

(論文)

# 飽和磁化法を用いた低C-TRIP鋼中の残留オーステナイト精密定量測定

## Accurately Determining Retained Austenite Levels in Low-carbon TRIP Steel Sheet through Saturation Magnetization Measurement



赤水 宏\*  
Hiroshi Akamizu



斎藤賢司\*  
Kenji Saitou



池田周之\*(工博)  
Dr. Shushi Ikeda



榎井浩一\*(工博)  
Dr. Koichi Makii



高木節雄\*\*\*(工博)  
Dr. Setsuo Takaki

In this paper, saturation magnetization measurement was successfully applied to evaluate the volume fraction of metastable retained austenite ( $a_R$ ) in low-carbon TRIP aided multi-phase steel sheet. The  $a_R$  of this steel becomes unstable at the surface due to a lack of lattice constraint. The X-ray method, conventional method, proved to evaluate the volume fraction at the surface. On the other hand, saturation magnetization proved to be comparatively an accurate method due to the inherent bulkiness of the  $a_R$ .

まえがき = 近年、自動車の排ガス規制強化、衝突安全性向上の観点から、車体中使用される鋼板の高強度化が進みつつある。その中で低C量のTRIP型複合組織鋼(以下、低C-TRIP鋼)は、高強度と高成形性を両立できるハイテンとして注目されており、実際に自動車用部材として採用されている<sup>1)</sup>。

低C-TRIP鋼は母相がフェライトで、第二相がベイナイト、残留オーステナイト( $a_R$ )、マルテンサイト( $a_M$ )の複雑な組織を有する。特に $a_R$ の形態が延性に大きく影響を及ぼすことから、その体積率や変形に対する安定性、すなわち初期 $a_R$ 中の固溶C量に着目した報告が数多くなされている<sup>2)-4)</sup>。しかしながら最近の研究<sup>5)</sup>では、低C-TRIP鋼中の $a_R$ の安定性は固溶C量のみならず空間拘束の影響も受けることが指摘されており、従来 $a_R$ 体積率の定量測定方法として用いられてきたX線回折法では、表面近傍に存在する $a_R$ を測定することから、精密な定量には限界があった。

本研究では、 $a_R$ が非磁性であることを利用して、飽和磁化法による $a_R$ の精密な体積率の測定方法をX線回折法と比較しながら検討した。

### 1. 実験方法

#### 1.1 供試材の製造方法

表1に本実験に用いた供試材の化学組成を示す。鋼材は真空溶解により溶製した。得られた鑄塊は30mm厚になるよう溶断してスラブとした。このスラブを1150℃で30分間の均質化焼純を行ったうえで、仕上げ温度850℃の熱間圧延により3.2mm厚とした。引続き酸洗後、冷間圧延して1.2mm厚の板材を実験素材とした。熱処理条件を図1に示す。CALシミュレータを用いて800℃の二相域温度に120s保持後、ベイナイト変態温度400℃で各時間保持した。

#### 1.2 飽和磁化法による $a_R$ 定量原理と標準試料の作製

鉄合金のような強磁性材料は固有の飽和磁化をもって

表1 供試材の化学組成

Table 1 Chemical composition of the test steel (mass%)				
C	Si	Mn	P	S
0.10	1.2	1.6	0.007	0.002
0.17	1.5	1.8	0.007	0.002

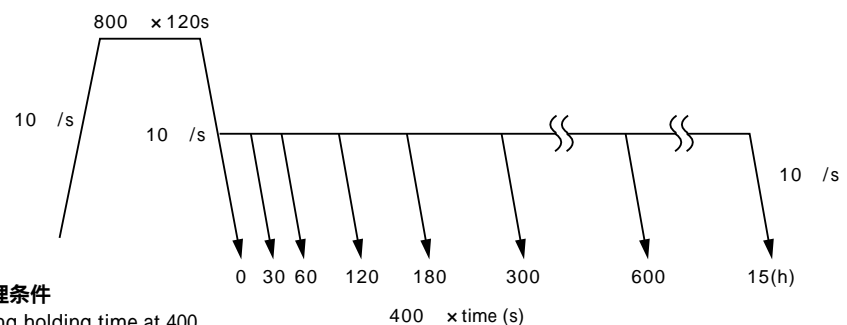


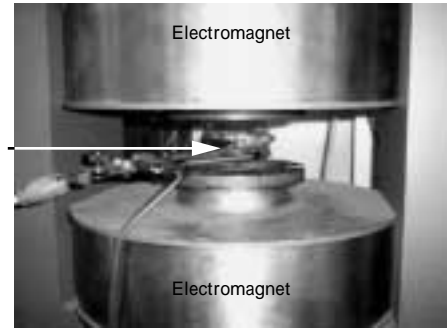
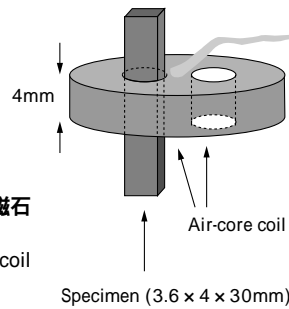
図1 400℃での保持時間を含む熱処理条件

Fig. 1 Heat treatment diagrams including holding time at 400

\*技術開発本部・材料研究所 \*\*九州大学工学研究院・教授

図2 試験片を挿入した4 I コイルと電磁石間への設置例

Fig. 2 4 I coil put specimen in and 4 I coil set up between electromagnet



いるが、室温ではフェライト( )相や 組織などは強磁性を示すのに対し、オーステナイト( )相は非磁性である性質を持つ。したがって、相を含まない相( ' 組織も含む)を標準試料として飽和磁化( $I_s$ )を求めておけば、相を含む二相試料についてはその飽和磁化( $I$ )を測定することにより(1)式から 相の割合が求められる。

$$V (\text{vol}\%) = (1 - I / I_s) \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

ここに、 $I$ : 試料の飽和磁化

$I_s$ : 標準試料の飽和磁化

本手法では  $I_s$  が精密定量を行う上で非常に重要となる。

標準試料  $V_R$  0%とする方法としては、熱処理後の試料をサブゼロ処理することによって  $R$  組織とするか、ベイナイト変態域で長時間保持して完全に 相をセメントイトに分解することが考えられる。

そこで本研究では、標準サンプルの作製検討を行うため次の実験を実施した。サブゼロ処理温度と残存する  $R$  との関係を知るため、同一試料を室温から液体水素温度まで徐々に冷却して、その都度室温にて飽和磁化測定を行った。供試材にはベイナイト変態温度 400 で 120s 間保持したものをを用いた。比較として、ベイナイト変態温度 400 で 15 時間保持したもの(以下、長時間オーステンパ材とする)につき飽和磁化測定を行った。

### 1.3 飽和磁化法による $R$ の定量

本研究では直流磁束計を用いた。用いた装置は理研電子製 B-H Curve Tracer Model BHM-50 であり、最大印加磁化 5 000Oe とし室温にて測定を行った。供試材には、熱処理後の試験片から 1.2t x 4 x 30mm の板状試験片を 3 枚採取し、重ね合わせて 3.6t x 4 x 30mm とした柱状試験片を用いた。図 2 のように 4 I コイルの一方に柱状試験片を挿入し、試験片の上下を電磁石で挟み閉磁路を形成し、反磁界の影響をなくして飽和磁化を測定した。

### 1.4 X 線回折法による $R$ の定量

X 線回折法による定量も行った。用いた装置はリガク製 RINT-1500 型(ロータリフレックスタイプ)であり、管球 Mo, 50kV-200mA の条件で行った。熱処理後の試験片から 20 x 20mm の板状試験片を採取して行った。

定量には 相 (200), (211) 回折ピークの積分強度と 相 (200), (220), (311) 回折ピークのそれと直接比較し、各回折ピークの組み合わせから求めた値の平均値とした。また、集合組織の影響を避けるために 2 軸回転ホルダを使用した。なお、測定に先立って試験片には化学研磨を慎重に施して表層を十分に除去したものをを用いた。

## 2. 実験結果と考察

### 2.1 飽和磁化法の標準試料の作製検討結果

図 3 に、0.17C-1.5Si-1.8Mn (mass%) 材を用いたサブゼロ材と長時間オーステンパ材の飽和磁化を示す。サブゼロ処理前の室温 (25 ) において 17 199G (Gauss) であった。温度の低下に伴って飽和磁化が大きくなる傾向がみられる。これは非磁性の  $R$  から強磁性の ' への変態が進んだためである。室温から 0 (氷水) までは変態が進む。0 から -50 まではほとんど変態が進まなくなるが、これはオーステナイトの安定化現象<sup>6)</sup> が関与していると考えられる。-50 から -85 までは再び変態が進行する。-85 から -100 で変態が停滞するが、これは材料の剛性が上がったために変態し難くなっていると考えられる。-115 以下で再び変態が進行するが、-130 以下 -196 (液体窒素中) さらには -269 (液体ヘリウム中) でも磁化は増加しなくなった。ここで、飽和磁化の最大 (20 047G) を示した長時間オーステンパ材を標準試料として -269 (液体ヘリウム中) 処理後の  $R$  体積率を求めると、約 12%も残存していることになる。この理由は  $R$  が周囲の結晶から受ける空間拘束によりこれ以上変態できなくなるためであると考えられる。

これらの結果から、極低温でのサブゼロ処理を行っても  $R$  体積率を 0%にできないことがわかった。筆者らは X 線回折による長時間オーステンパ材の定性分析を実施した結果、相のピークは認めらず  $R$  セメントイト( )への分解が完了したことを確認した。従って、飽和磁化法では長時間オーステンパ材が標準材料として適

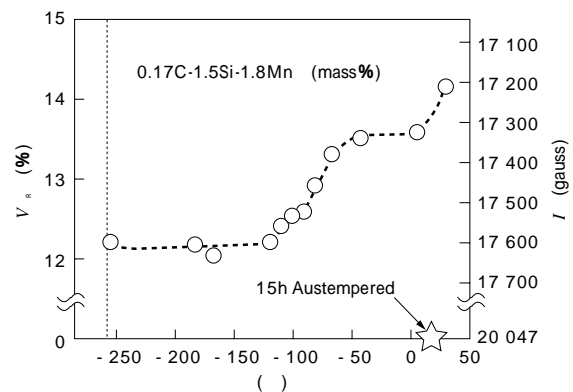


図3 サブゼロ処理温度と飽和磁化との関係

Fig. 3 Relationship between subzero treatment temperature and saturation magnetization ( : the comparative specimen austempered at 400 for 15h)

していると考えられる。

## 2.2 標準試料の飽和磁化に与える組織、添加元素の影響

理想的には、単相が組織の標準試料を作製してこれらの飽和磁化を求めることができれば、(1)式より、求める試料の飽和磁化減少分から鋼中に含まれる $V_R$ 体積率を定量できる。しかし、単相組織を得ることは実際上困難である。また図3の結果から、サブゼロ処理により $V_R$ を完全に組織とすることはできないことが示された。

一方、長時間オーステンパ処理する手法で標準試料を作製する場合には、図1のように連続的に熱処理を行うほかに次のような方法も考えられる。すなわち、 $V_R$ 体積率を求めようとする試料に対して飽和磁化をあらかじめ測定しておけば、その後同一試料を長時間オーステンパ処理することで、母相の体積割合を変えることなく容易に標準試料を作製することもできる。この方法では実機ラインで製造される鋼板の測定も簡便に行える。

また、図3における長時間オーステンパ材の飽和磁化20 047Gは純鉄の21 580Gに及ばないが、これは合金元素添加により減少するものと考えられる。FeにMnなど3d遷移金属を少量固溶させた場合には磁気モーメントが減少し<sup>7)</sup>、Siなどの非遷移金属元素を添加する場合は、それが平均磁気モーメントを希釈するように振舞うためであると考えられる。よって、合金元素の成分が同一であれば、非磁性の $V_R$ を含まない標準試料は材料固有の飽和磁化をもつため、定量測定の対象となる試料と同一成分の試料を用いて標準試料を作製する必要がある。

## 2.3 各評価手法による $V_R$ の定量値比較

図4に0.10C-1.2Si-1.6Mn (mass%)材の $V_R$ の定量結果を示す。いずれの定量測定法においてもオーステンパ時間に伴って $V_R$ 体積率は増加し、一定時間経過後に最大値を示し、その後減少に転じる。この挙動はこれまでの研究<sup>3)</sup>と同様であり、ベイナイト変態域で未変態オーステナイト( )相にCが濃化することにより、相が化学的に安定化され室温で存在する $V_R$ 体積率が増加するが、一定時間経過後は $V_R$ として存在しうる相がベイナイト変態を開始するため体積率は減少することで説明される。飽和磁化法による定量値はX線回折法のそれよりも高くなる。また、X線回折法から求めた定量値は各回折ピークの組合わせにより大きく値がばらつくことが特徴である。原<sup>9)</sup>らもマルテンサイト系ステンレス鋼中の $V_R$ 体積率の定量測定を飽和磁化法とX線回折法で行っており、X線回折法の定量値にはばらつきがあると報告している。

X線回折法による定量値のばらつき要因はいくつか考えられる。冷間圧延した板材は再結晶焼純によりしばしば集合組織をもつようになるが、本実験では組織の異方性の影響が小さくなるよう考慮して行ったにもかかわらず避けられなかった可能性がある。また、大きな強度が得られる(111)回折ピークが(110)回折ピークに隣接するため、定量測定にこのピークを使用できないことによる誤差が生じるという問題がある。加えて、X線回折法の試料作製時には、表面加工による変態や試料

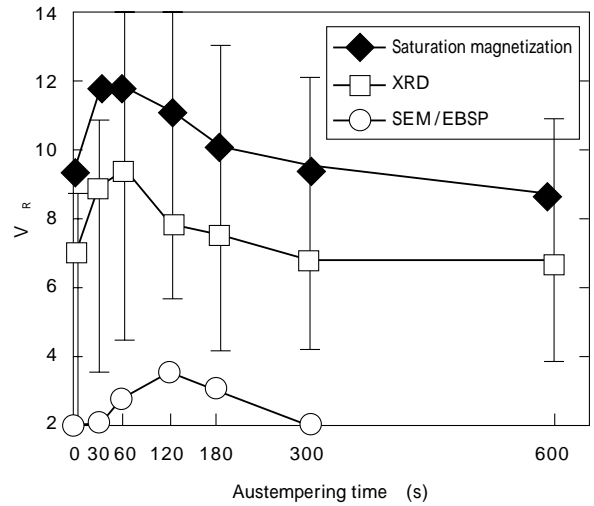


図4 残留オーステナイト量の各測定方法による比較

Fig. 4 Comparison on the volume fraction of  $V_R$  between every measurement method

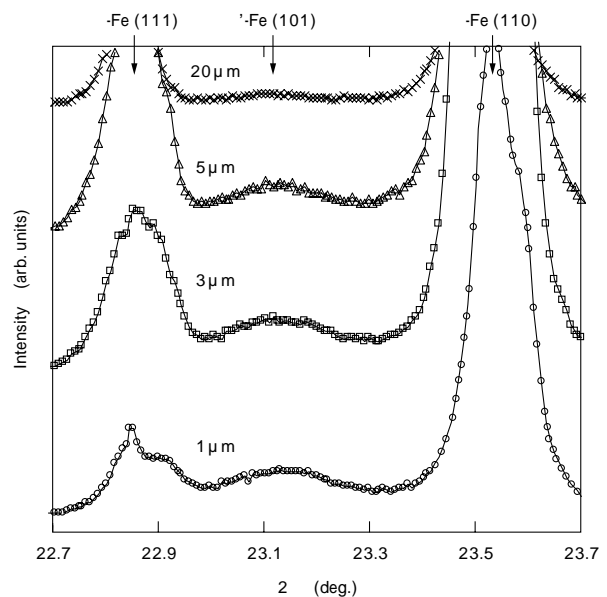


図5 深さ方向のX線回折プロファイル

Fig. 5 X-ray diffraction pattern profiles for each penetration depth at the surface of the specimen

表面において周囲の結晶粒による空間拘束から $V_R$ が逃れることにより引き起こされる変態のため、バルク内部よりも試料表面では $V_R$ が減少していることにより測定精度が劣ると考えられる。

筆者らは $V_R$ の安定性に及ぼす空間拘束の影響について、放射光を利用した斜入射X線回折を用いてバルク内部から試料表面付近数 $\mu\text{m}$ までのプロファイルを評価した<sup>9)</sup>。その結果の一部を図5に示す。試料表面から20 $\mu\text{m}$ の深さまではとピークのみ認められるが、5 3 1 $\mu\text{m}$ と試料表面に近づくに伴いピークが低くなり、ピークが現れはじめる。このことから、空間拘束の影響により、試料表面では一部の $V_R$ が'に変態していることが確認された。また、プロファイル分析により求めた $V_R$ 体積率と試料表面からの深さとの関係を図6に示す。ラポ型の汎用X線回折(試料浸入深さ10 $\mu\text{m}$ 程度)では、バルク内部(試料浸入深さ20 $\mu\text{m}$ 程度)の $V_R$ を評価できていないことが明らかであり、X線回折法での定量精度

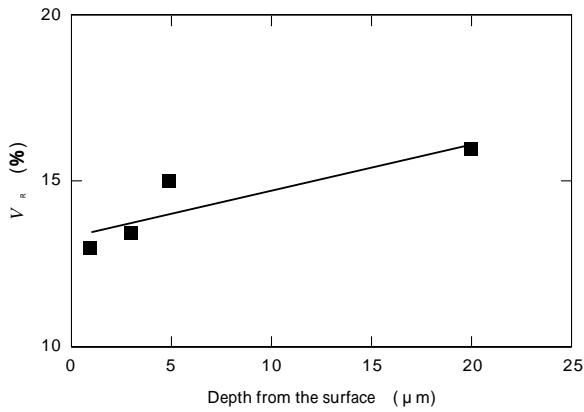


図6 残留量の深さ依存性

Fig. 6 The depth-dependence from the surface on the volume fraction of  $V_R$

が劣る要因の一つに、試料表面付近での空間拘束の影響があるということが明らかである。

むすび = 低 C-TRIP 鋼中の  $V_R$  について、飽和磁化法を用いた体積率の定量と標準試料の作製法などについて検討し、次の結果が得られた。

飽和磁化法には、長時間オーステンバ材が標準試料として適している。

飽和磁化法で求めた  $V_R$  体積率は、X 線回折法を用いて行ったそれよりも高かった。この理由は、X 線回

折法では試料表面の  $V_R$  が一部に変態しているため、低く見積もられるためである。これに対し、飽和磁化法ではバルク全体を評価できるため表面の影響が無視できるので、定量精度に優れているということが斜入射 X 線回折の結果からわかった。

今後は、 $V_R$  体積率の定量は精度の高い飽和磁化法とすることで、TRIP 鋼の成形シミュレーションなどの解析技術の利用に寄与できるものと考えている。

#### 参考文献

- 1) 尾嶋良文ほか：自動車技術会シンポジウム車両軽量化技術の最前線, No.08-01 (2001) p.21.
- 2) 杉本公一ほか：鉄と鋼, Vol.78, No.9 (1992) p.1480.
- 3) S. Sugimoto et al. : Metall.Trans. A, 23A (1992) p.3085.
- 4) P. J. Jacques et al. : Metallurgical and Materials Transactions. A., Vol.32A (2001) p.2759.
- 5) 高木節雄：自動車用材料の高速変形に関する研究会成果報告書(日本鉄鋼協会, 材料の組織と特性部会), (2001) p.184.
- 6) 日本鉄鋼協会編：鋼の熱処理 (1981) p.81.
- 7) 近角聰信：強磁性体の物理(上), (1983) p.188.
- 8) 澤井 巖ほか：熱処理, Vol.30, No.1 (1990) p.27.
- 9) 原 卓司ほか：熱処理, Vol.36, No.5 (1996) p.322.