

(論文)

VC相界面析出制御による高強度化・傾斜機能化技術

Strengthening and Functionally Grading Technology by VC Interphase Precipitation Control



村上俊夫*¹(工博)
Dr. Toshio MURAKAMI



柿内エライジャ*¹
Elijah KAKIUCHI



畑野 等*¹(工博)
Dr. Hitoshi HATANO



有川剛史*¹
Takeshi ARIKAWA



柿本英樹*¹(工博)
Dr. Hideki KAKIMOTO



長田 卓*¹
Takashi CHODA

The strengthening and functionally grading technique for the hot-forging of high V added steel were investigated. As in the past, it was considered that the effect of a V addition of more than 0.3mass% on strengthening would result in saturation. But the high precipitation strengthening in high V added steels could be achieved by the optimum control of cooling, which leads to a ferrite-pearlite microstructure with fine VC particles formed by interphase precipitation. And the strength of high V added steels could be suppressed by heating at 900°C thus preventing the dissolution of vanadium, and dispersing coarse VC particles. Based on these results, the strengthening and gradient function in one hot-forging part was achieved by gradient heating and controlled cooling.

まえがき＝自動車部品の小型化、軽量化のため、熱間鍛造用非調質鋼を用いた部品の高強度化が進められている。一方で高強度化は被削性を低下させて加工コストを上昇させる要因となるため、高強度化と被削性を両立することが求められている。これを実現する手法として、強度が必要な部位の高強度化と切削等の加工が必要な部位での強度上昇防止を一つの部品内で両立させる傾斜機能付与技術が有効と考えられる。

独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(以下、NEDOという)「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発」プロジェクト制御鍛造分科会では、先進的な制御鍛造により現行の高強度非調質鋼の1.5倍以上となる0.2%耐力1,000MPa以上の高強度化を達成するとともに、同一部品内に切削性が許容できる0.2%耐力800MPa以下の領域を共存させる傾斜機能付与技術について検討している。当社はその中で、熱間鍛造後の冷却中に多量に微細な析出物を分散可能な相界面析出に着目し、その現象を活用した高強度化および固溶・析出制御による傾斜機能化に取り組んでいる。

高強度化目標達成のため、熱間鍛造用非調質鋼のV量を単純に増加させても0.2～0.4%を超えると強化量が飽和する^{1), 2)}と考えられている。そのため、プロジェクトの目標とする0.2%耐力1,000MPa以上の高強度化には高V添加時の析出強化量飽和現象の克服が必須である。一方で、高強度化を達成できる鋼種において被削性を確保するには、多量のVが添加されていても析出強化量を低減できる固溶・析出制御技術が求められる。また、高強度部と低強度部を一つの部品内で実現するための傾斜機能化技術が必要となる。

ここでは、0.3%を超える高V添加鋼における高強度化

および析出強化量の低減に関して検討すると共に、一つの部品内での傾斜機能化について検討した結果について報告する。

1. 高V添加鋼における高強度化と析出強化量低減

1.1 実験方法

真空溶製によりS45C相当の鋼にV添加量を変化させた4種類の供試鋼(K1:V無添加, K2:0.1mass%, K3:0.3mass%, K4:0.5mass%)を作製した。表1に各鋼種の化学成分を示す。相界面析出挙動を制御する目的から、単純な加熱・冷却を施した。熱処理は富士電波工機(株)製サーメックマスターZ(以下、加工フォーマスタという)を用いた。900～1,250°Cで加熱して600s保持した後、0.5～10°C/sで連続冷却した。強度の指標としてビッカース硬さ(荷重10kgf)を用いた。なお、硬さの目標値は、ビッカース硬さ[HV]が引張強さTS[kgf/mm²]の3倍(つまりTS[MPa]の0.306倍)、降伏比(=0.2%耐力/TS)が0.8と仮定して、高強度部は383HV(=1,000[MPa]/0.8×0.306)以上、切削部は306HV(=800[MPa]/0.8×0.306)以下に設定した。

熱処理した試料は鏡面に研磨後、ナイトール腐食を施し、光学顕微鏡で組織観察を行った。また、析出V量お

表1 供試鋼の化学成分

Table 1 Chemical compositions of specimens investigated (mass%)

steel	C	Si	Mn	P	S	Al	V	N
K1	0.44	0.25	0.86	0.016	0.015	0.031	0.00	0.0036
K2	0.44	0.26	0.86	0.015	0.015	0.030	0.10	0.0036
K3	0.46	0.25	0.85	0.015	0.017	0.031	0.30	0.0042
K4	0.45	0.25	0.85	0.015	0.016	0.033	0.50	0.0046

*¹ 技術開発本部 材料研究所

よび固溶 V 量は抽出残渣（ざんさ）分析により求めた。析出物の観察には透過型電子顕微鏡を用いた。

1.2 実験結果および考察

1.2.1 冷却速度の影響

1,100°C で加熱，加工後，各冷却速度で連続冷却した時の硬さ測定結果を図 1 に示す。K1 および K2 では，冷却速度の上昇に伴って硬さが単調に上昇した。これに対して K3，K4 では，冷却速度の上昇に伴って硬さも上昇するなかで，2°C/s あるいは 5°C/s の冷却速度で硬さが低下する現象が見られた。V 添加量の影響を見ると，2°C/s 以上では K3 と K4 の硬さの差が小さかった。Parsons らの報告¹⁾において V 添加量が 0.3% 以上で強化量が飽和していたのは，冷却速度の検討範囲が約 1.5°C/s 以上だったためと考えられる。一方，冷却速度が 0.5°C/s，1.0°C/s では V 添加量の増加に伴って強化量も増加し，0.5mass%V を添加した K4 で 383HV の仮目標を達成できた。このことから，適正な条件で冷却することにより，0.3mass% を超えて V 添加しても高強度化が可能であるといえる。

各供試鋼に対し，K4 で目標硬さが得られた 0.5°C/s，および冷却速度が高いにもかかわらず硬さが低下した 2.0°C/s で冷却した時の光学顕微鏡組織を比較した（図 2）。0.5°C/s では V 添加量によらずフェライト—パーライト組織が観察されるなか，フェライト分率については V 添加量の増加に伴って上昇する傾向を示した。これは，V がフェライト/オーステナイト界面の炭素分配に影響し，フェライトの成長速度を高めるためであると考えられる³⁾。一方，2.0°C/s では V 添加量が 0.3% 以上になるとパーライト変態が抑制され，ベイナイト（図中の B 部）が形成された。

また，各組織中の V の存在状態を比較するため，K4 材を対象に TEM 観察したところ（図 3），0.5°C/s で冷却した場合は，フェライトおよびパーライトの両方に VC の析出が観察された。一方，2.0°C/s で冷却した場合は，フェライト中には 0.5°C/s で観察されたものより微細な VC の析出が観察されたが，ベイナイト中には VC は観察されなかった。

つぎに，このときの析出物の分散状態からおよその析出強化量の見積りを行う。微細析出物の析出強化機構は，Cutting 機構か Orowan 機構かによって強化量が変化する。その遷移サイズは，VC の場合 7.4nm⁴⁾ という試算もあるが，それ以下の析出サイズでも微細化に伴って強化量が高まる⁵⁾ ことが報告されていることから Orowan 型の強化機構で強化されると考えられる。そこでここでは，式 (1) に示す Ashby-Orowan 型の降伏強度上昇量の式を用いて析出強化量 $\Delta\sigma$ (MPa) を見積もった。

$$\Delta\sigma = 0.84m \left(\frac{1.2Gb}{2\pi L} \right) \cdot \ln \left(k \frac{x}{2b} \right) \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで m : Taylor 因子， G : 剛性率， b : バーガースベクトル， L : すべり面上の粒子間距離 ($=r(2\pi/3f)^{1/2}-r$)， x : すべり面上の粒子断面の平均直径 ($=2r/\pi$)， k : 補正係数（フェライト中：2.7，パーライト中：1.0）⁶⁾ である。また， r : VC 半径， f : 体積率である。計算には今回

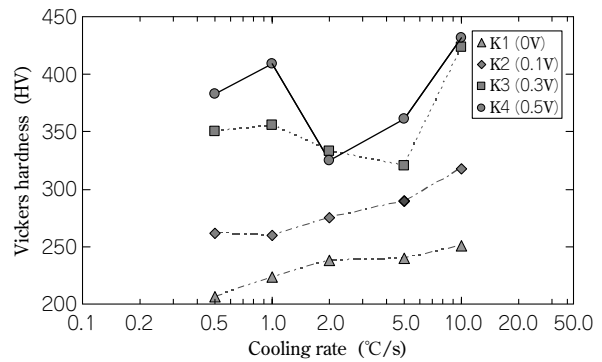


図 1 V 添加鋼の硬さに及ぼす V 添加量および冷却速度の影響
Fig. 1 Effects of V content and cooling rate on hardness of V added steels

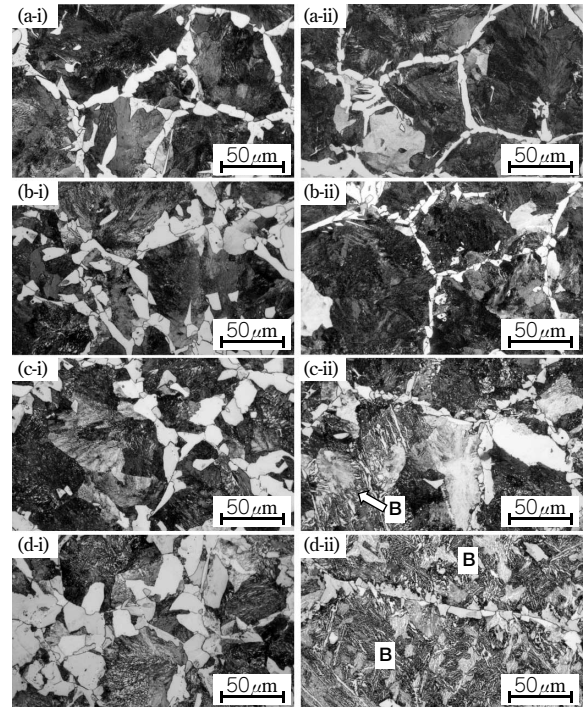


図 2 1,100°C 加熱後，(i)0.5°C/s，(ii)2.0°C/s で連続冷却した (a) 0V，(b)0.1V，(c)0.3V，(d)0.5V 添加鋼の光学顕微鏡組織
Fig. 2 Optical micrographs of (a)0V，(b)0.1V，(c)0.3V，(d)0.5V steels cooled at (i)0.5°C/s，(ii)2.0°C/s after heating at 1,100°C

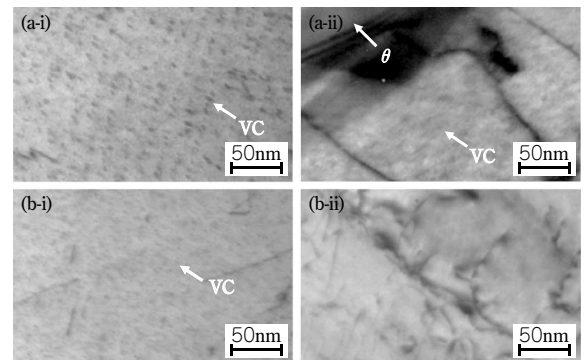


図 3 1,100°C 加熱後に (a)0.5°C/s，(b)2.0°C/s で連続冷却した 0.5V 鋼の (i)フェライトおよび (ii)パーライトもしくはベイナイト中の TEM 組織
Fig. 3 TEM micrographs of (i)ferrite，(ii)pearlite or bainite in 0.5V steels cooled at (a)0.5°C/s，(b)2.0°C/s after heating at 1,100°C

観察されている VC 半径 r : 約 2.5nm，添加した 0.3mass% の V が全て析出したと仮定した体積率 f : 0.52Vol% を用いた。その結果，析出強化量はフェライト中 503MPa，

パーライト中で361MPaとなる(表2)。一方、V無添加のK1の硬さが0.5°C/sで206HV, 1.0°C/sで223HVであるのに対して、0.5mass%VのK4の硬さは0.5°C/sで383HV, 1.0°C/sで409HVである。したがって、析出強化量はおよそ180HV, 降伏強度に換算すると約470MPaであり、式(1)を用いた析出強化量の計算値にほぼ合致した。

このことから、冷却速度が1.0°C/s以下の高V添加鋼において冷却速度の上昇に伴って強化量が向上するのは、組織が相界面析出で形成される微細なVCを含むフェライト-パーライトとなることで大きな析出強化が得られるためであると考えられる。また、冷却速度が1.0°C/s~5.0°C/sで冷却速度上昇に伴って強度が低下するのは、VCを含まず析出強化されないベイナイトが形成されることによって高V添加の効果なくなると考えられる。さらに10°C/sで硬さが上昇するのはマルテンサイトが形成されるためである。

1.2.2 加熱温度の影響

加熱温度を1,250°C, 1,100°C, および900°Cとした時のK4の硬さ変化挙動を図4に示す。比較のため、図中には図1に示したK1の1,100°C加熱時の硬さ変化挙動も併記した。加熱温度が1,250°Cでは、0.5°C/sでフェライト-パーライト組織での硬さが423HVと最も高い値を示したが、全体的にはほぼ1,100°C加熱と同等の挙動を示し

た。一方、900°C加熱では冷却速度の上昇とともに、硬さも210HVから250HVまで単調に上昇した。この時の挙動はV無添加のK1とほぼ同等である。

以上の結果から、0.5mass%V添加鋼では、成分が同一であっても加熱温度を変化させることによって最大183HVの硬さ差を与えられることがわかった。

また、このときの光学顕微鏡観察組織を図5, TEM観察組織を図6に示す。組織は加熱温度が低温化するに従って微細になる。すなわち、1,250°Cおよび1,100°C加熱ではパーライトが主体の粗大なフェライト-パーライト組織であるのに対し、900°C加熱ではフェライトが主体の微細なフェライト-パーライト組織を示した(図5)。フェライト中のVCの分散状況を確認すると、1,250°Cおよび1,100°C加熱では点列状に分布した数nmの微細VCが形成されているのに対し、900°C加熱では10~20nmの粗大なVCが観察された(図6)。

これらのVCが加熱冷却中のどの段階で形成されたかを確認するため、加熱終了直後に水冷した際のVC析出状態のTEM観察を行うとともに、抽出残渣分析によって固溶V量を求めた。その結果、1,250°Cおよび1,100°C加熱では、固溶量がそれぞれ0.50mass%, 0.49mass%とほぼ全量固溶していたのに対し、900°C加熱では0.16%と半分以上が固溶せずに残存していたことがわかった。また、図7に示すTEM観察組織でも、1,250°C加熱では

表2 0.5%V添加による強化量と析出強化量計算値の比較

Table 2 Comparison between experimental hardening and calculated value of precipitation strengthening by 0.5%V addition

Cooling rate	Hardness (HV)		Hardening by 0.5%V addition (Experimental)		Precipitation strengthening (Calculated)	
	K4 (0.5%V)	K1 (V free)	Hardness (HV)	0.2%PS* (Equivalent)	0.2%PS* (MPa)	
					Ferrite	Pearlite
0.5°C	383	206	177	463	503	361
1°C	409	223	186	486		

$$*[0.2\%PS(MPa)] = [Hardness(HV)] / 3 \times 9.8 \times 0.8$$

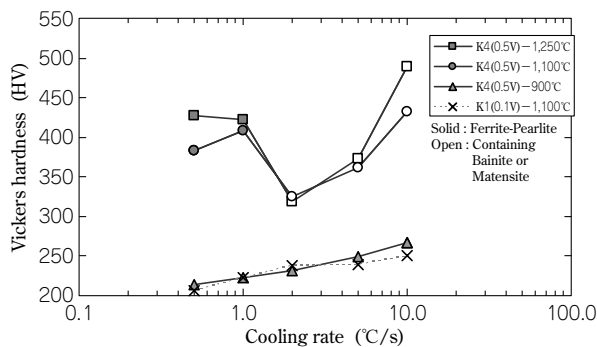


図4 0.5V鋼の硬さに及ぼす加熱温度の影響

Fig. 4 Effects of heating temperatures on hardness of 0.5V steels

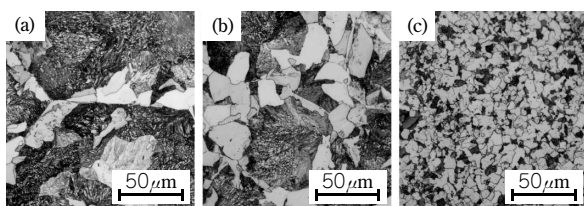


図5 (a)1,250°C, (b)1,100°C, (c)900°Cで加熱後0.5°C/sで冷却した0.5V鋼の光学顕微鏡組織

Fig. 5 Optical micrographs of 0.5V steel cooled at 0.5°C/s after heating at (a)1,250°C, (b)1,100°C and (c)900°C

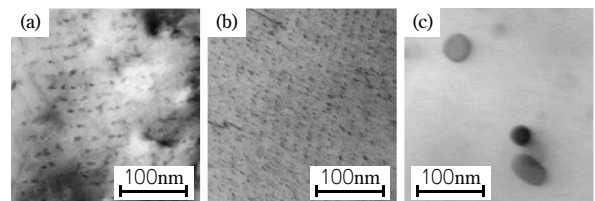


図6 (a)1,250°C, (b)1,100°C, (c)900°Cで加熱後0.5°C/sで冷却した0.5V鋼のTEM組織

Fig. 6 TEM micrographs of 0.5V steel(K4) cooled at 0.5°C/s after heating at (a)1,250°C, (b)1,100°C and (c)900°C

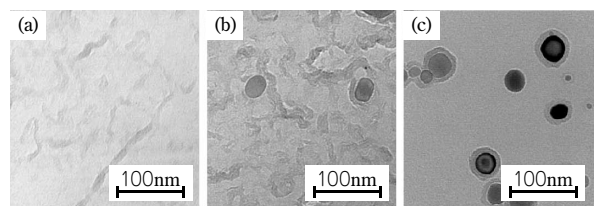


図7 (a)1,250°C, (b)1,100°C, (c)900°Cで600s加熱後、水冷した0.5V鋼のTEM組織

Fig. 7 TEM micrographs of K4(0.5V) specimens quenched after heating at (a)1,250°C, (b)1,100°C and (c)900°C for 600s

VCは全く観察されず、1,100℃加熱でも10~20nm程度のVCが一部で観察されたただけであった。一方、900℃加熱では20nm程度のVCが全面に高密度に存在していた。

以上の結果から、加熱温度を1,100℃以上にすれば加熱時にVを十分に固溶でき、その後の冷却過程で相界面析出により微細に分散できるため大きな析出強化が得られることがわかった。また、900℃のような低温加熱の場合、加熱段階でVCが溶解せず、析出強化にほとんど寄与しない粗大VCとして存在するため、V添加による強度上昇を抑制できることがわかった。

2. 同一部品内での高強度化・傾斜機能化の検討

上記の知見を元に、同一部品内での高強度化と傾斜機能化の実現可能性を検討した。熱履歴の影響を評価するため、ここでは熱間加工時のひずみ分布の均一性が良好な熱間押出による実験を行った。押出材の軸方向に強度の傾斜を付与することをねらい、高強度化したい部位に対してはVを固溶させられる1,100℃以上の高温に加熱後、フェライト-パーライト組織が得られるように制御した冷却を行った。また、強度上昇を抑制したい部位に対しては、Vを固溶させない低温加熱による析出強化量の低減をねらった。

2.1 実験方法

試料にはK4鋼を用いた。φ40×60mmの円柱状の試料を作製し、これの全体を高周波コイルで900℃に加熱後、試料の上部のみをさらに高周波コイルで加熱することによって加熱温度差を付与した。加熱終了後、ただちに押出比2(φ40mm→φ28mm)の熱間押出を施し、試料全体に圧縮ガスを吹きつけることによって速度制御した冷却を行った。なお、予備実験として高強度化を実現できる最適な冷却条件を検討した結果、800~500℃間の試料中心部平均冷却速度が約2.0℃/sとなる条件が最適であることがわかっており、その条件を用いて実験を行った。この時、適正な冷却速度が1章に示す加工フォーマスタでの検討結果(0.5℃/s~1.0℃/sで強化量最大化)と差があるのは、加工フォーマスタでは変態中も単調に冷却するように制御していたのに対し、押出の場合は冷却時に変態発熱による復熱が起こるため、平均値に比べて変態が進行している時の冷却速度が小さくなるためと考えられる。

この試料の長手方向5箇所から平行部φ3×10mmの微小引張試験片を切出し、0.2%耐力を測定した。また、各部位の組織および析出状態を調査した。

2.2 実験結果

加熱段階の温度分布をサーモビューアで測定した結果を図8に示す。試料の上端は約1,300℃、下端は約950℃と約350℃の加熱温度差を付与することができた。

押出材内部での0.2%耐力および引張強度の変化を図9に示す。1,300℃まで加熱し、高温鍛造を施した上端部では0.2%耐力が1,063MPaと高強度化できた。一方、低温加熱した下端部の0.2%耐力は、上端部(高強度部)より400MPa程度低い650MPaであり、強度差を付与することができた。このときの組織およびフェライト中の

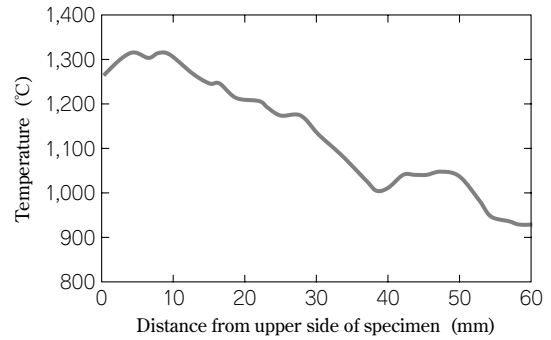


図8 傾斜加熱材の押出前の表面温度分布
Fig. 8 Surface temperature distribution of inclined heated specimen before extrusion

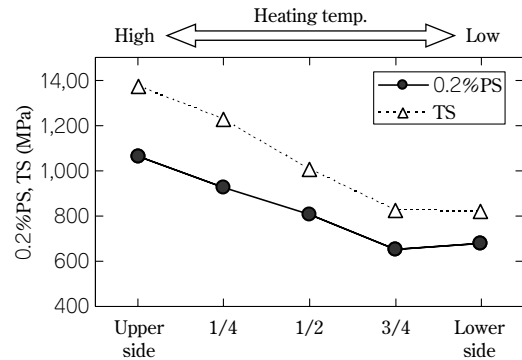


図9 傾斜加熱後に押出しをした0.5V鋼中の0.2%耐力およびTSの分布
Fig. 9 0.2%PS and TS distribution in 0.5V steel extruded after inclined heating

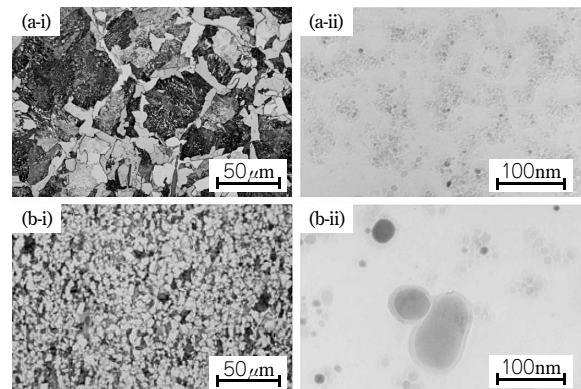


図10 傾斜加熱後に押出した0.5V鋼の(a)上端(高温加熱部)、(b)下端(低温加熱部)の(i)光学顕微鏡組織および(ii)TEM組織
Fig.10 Optical(i) and TEM(ii) micrographs in (a)the upper side (heated at high temperature) and (b)the lower side (heated at low temperature) of the 0.5V steel extruded after inclined heating

析出状態の観察組織を図10に示す。1,300℃に加熱した領域ではマイクロ組織は粗大なフェライト-パーライト組織であるが、フェライト中にはVCが均一微細に分散している。大きな析出強化が得られた結果、強度が確保できたことがわかる。一方、950℃加熱部では非常に微細なフェライト-パーライト組織であるが、フェライト分率が高いうえにVCが粗大になっているため、V添加量が多くても析出強化量を低減できたと考えられる。

むすび=0.3mass%を超えるV添加鋼では、1.0℃/s以下で冷却することによってV添加量に比例して析出強化量

を高めることができる。これは、 $2.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 以上ではV添加によりVCの析出を伴わないベイナイトが形成されやすくなり、V添加による析出強化が得られない一方で、 $1.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 以下では均一微細な相界面析出したVCを含むフェライト-パーライト組織になって大きな析出強化が得られるためである。

0.5mass%V添加した鋼でも、加熱温度を 900°C にすることによって、V無添加鋼と同程度の硬さまで析出強化量を抑制することができる。これは、加熱時にVCが溶解できず、析出強化量が小さい粗大なVCとして存在するためである。

上述の知見に基づき、一つの部品内での高強度化・傾斜機能化はつぎのようにして実現させ得ることを示した。すなわち、まず高強度化部を高温で、非強度化部は低温で加熱することによってV固溶量を変化させる。さらに、高強度部に対して適正に制御した速度で冷却を行う

ことにより、高強度部 $1,063\text{MPa}$ 、非強度部 650MPa の強度差を付与させることができる。

本稿は、NEDOからの助成事業により実施する「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発研究体」の研究成果であることを記し、謝意を表す。

参 考 文 献

- 1) S. A. Parsons et al.: Materials Science and Technology, 3 (1987), 894.
- 2) 松島吉武ほか: CAMP-ISIJ, 5 (1992), 781.
- 3) K. Sugita et al.: Proceedings of Asia Steel International Conference 2009, (2009), S7.
- 4) 高木節雄: 鉄鋼の析出メタラジー最前線, 日本鉄鋼協会, (2001), 69.
- 5) N. Kamikawa et al.: Proceedings of the 2nd International Symposium on Steel Science, (2009), 179.
- 6) 梅本 実ほか: NEDO プロジェクト「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発」制御鍛造分科会シンポジウム講演予稿集, (2010), 9.