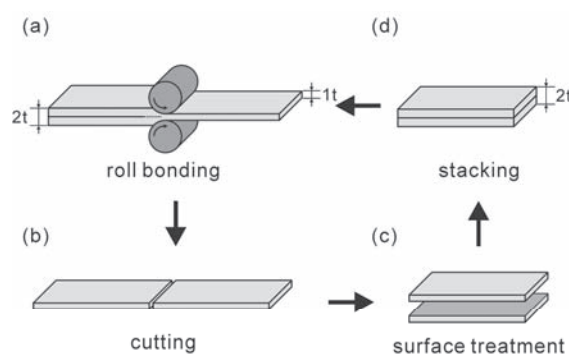


Fig. 1 Schematic illustration showing the principle of the accumulative roll bonding (ARB) process.

延を施した。この処理を繰り返すことによって、試料の形状を変化させることなく、試料にひずみを導入することができる。本研究ではこの ARB 処理を最大で 6 サイクル施し、相当ひずみ 4.8 の巨大なひずみを試料に導入した。また 6 サイクルの ARB 処理後、873 K で 1.8 ks で焼鈍した試料も作製した。

組織観察には光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡 (SEM, FEI: XL30S-FEG)、SEM により得られる電子線後方散乱回折図形 (SEM / EBSD) を用いた。

### 3. 実験結果

Figure 2 に初期オーステナイト、6 サイクル ARB 処理後のオーステナイト、6 サイクル ARB 処理後に 873 K で焼鈍処理を施したオーステナイトの SEM / EBSD 解析により得られた粒界マップを示す。方位差が  $2 \sim 15^\circ$  の小角粒界を灰色の線、方位差が  $15^\circ$  以上の大角粒界を黒色の線で表している。初期オーステナイト (Fig. 2 (a)) は結晶粒径  $35 \mu\text{m}$  の等軸粒組織となっているが、6 サイクルの ARB 処理を施すことによって、等軸オーステナイト組織が RD に伸長したラメラ形状に変化していることがわかる (Fig. 2 (b))。6 サイクル ARB 処理後のオーステナイトの試料 ND に沿った大角粒界間隔は  $750 \text{ nm}$  であり、超微細結晶粒組織となっている。ところが内部には高密度の小角粒界が存在しており、また高密度の転位の存在も TEM 観察によって確認された。そのため、Fig. 2 (b) に示した 6 サイクル ARB 処理を施したオーステナイトは超微細結晶粒組織であるが、加工組織の特徴を有していると言える。また Fig. 2 (c) に示すように、6 サイクル ARB 処理後に 873 K で焼鈍処理を施すことによって、オーステナイトは再結晶し、粒径  $2.5 \mu\text{m}$  の等軸粒組織となっている。Figure 2 (a)、(b)、(c) のオーステナイトをそれぞれ粗大結晶粒オーステナイト、超微細結晶粒オーステナイト、微細結晶粒オーステナイトと以下では呼ぶ。

Figure 3 (a) は粗大結晶粒オーステナイト ( $d \gamma = 35 \mu\text{m}$ ) から生成したマルテンサイト

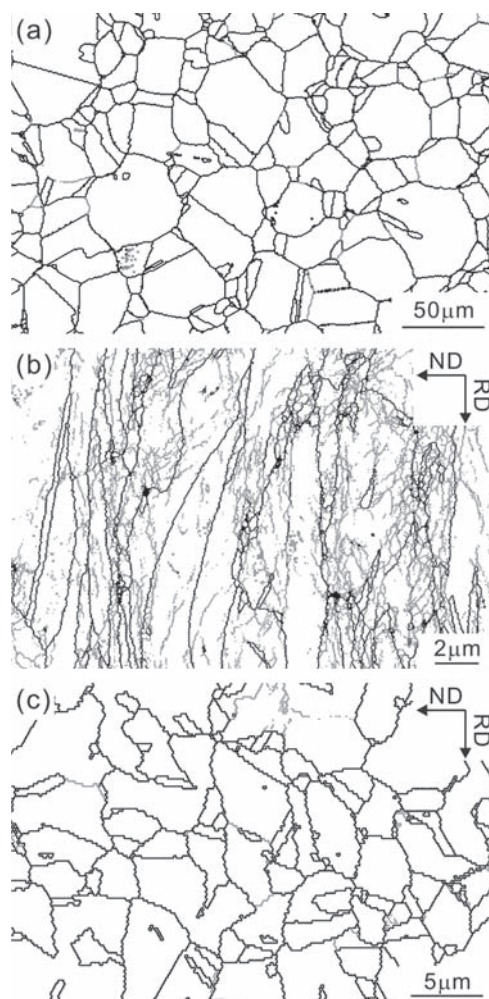


Fig. 2 Boundary maps of austenite obtained by EBSD measurements; (a) initial austenite, (b) after 6-cycle ARB processing, (c) after 6-cycle ARB processing and subsequent annealing at 873K for 1.8 ks. The gray lines represent boundaries with a misorientation of  $2^\circ - 15^\circ$ ; the black lines, boundaries with a misorientation above  $15^\circ$ .

の光学顕微鏡写真である。マルテンサイトはプレートタイプの形態を呈しており、マルテンサイトプレート中央部にミドリブと呼ばれる内部微視組織が存在している。このようなミドリブを内部に含むプレートタイプのマルテンサイトはレンズマルテンサイトと呼ばれている。Figure 3 (b)、(c) は微細結晶粒オーステナイト ( $d \gamma = 2.5 \mu\text{m}$ )、超微細結晶粒オーステナイト ( $d \gamma = 750 \text{ nm}$ ) から生成したマルテンサイトの SEM 像である。これらのマルテンサイトも中央部にミドリブが存在しており、Figure

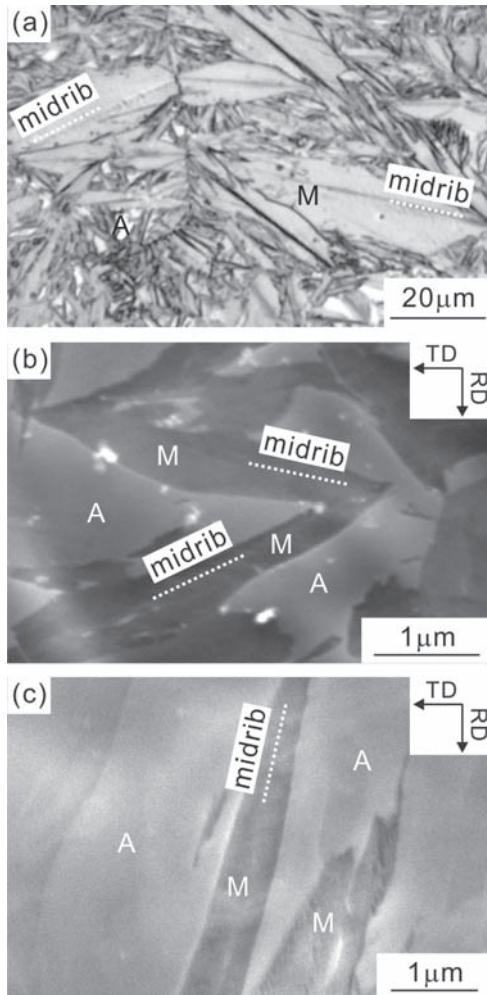


Fig. 3 (a) Optical microscope image of martensite transformed from the coarse-grained austenite ( $d\gamma = 35\ \mu\text{m}$ ); (b), (c) SEM images of martensite transformed from the fine-grained austenite ( $d\gamma = 2.5\ \mu\text{m}$ ) and ultrafine-grained austenite ( $d\gamma = 750\ \text{nm}$ ), respectively.

3 (a) と同様にレンズマルテンサイトが生成している。このことからオーステナイトの結晶粒径が  $35\ \mu\text{m}$  から  $750\ \text{nm}$  まで減少しても、生成するマルテンサイトの形態はほとんど変化しないということがわかった。

Figure 4 にマルテンサイトプレートのサイズとオーステナイトの結晶粒径の関係をまとめた結果を示す。Figure 4 中の点線はマルテンサイトプレートサイズとオーステナイト粒径が同じである関係を示している。Figure 4 から、オーステナイトの結晶粒径が粗大である場合、生成するマルテンサイトプレートのサイズはオース

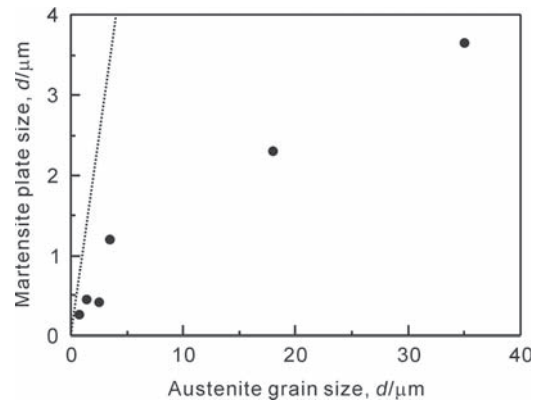


Fig. 4 Relationship between austenite grain size and martensite plate size.

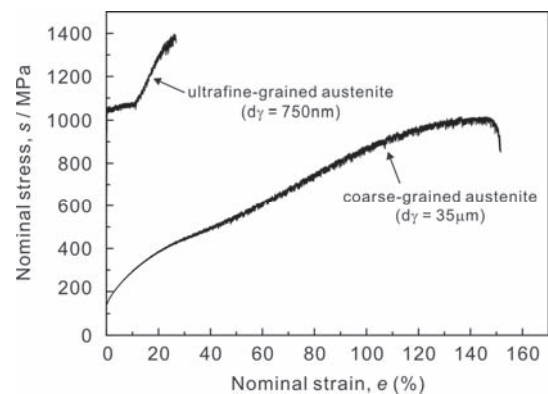


Fig. 5 Nominal stress - strain curves of the coarse-grained austenite ( $d\gamma = 35\ \mu\text{m}$ ) and ultrafine-grained austenite ( $d\gamma = 750\ \text{nm}$ ).

テナイト粒径と比較して、非常に微細となっていることがわかる。しかしオーステナイトの結晶粒径が  $2\sim 3\ \mu\text{m}$  以下になると、生成するマルテンサイトのプレートサイズはオーステナイト粒径とほぼ同じになっている。この結果は、母相オーステナイトの結晶粒径が減少すると、マルテンサイト変態においてバリエーション選択則が働くようになることを意味している。実際、SEM / EBSD を用いたバリエーション解析によって、超微細結晶粒オーステナイトからのマルテンサイト変態では、試料 RD に伸長したオーステナイトの粒形状がマルテンサイトのバリエーション選択則に大きく影響することが明らかとなっている [6]。また、オーステナイト結晶粒径の減少に伴って、マルテンサイトとオーステナイトの結晶方位関係も変化する [7]。

Figure 5 に粗大結晶粒オーステナイト ( $d\gamma$

= 35  $\mu\text{m}$ ) と超微細結晶粒オーステナイト ( $d\gamma = 750 \text{ nm}$ ) の引張試験における公称応力-公称ひずみ曲線を示す。粗大結晶粒オーステナイトの降伏応力は比較的低い、引張変形中にマルテンサイト変態が生じる、変形誘起マルテンサイト変態によって、非常に大きな延性を示している (TRIP 効果)。一方、超微細結晶粒オーステナイトも引張試験中に変形誘起マルテンサイト変態が生じている。超微細結晶粒オーステナイトは、粗大結晶粒オーステナイトと比較して、延性は低下しているが、降伏応力、引張強度が共に非常に高くなっていることがわかる。この結果は、超微細結晶粒組織とマルテンサイト変態を組み合わせることによって、力学特性が大きく向上する可能性を示唆するものである。

#### 4. まとめ

ARB 法により作製した超微細結晶粒オーステナイトから生成したマルテンサイトの組織的特徴・結晶学的特徴を調べた。その結果、マルテンサイトの形態や微視組織などの組織的特徴はオーステナイト粒径の減少によってあまり大きな変化は見られないが、バリエーション選択則や結晶方位関係などの結晶学的特徴は変化していた。また、粗大結晶粒オーステナイトと超微細結晶粒オーステナイトはともに引張試験中に変

形誘起マルテンサイト変態が生じるが、超微細結晶粒オーステナイトは粗大結晶粒オーステナイトと比較して非常に高い降伏応力や引張強度を有していた。

#### 謝辞

本研究を進めるに当たり、援助していただいた財団法人近畿地方発明センターに深く感謝いたします。

#### 参考文献

- [1] R.Z. Valiev, A.V. Korznikov, R.R. Mulyukov. *Mater. Sci. Eng. A*, 168 (1993) 141.
- [2] V.M. Segal. *Mater. Sci. Eng. A*, 197 (1995) 157.
- [3] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alecandrov. *Prog. Mater. Sci.*, 45 (2000) 103.
- [4] N. Tsuji, Y. Saito, H. Utsunomiya, S. Tanigawa. *Scr. Mater.*, 40 (1999) 795.
- [5] N. Tsuji, Y. Saito, S.H. Lee, Y. Minamino. *Adv. Eng. Mater.* 5 (2003) 338.
- [6] H.R. Jafarian, E. Borhani, A. Shibata, N. Tsuji. *J. Alloys Compd.*, accepted.
- [7] A. Shibata, H.R. Jafarian, N. Tsuji. *Mater. Trans.*, 53 (2012) 81.