

## 優れた強度延性バランスを持つ 0.15C-2Si-7%Mn 鋼および Ti-17 合金の 引張試験中の転位密度変化の測定

### In-situ Measurement of the Change in the Dislocation Density of 0.15C-2Si- 7Mn Martensitic Steel and Ti-17 Alloy with Excellent Strength – Ductility Balance

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

優れた強度・延性バランスを持つ 0.15C-2Si-7%Mn 鋼と Ti-17 合金の加工硬化挙動を解析するために、引張試験その場透過 X 線回折を行った。引張強さ 1.5 GPa 級の高強度材料鋼である 0.15C-2Si-7%Mn 鋼のマルテンサイト組織の加工硬化能に焦点をあて、加工硬化能、転位密度の上限やその増加挙動を明らかにした。また、Ti-17 合金に関しても、転位密度の増加挙動を調べた。

**キーワード：** フレッシュマルテンサイト、残留オーステナイト、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つても過言ではない。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。しかし、高強度であり、伸びも大きく、韌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、いわゆる革新的な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。すなわち、引張強さを上げれば、伸びや韌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、我々は研究(国家プロジェクト 产学共創基礎基盤研究プログラム ヘテロ構造制御)を推進してきた。また、現在では SIP (戦略的イノベーション創造プログラム) プロジェクトを推進中である。その成果として、0.1%C-2%Si-5%Mn 組成をベースとした 2 つのヘテロ組織を得た。一つはマルテンサイト組織で、引張強さ 1400 MPa 級で高延性と高韌性も同時に達成できる可能性を持つ。もう一つはフェライト+オーステナイト二相組織で、母相と分散相の微細化によって、引張強さは 1200 MPa レベルだが、30%を超える大きな一様伸びと局部伸びを併せ持つ。引張強さ x 全伸びバランスは、30000 MPa%を超えて、既存鋼に比べ極めて優れている[1-5]。その優れた力学的特性発現メカニズムを解明すれば、革新的構造材料開発の切り口を見いだすことができ、次世代自動車用ハイテンや航空機用 Ti 合金の開発につながる。

今回、さらなる強度・延性の向上を目指して、C 添加量を 0.15-0.20%に上げ、Mn 添加量を 7%に上げた材料を作製した。また、今回はマルテンサイト組織の加工硬化能に焦点をあてる。C 添加量を 0.15-0.20%、Mn が 7%と増えることによって、転位密度の上限やその増加挙動も、5%Mn の場合と異なるはずである。また、あらたに、航空機エンジン材料である Ti-17 合金の引張試験中の転位密度変化の測定も試みる。引張試験を行いながら X 線回折を行い、転位密度の増加をダイナミックにとらえることを目的とした。

#### 実験：

試料は鋼および Ti 合金であり、その組成は、Fe-0.15C-2.0Si-7Mn、Fe-0.2C-2.0Si-7Mn、Fe-0.3C-2.0Si-7Mn、および Fe-0.1C-2.0Si-10Mn、Fe-0.15C-2.0Si-5Mn、Fe-0.2C-2.0Si-5Mn である。また、SUS304、SUS316 も用いた。Ti 合金は、Ti-17 合金でその組成は Ti-5Al-2Zr-2Sn-4Mo-4Cr である。

また、Ti-6Al-4V 合金も用いた。Mn 鋼に関しては、真空溶解、鍛造、温間溝ロール圧延を物質・材料研究機構にて行う。初期組織を微細フェライト+セメンタイト組織としておく。その材料を大学において熱処理を行いマルテンサイト組織としておく。SUS304、SUS316 に関しては、兵庫県立大学の圧延設備で、 $1\text{ }\mu\text{m}$  超微細組織を作り出した。また、熱処理によって、 $2\text{ }\mu\text{m}$ 、 $5\text{ }\mu\text{m}$  組織も作り出しておく。Ti-17 合金に関しては、鍛造素材をそのまま用いる。

実験装置の概略を Fig.1 に示す。引張試験片試料は平行部長さ  $12\text{ mm}$ 、幅  $2.5\text{ mm}$ 、厚さ  $0.4\text{ mm}$  の引張試験片で、BL46XU のゴニオメータ上に設置した引張り試験機に取り付けた。1 次元検出器 Mythen を用いた。検出器の位置は、鉄の場合、 $2\theta$  が  $5\text{--}35^\circ$  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  $30\text{ keV}$  とした。材料は鉄鋼材料であるが板厚  $0.5\text{ mm}$  であれば十分な回折強度が得られた。引張速度はひずみ速度  $0.26\text{ mm/min}$  となるようを行った。引張荷重の測定には、最大荷重  $20\text{ N}$  のロードセルを用いる。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 線のピークは鉄の場合、フェライト相で  $(110)$ 、 $(200)$ 、 $(211)$ 、 $(220)$ 、 $(310)$ 、 $(321)$  の各面とオーステナイト相では、 $(111)$ 、 $(200)$ 、 $(220)$ 、 $(311)$ 、 $(222)$  である。1 次元検出器 Mythen を用いて、引張試験を行なながら X 線回折を同時に行なう、In-situ 引張試験 X 線回折を行なった。応力一ひずみ曲線を取得しながら、応力一ひずみ曲線に対応する X 線回折データを得た。データの測定間隔は、 $1\text{ s}$  程度とする。得られたデータをもとに、また、半値幅より、修正 Williamson-Hall 法を用いて転位密度および転位配列を示す係数 M を求めた。このとき、重要なのは、鋼の場合、フェライトの高角側の 3 本のピーク  $(220)$ 、 $(310)$ 、 $(321)$  で、特に重要なのは  $(321)$  であり、高いピーク強度が必要である。ピーク強度が低いと、修正 Williamson Hall 法を構成するパラメーターである Chkl や q といったコントラストファクターの算出の誤差が大きくなる。正確な転位密度や転位配列の算出には、高角側のピークに十分な強度が必要である。

### 結果および考察 :

半値幅変化から、修正 Williamson Hall 法により転位密度をもとめることができた。Fig.2 に  $5\text{Mn}$  鋼の結果を示す。

Fe-C-2.0Si-5Mn 鋼において、C 濃度を  $0.075\%$  から  $0.2\%$  まで上げることによって、 $0.15\%$  までは強度・延性ともに向上した。 $0.2\%$  まで上げると、強度はさらに上昇するものの、延性は低下した。

### 今後の課題 :

修正 Williamson Hall 法を用いて、転位密度変化を解析中を進める。

### 参考文献 :

- [1] 鳥塚史郎ら、平成 29 年度 SPring-8 産業新分野支援課題・一般課題（産業分野）実施報告書（2017B）、2017B1934.
- [2] 鳥塚史郎ら、平成 27 年度 SPring-8 産業新分野支援課題・一般課題（産業分野）実施報告書（2015A）、2015A1847.
- [3] 前田晃宏、鳥塚史郎、足立大樹、自動車技術会論文集 **49**, 856 (2018).

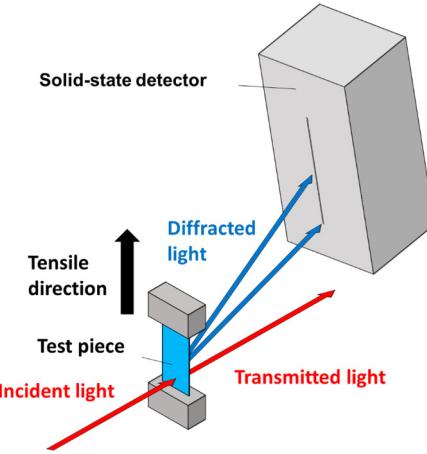


Fig.1 Schematic illustration of the in-situ transmission type X-ray diffraction during tensile test system [4].

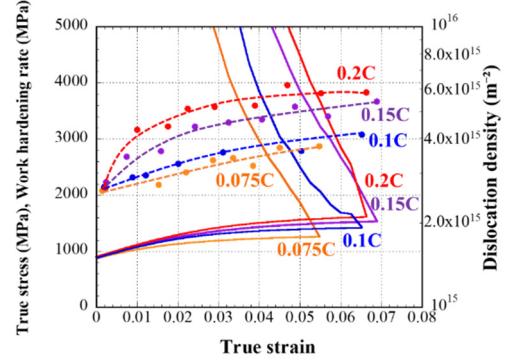


Fig.2 Relationship between true stress - true strain curves and change in dislocation density [3].

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