

(論文)

高強度 IF 鋼板の塑性変形挙動に及ぼす析出物の影響

The Effect of Precipitates on the Plastic Deformation Behavior in High Tensile Strength IF Sheet Steels



池田周之*(工博)
Dr. Shushi Ikeda



横井浩一*(工博)
Dr. Koichi Makii



新堂陽介*
Yosuke Shindo



三浦正明**
Masaaki Miura



橋本俊一**(工博)
Dr. Shunichi Hashimoto

Through the study of conventional Ti-added high strength IF steels with P, it was determined that coarse precipitates such as FeTiP reduced ductility. In this paper, two kinds of new FeTiP free steel called Zr steel and Si steel, respectively, were investigated. The local elongation of these two new steels was 2-3% higher than that of Ti steel. From the viewpoints of uniform deformation, Zr steel had an extremely high n value (10-15% nominal strain) and maintained a high strain hardening rate throughout a wide deformation range.

まえがき = 近年、環境問題に対する意識の高まりから自動車車体の軽量化はますます推進される状況にある。そのために、板厚の低減を目的とした鋼板の高強度化が検討されており、プレス成形性に優れる IF (Interstitial Free) 鋼^{1)~4)}をベースとした鋼における高強度化(ハイテン化)が進められている。IF ハイテンには P, Mn, Si などが固溶強化のために添加されており^{5)~7)}, なかでも P は固溶強化能が高く、かつ延性及びめっき附着性の劣化が比較的小さい強化元素である。

一般に IF 鋼では、Ti や Nb などの炭窒化物形成元素が C 及び N 量に対して当量以上に添加されている。このため、Ti 添加 IF 鋼をベースに P 添加によりハイテン化を試みた場合、P は 100% 固溶するわけではなく、多くの場合 (Fe, Ti)P として析出する^{8)~11)}。一般に析出強化は他の強化方法に比べ同じ強度でも延性が劣ることが報告¹¹⁾されており、従来の Ti 添加 IF ハイテンではマトリックスが持つ本来の高延性が得られていない可能性が考えられる。そこで本報告では、(Fe, Ti)P の主要構成元素である Ti を Zr に置換えた Zr 鋼と、P を Si に置換えた Si 鋼について機械的特性を調査し、析出物が延性に及ぼす影響について検討した。

1. 供試材と実験方法

本研究で用いた供試鋼の化学成分を表 1 に示す。Zr 鋼は従来鋼に観察される (Fe, Ti)P 析出物の主構成元素で

表 1 供試材の化学組成
Table 1 Chemical composition of steels

	C	Mn	Si	P	Nb	Ti	Zr
Zr-Steel	0.002	1.4	0.2	0.1	0.015	-	0.03
Si-Steel	0.002	0.5	1.2	0.005	-	0.04	-
Ti-Steel	0.002	1.5	-	0.1	0.015	0.05	-

ある Ti を無添加とすることで析出物の低減を狙ったものである。このため、侵入型の格子間元素である炭素を固着するための炭化物形成元素として Ti の代わりに Zr を添加した。Si 鋼は (Fe, Ti)P 析出物の構成元素である P の添加量を極力低減したものである。偏析しやすい Mn 添加量も同時に低減し、Si の固溶強化を主に活用してハイテン化した。従来鋼である Ti 鋼の成分は、機械的特性や応力 - ひずみ曲線を比較するために、Zr 鋼や Si 鋼とほぼ同じ強度となる成分を選定した。

真空溶解によって溶製された鋳塊を厚さ 30mm × 巾 130mm に熱間鍛造し、熱間圧延により 4mm の熱延板とした。熱間圧延は、圧延素材を 1150 °C で 1h 加熱し、圧延パススケジュールを 30 → 22 → 15 → 8 → 4mm、仕上げ圧延温度 900 °C を一定条件とした。熱延後は熱延後 600 °C × 0.5h の巻取相当処理を行った。引続き酸洗後 1.2mm 厚まで冷間圧延を施し、実験素材とした。得られた冷延板を図 1 に示す連続合金化溶融亜鉛めっきラインに相当

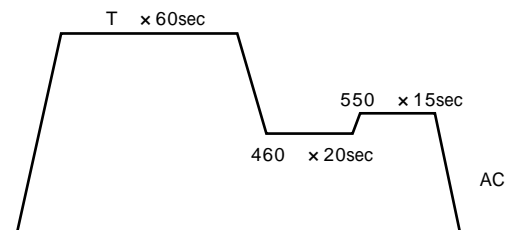


図 1 溶融亜鉛めっきラインの熱サイクル
Fig. 1 Schematic heat treatment of continuous galvanizing line

*技術開発本部・材料研究所 **鉄鋼部門・加古川製鉄所・技術研究センター

する熱処理をソルトバスにて施し評価に供した。

機械的特性は、JIS 5号引張試験片にて調査した。試験条件はインストロン型引張試験機を用い、室温、クロスヘッド速度 27mm/min とした。

析出物の観察は、熱処理した薄鋼板から抽出レプリカ試料を作製し透過型電子顕微鏡(日立製作所製 H-8100, 200kV)にて観察した。また、引張試験片の破断部近傍から薄膜試料を作製し、延性破壊で顕著に観られるポイド中の析出物の観察¹¹⁾を行った。

2. 実験結果

2.1 機械的特性とマイクロ組織

Zr 鋼及び Si 鋼については、図 1 に示した焼鈍温度を 820 から 920 まで 20 刻みで変化させ、機械的特性に及ぼす影響を最初に調査した。Zr 鋼及び Si 鋼の YP, TS 及び El. と焼鈍温度の関係をそれぞれ図 2, 図 3 に示す。Zr 鋼は 900 以上の焼鈍で強度が増加し、伸びが低下する。図 4 には冷延焼鈍後のマイクロ組織を示す。Zr 鋼は 900 以上の焼鈍ではアシキュラ状のフェライト組織となっており、図 2 にみられる延性劣化とよく対応して

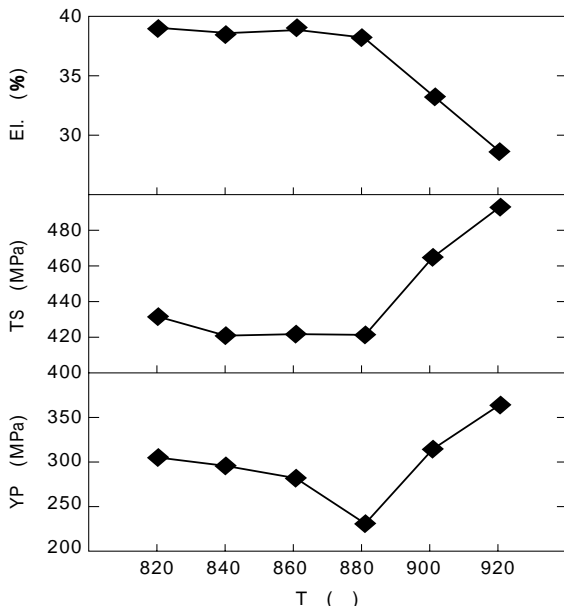


図 2 機械的特性に及ぼす焼鈍温度の影響 (Zr 鋼)
Fig. 2 Effect of annealing temperature on mechanical properties (Zr-steel)

いる。一方、Si 鋼については Zr 鋼のような焼鈍温度の上昇に伴う強度上昇は見られず、むしろ引張強度は低下する。これは図 4 にみられるように高い焼鈍温度では結晶粒が成長したためであり、降伏点も低下している。いずれの鋼板でも強度伸びバランスは焼鈍温度に大きな影響を受けていないが、本研究の主目的は IF ハイテンの高延性化であることから、最も伸びが優れている焼鈍温度 820 を標準温度として決定し、従来鋼である Ti 鋼についても同一条件の 820 焼鈍材を作成した。820 焼鈍した 3 種類の鋼板の機械的特性を表 2 に示す。引張試験で得られた全伸びは Zr 鋼 > Si 鋼 > Ti 鋼の順であり、強度 - 伸びバランスについても同じ順位となった。最大荷重点までを均一伸び UE、それ以降破断までを局部伸び LE と

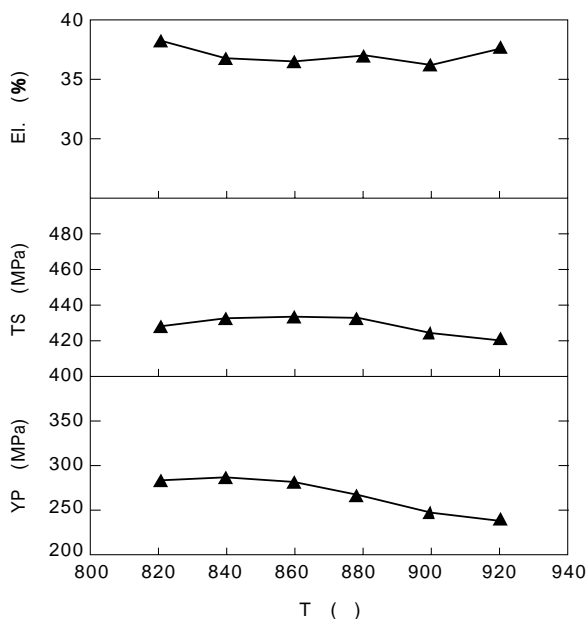


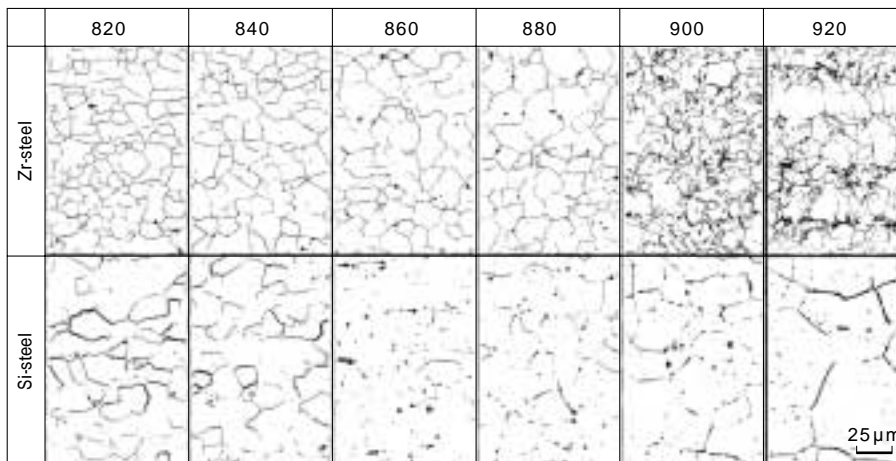
図 3 機械的特性に及ぼす焼鈍温度の影響 (Si 鋼)
Fig. 3 Effect of annealing temperature on mechanical properties (Si-steel)

表 2 820 焼鈍材の機械的特性

	YP (MPa)	TS (MPa)	El. (%)	UE (%)	LE (%)	TS x El. (MPa)
Zr-Steel	307	431	39.1	23.2	15.9	168
Si-Steel	285	427	38.2	22.6	15.6	163
Ti-Steel	303	444	34.7	21.6	13.0	154

図 4 光学顕微鏡組織に及ぼす焼鈍温度の影響

Fig. 4 Effect of annealing temperature on microstructure



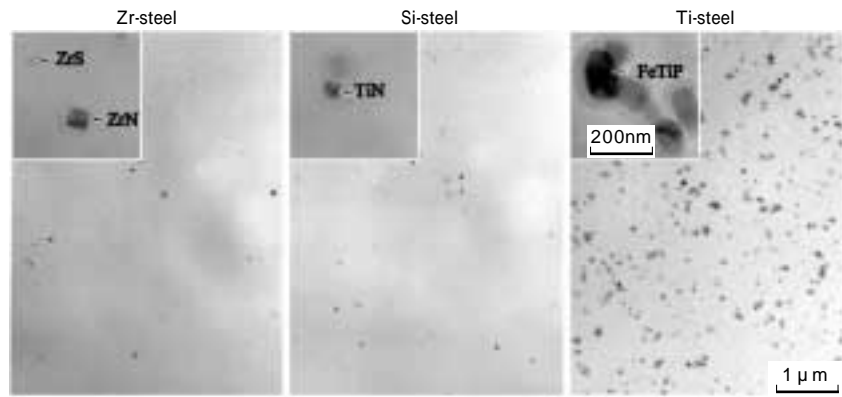


図5 820 焼鈍材に観察される析出物
Fig. 5 Precipitates in test steels annealed at 820

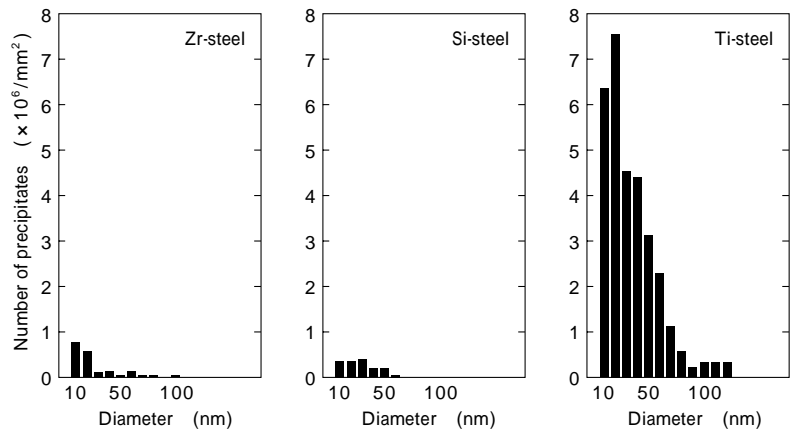


図6 820 焼鈍材に観察される析出物のサイズ分布
Fig. 6 Number of precipitates in test steels annealed at 820

定義すると、Zr 鋼, Si 鋼の均一伸び UE は Ti 鋼に比べそれぞれ 1.6%, 1.0% 大きく, 局部伸びについても Zr 鋼, Si 鋼は Ti 鋼に比べ 2.5% 以上大きな値を示した。

2.2 析出物の TEM レプリカ観察結果

図5は焼鈍板のレプリカサンプルを透過電子顕微鏡で観察したものの代表例である。いずれも820 焼鈍材であり, Zr 鋼と Si 鋼は成分検討時の目的のとおり従来の Ti 鋼に比べ析出物数が大幅に減少している。比較的大きな析出物をさらに拡大した TEM 写真を同時に示す。EDX による分析結果及び直方体形状から, Zr 鋼では ZrN, Si 鋼では TiN と判断している。Ti 鋼では大小さまざまな析出物が粒界, 粒内を問わず観察できるが, そのほとんどは (Fe, Ti) P 析出物である。析出物の TEM 写真を画像解析し, 析出物のサイズごとの分布を評価したものを図6に示す。この図において縦軸は 1mm² 当たりの析出物数を表している。評価された総析出物数は Zr 鋼で 2.1 (× 10⁶ 個/mm²), Si 鋼は 1.7 (× 10⁶ 個/mm²) であり, Ti 鋼の 31.7 (× 10⁶ 個/mm²) に比べ圧倒的に少ない。また従来の Ti 鋼では 50nm 超の粗大な (Fe, Ti) P 析出物も多数観察されているが, Zr 鋼や Si 鋼にはほとんど見られないことも特徴である。なお, この画像解析では TEM の分解能限界である 10nm 以上の析出物数を計測している。

3. 考察

3.1 局部変形

実験結果から (Fe, Ti) P の析出を抑制することが, 高延性化に非常に有効であることが判明した。ここでは 3 種の IF ハイテンの応力 - ひずみ曲線から, 析出物が塑性

変形挙動に与える影響について詳細に議論する。

820 焼鈍した 3 種類の鋼板について公称の応力 - ひずみ関係を図7に示す。多くの析出物が観察された従来の Ti 鋼と析出物数の少ない Zr 鋼, Si 鋼では, 最大荷重点以降の局部変形域, 特に破断直前の変形挙動に大きな違いが観察できる。Ti 鋼では比較的高い強度から一気に破断に至るが, Zr 鋼, Si 鋼は断面減少を伴い変形とともに緩やかに強度が減少し, 破断に至る。

一般に金属材料の引張試験における最終破断はポイドの発生, 成長, 合体により生じ, 破断面近傍から薄膜サンプルを切出し TEM 観察すると, いずれの鋼にも多数のポイドが観察される。最も顕著な違いは焼鈍板に多数の粗大な (Fe, Ti) P 析出物が観察された Ti 鋼において, 図8に示されるように, この (Fe, Ti) P 析出物を内包す

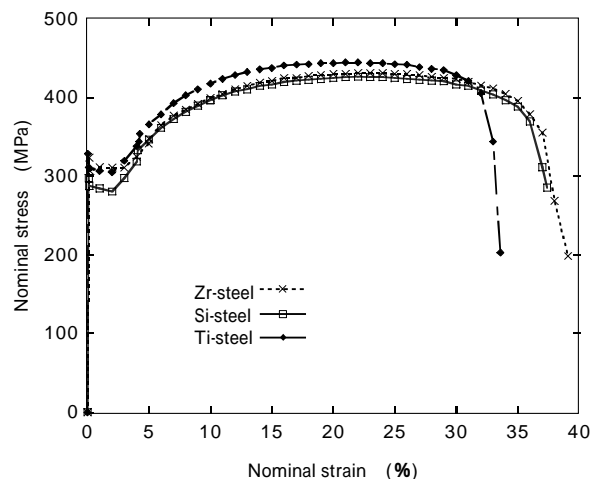


図7 公称応力 - 公称ひずみ関係
Fig. 7 Relationship between nominal stress and nominal strain

る大きなボイドが容易に観察されることである。

図5に示したようにTi鋼における析出物の粒子間隔は、Zr鋼、Si鋼に比べ圧倒的に短く、析出物起因で発生したボイドの連結によりTi鋼の局部伸びが劣化していると考えられる。

3.2 均一変形と加工硬化

表2に示したように、均一伸びについてもZr鋼、Si鋼ではTi鋼に比べ大きく改善されている。均一伸びと相関性のあるn値についても同時に議論するため、図9に真の応力-ひずみ関係対数軸で表示した。図中、破線で示した直線は公称ひずみが5%から10%の範囲において、

$$\sigma = c \cdot \epsilon^n \dots\dots\dots(1)$$

で近似したものである。

鉄鋼材料では転位ループの形成により加工硬化する割合が小さくなるため、式(1)で表される理想的な直線関係からずれてくることが報告されている¹³⁾。表3には、5%から10%の範囲で最小二乗近似したc及びnの値とともに、公称ひずみ10%及び15%での応力から求めたn値も同時に示している。Zr鋼では均一変形域である5%から15%の領域においてn値の変化は認められず、高い加工硬化率を維持することで、優れた均一伸びが得られていると考えられる。一方、Ti鋼では変形に伴うn値の減少が著しく、Si鋼は中間的な挙動である。

Si鋼とZr鋼の均一変形域での加工硬化挙動は上記のように少し異なったものであり、図5に示したような粗大な析出物だけでは説明できない。均一変形域での加工硬化挙動は微細な整合析出物に影響されるとの報告¹²⁾もあり、Si鋼においては、今回のTEM観察で検出できていない10nm以下の微細なTiCの悪影響により、Zr鋼ほど優れた均一延性が得られていないことが考えられる。また、ZrとTiを複合添加したときの析出物形態などに関する研究はほとんどされておらず、今後さらなる検討が必要であろう。

むすび= IFハイテンの延性向上を目的に、従来のTi添加IFハイテンの延性劣化原因は粗大な(Fe, Ti)P析出物との仮説を立て、(Fe, Ti)Pの主要構成元素であるTiをZrに置換えたZr鋼と、PをSiに置換えたSi鋼について機械的特性を調査した。ラボ溶解した開発鋼はいずれも従来のTi鋼に比べ延性が大幅に向上し、特にZr鋼は従来のTi鋼に比べ均一伸び、局部伸びともに優れた特性を示した。今後、Zr鋼の実用化を進めていく上では、微細な炭化物制御によるさらなる高延性化の検討とともに、めっき特性やプレス成形性といった自動車用部材として必要な諸特性を確認していくことが重要である。

参考文献

- 1) 福田宜雄ほか：塑性と加工，Vol.13, No.142 (1972), p.841.
- 2) 秋末治ほか：日本金属学会誌，Vol.36, No.11 (1972), p.1124.
- 3) 橋本修ほか：鉄と鋼，Vol.67, No.11 (1981), p.1962.
- 4) 徳永良邦ほか：鉄と鋼，Vol.73, No.2 (1987), p.341.
- 5) 山田正人ほか：鉄と鋼，Vol.73, No.8 (1987), p.1049.
- 6) 細谷佳弘ほか：NKK 技報，No.145 (1994), p.17.

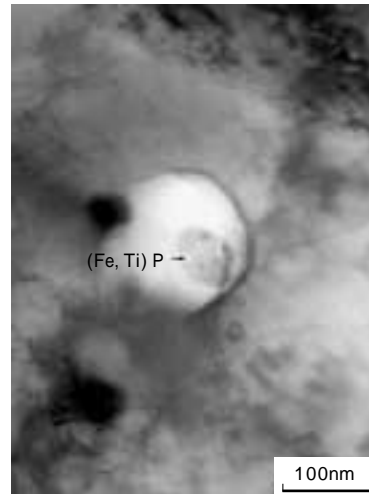


図8 Ti鋼の破断面近傍のボイド中に観察される(Fe, Ti)P析出物
Fig. 8 (Fe, Ti)P observed in a void under the fractured surface of Ti-steel

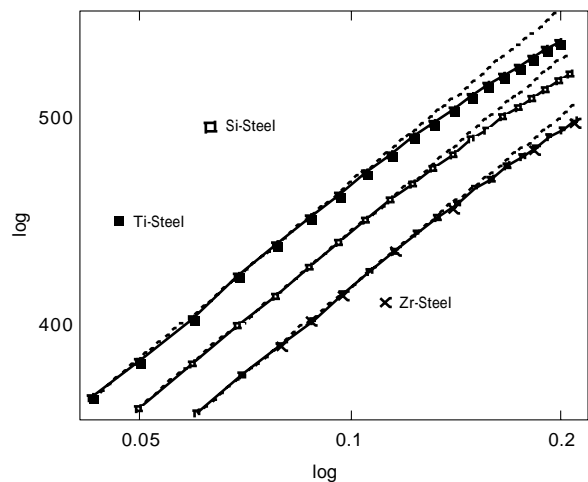


図9 真応力 - 真ひずみ関係
Fig. 9 Relationship between true stress and true strain

表3 加工硬化率の変化
Table 3 Variation of work hardening rate

	C	n ₅₋₁₀	n _{10,15}
Zr-Steel	831	0.271	0.271
Ti-Steel	864	0.268	0.245

- 7) 坂田敬ほか：鉄と鋼，Vol.84, No.8 (1998), p.566.
- 8) C. Brun, et al. : Metallurgy of Continuous Annealed Sheet Steel, Proc., edited by B. L. Bramfitt and P. L. Mangonon, Dallas, TEXAS (1982), p.173.
- 9) A. Okamoto et al. : Metallurgy of Vacuum-Degassed Steel Products edited by R. Paradhan (1990), p.161.
- 10) S. Ikeda et al. : Proc. of 10th Iketani Conference (2000), p.61.
- 11) 池田周之ほか：電子顕微鏡法の実践と応用写真集 (2002), p.117.
- 12) W. B. Morrison : Trans. ASM, Vol.59 (1966), p.824.
- 13) 増井浩昭ほか：鉄と鋼，Vol.60, No.2 (1974), p.284.