

(論文)

耐水素脆化特性に優れる1,470MPa級高強度鋼板

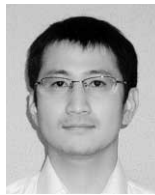
Cold-rolled Steel Sheets of 1,470MPa Grade with Superior Delayed Fracture Resistance Characteristics



粕谷康二*1
Kouji KASUYA



中屋道治*1
Michiharu NAKAYA



経澤道高*2
Michitaka TSUNEZAWA



向井陽一*3
Youichi MUKAI

It has been reported that a TBF steel (TRIP-aided steel with Bainitic Ferrite matrix) has superior delayed fracture resistance. This study researched the effects of austemper conditions on the delayed fracture resistance of TBF steel. The results indicate that austempering below Ms point for a period until the end of the bainite transformation is effective in achieving both high tensile strength and excellent delayed fracture resistance. Based on this finding, a TS 1,470MPa grade TBF steel sheet for automotive parts was manufactured on production lines. The TBF steel exhibited excellent performance for elongation and delayed fracture resistance.

まえがき＝燃費改善のための軽量化と衝突安全性の向上との両立を目的として自動車部品の高強度化が進められている¹⁾。しかしながら、鋼板が1,180MPaを超える強度クラスにまで高強度化されると、静的な負荷を受けた状態である時間経過後に突然脆性的な破壊が起こる「遅れ破壊」が問題となる。この現象は、大気環境下における腐食反応によって発生する水素が鋼材中に侵入して拡散性水素となり、応力集中部に集積して水素脆化を引き起こす現象と考えられている²⁾。

これに対し当社では、母相をベイニティックフェライトとし、ラス間にフィルム状の残留オーステナイトを分散させた新しいマイクロ組織鋼 (TRIP-aided bainitic ferrite 鋼、以下TBF鋼という)^{3), 4)}の開発を進めている。本鋼板は、① Si 添加により、割れを助長する粒界上の炭化物析出を抑制する、②微細分散した残留オーステナイトが拡散性水素のトラップサイトとなることで、応力集中部への水素集積を防止する⁵⁾、という特徴から、1,180MPaを超える強度クラスにおいても優れた耐遅れ破壊性を示すことが期待される。

TBF鋼は、オーステナイト単相域で焼鈍後、フェライトの生成を防止できる冷却速度でベイナイト変態開始温度以下まで冷却してオーステンパすることにより製造される。オーステンパ中にはベイナイト変態が進行しており、その進行度合は温度、時間により大きく影響を受けることが予想される。本稿では、TBF鋼の機械的性質および耐遅れ破壊性に及ぼすオーステンパ条件の影響について調査した。次いで、得られた知見を活かして、実用化されている最高強度レベルである1,470MPa級の引張強度を有するTBF鋼を実機ラインにて製造し、その機械的性質、耐遅れ破壊性を評価した結果を報告する。

1. 実験方法

供試材の化学成分は、Fe-0.2C-1.5Si-2.5Mn (mass %)とした。本成分鋼を真空溶解にて溶製し、熱延、酸洗後、冷延により1.2mm厚の薄鋼板とした。熱処理は、オーステナイト単相域である900℃で120秒保持後、上部臨界冷却速度以上の30℃/sで380℃あるいは330℃まで冷却し、さらにこの温度で50～2,000秒のオーステンパを施してから空冷した。上記熱処理を施した試料に対して、引張試験、耐遅れ破壊性の評価、組織観察、残留オーステナイト量および残留オーステナイト中のC濃度の測定を行った。

組織は、板厚 $t/4$ 位置における圧延方向に平行な断面について走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope, 以下 SEM という) 観察を行った。残留オーステナイト量の測定には、飽和磁化法⁶⁾を使用した。残留オーステナイト中のC濃度は、X線回折から求めたオーステナイトの格子定数により計算した。引張試験には、圧延直角方向に採取したJIS13号B試験片を用いた。耐遅れ破壊性は、U曲げ塩酸浸漬試験にて評価した。図1に試験の概略を示す。短冊状試験片を圧延方向と直角方向に、曲げ半径4mmでU曲げ加工し、ボルト締めによって1,500MPaの曲げ応力を負荷した。曲げ応力は、曲げ加

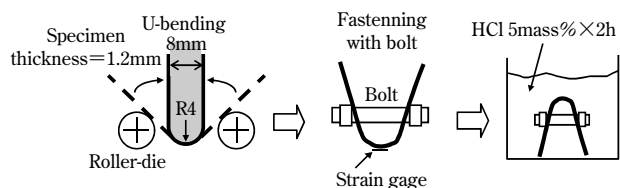


図1 耐遅れ破壊性の評価方法

Fig. 1 Experimental procedure of delayed fracture resistance test

*1 鉄鋼事業部門 技術開発センター 薄板開発部 *2 鉄鋼事業部門 技術開発センター 薄板開発部 (現 鉄鋼事業部門 薄板商品技術部)
*3 鉄鋼事業部門 技術開発センター 薄板開発部 (現 鉄鋼事業部門 技術総括部)

工部凸側に1軸測定用歪ゲージを貼り付け、(ヤング率)×(歪ゲージで測定した歪量)から計算した値である。浸漬させる塩酸の濃度は5 mass%とし、2時間後の割れ発生有無を目視調査して耐遅れ破壊性の評価とした。

2. 実験結果

2.1 機械的性質に及ぼすオーステンパ条件の影響

図2に、オーステンパ条件が機械的性質に及ぼす影響を示す。オーステンパ温度を高温にすることにより引張強度は低下している。これは、高温で変態することで母相がより転位密度の低い軟質な組織になる⁷⁾ためと考えられる。また、いずれのオーステンパ温度でも引張強度は時間経過に伴って低下している。これは、ベイナイト変態が進行することにより、オーステンパ後の最終冷却で生じる硬質なマルテンサイトの量が減っていくためと考えられる。図3に、引張強度と全伸びの関係を示す。全伸びについては、引張強度が高くなるほど低下するという一般的な傾向が認められる。

2.2 耐遅れ破壊性に及ぼすオーステンパ条件の影響

表1に、各オーステンパ条件で熱処理したときの耐遅れ破壊性の評価結果を示す。いずれのオーステンパ温度

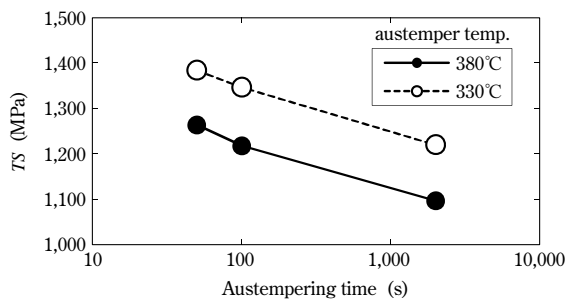


図2 引張強度に及ぼすオーステンパ条件の影響
Fig. 2 Effect of austemper conditions on tensile strength

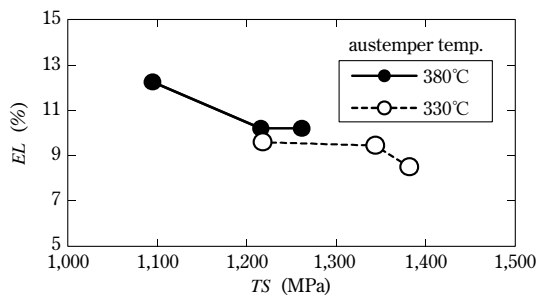


図3 強度と伸びの関係
Fig. 3 Relationship between tensile strength and elongation

表1 各熱処理材の耐遅れ破壊性評価結果

Table 1 Evaluation results of delayed fracture resistance of each heat treatment steels

Heat treatment	Tensile strength (MPa)	Time in 5%-HCl
		2h
380°C×50s	1,263	××
380°C×100s	1,217	××
380°C×2,000s	1,095	○○
330°C×50s	1,382	××
330°C×100s	1,346	××
330°C×2,000s	1,219	○○

2 samples for each

○ : no cracking, × : cracking

でも、オーステンパ時間が長時間化して低強度となることで遅れ破壊がなくなるという一般に知られた傾向²⁾が認められる。ただし、オーステンパ条件が330°C×2,000秒(以下、低温長時間という)の熱処理材と380°C×50~100秒(以下、高温短時間という)の熱処理材は同程度の引張強度を有するにもかかわらず、その耐遅れ破壊性は低温長時間の方が優れている。

以上、TBF鋼において高強度化と優れた耐遅れ破壊性との両立を図るには、低温長時間のオーステンパ条件が適切であるとわかった。

3. 考察

3.1 各オーステンパ条件における組織の同定

引張強度が同程度であるにもかかわらず、高温短時間より低温長時間のオーステンパにて優れた耐遅れ破壊性が得られたことには、ミクロ組織の違いが影響していると考えられる。

図4に、各オーステンパ条件で熱処理したときのSEM組織の代表例を示す。いずれのオーステンパ条件に対しても母相はラス状の組織を呈しており、その中に凶中に囲い線で示した塊状のMA (Martensite Austenite constituent)⁸⁾が混在する様子が観察される。処理時間が50秒(図4(a))から2,000秒(図4(b))と長時間化することで、比較的サイズの大きなMAが減少しており、処理温度が380°C(図4(b))から330°C(図4(c))と低温化することで、量が更に減少する傾向が確認できる。それぞれの温度で形成されているラス組織は機械的性質が異なることから転位密度などの下部組織は異なると考えられるが、組織観察だけでこれら下部組織を区別することは困難である。

ミクロ組織の違いを明確にするために、ここではフォーマスタ試験を利用した。フォーマスタ試験では、オーステナイトからの変態に対応する体積膨張が測定されるため、これを解析することでオーステンパ中の変態の進行度合を把握することができる。

まず、予備実験として900°Cから室温までの冷却における体積膨張挙動からMs点を測定したところ、Ms点は340°Cであった。次いで330°Cあるいは380°Cにて2,000秒までのオーステンパを施した際の体積膨張挙動を調査し

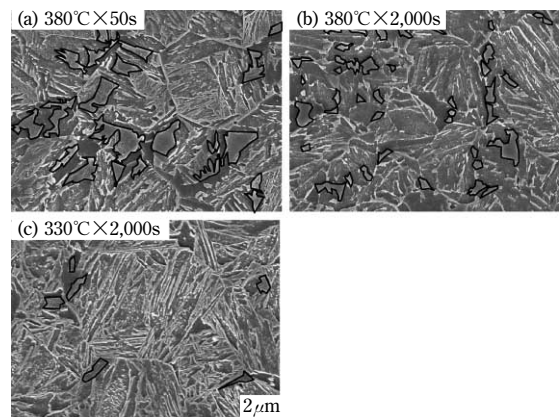


図4 各条件でオーステンパした熱処理材のSEM組織
Fig. 4 SEM image of steels austempered at each condition

た。体積膨張の飽和点での値を100として百分率表示した結果を図5に示す。ここで、図の横軸の基点は、380℃の処理では恒温保持開始時間、330℃の処理では温度がMs点を下回る時間とした。380℃の処理では、数秒の潜伏期の後にベイナイト変態が開始し、約1,200秒で変態が飽和している。一方、330℃のオーステンパ処理では、冷却が進行するA点に至るまではマルテンサイト変態による膨張が観察され、A点以降は、恒温保持中のベイナイト変態による膨張が800秒程度で飽和に至る様子が観察される。330℃にてベイナイト変態の潜伏期が観察されないのは、Ms点以下でマルテンサイトによってベイナイト変態が促進されるという現象^{9), 10)}によるものである。

ベイナイト変態の飽和後も未変態のままだったオーステナイトは、最終冷却においてマルテンサイトに変態するか、あるいは残留オーステナイトとなる。最終冷却後の残留オーステナイトの体積率をオーステンパ時間で整理して図6に示す。オーステンパの進行に伴う最終冷却後の残留オーステナイトの体積率増減は2%程度と小さく、条件によらず比較的安定していることがわかる。

上記の結果より、低温長時間と高温短時間のオーステンパにおける組織形成挙動は図7のように模式化できる。低温長時間のオーステンパは、Ms点以下への冷却によって生成したマルテンサイトにとっては焼戻しの熱処理に相当することから、最終組織は、焼戻しマルテンサイト+ベイニティックフェライト+残留オーステナイ

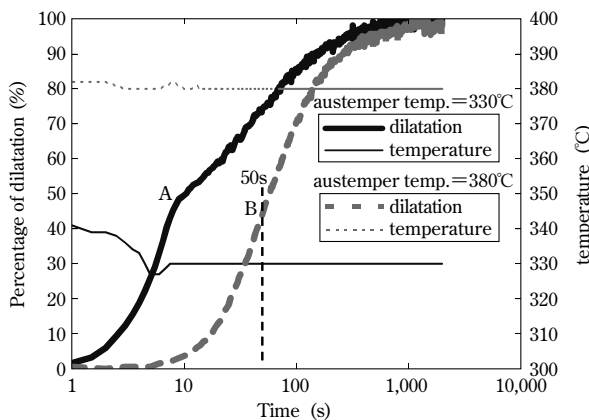


図5 オーステンパ中の線膨張量変化
Fig. 5 Change of dilatation during austempering

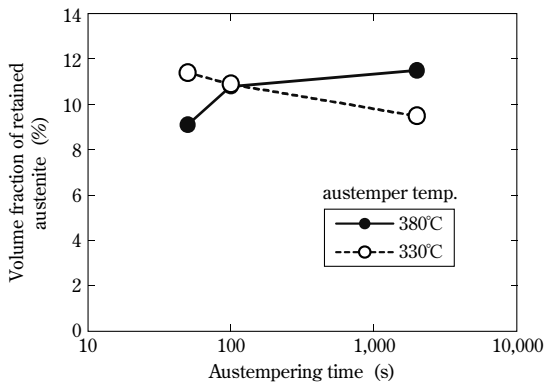


図6 残留オーステナイト体積率に及ぼすオーステンパ条件の影響
Fig. 6 Effect of austemper conditions on volume fraction of retained austenite

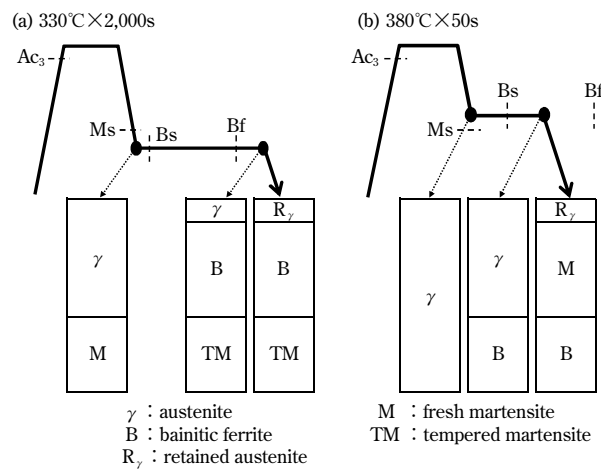


図7 各段階における組織構成の模式図
Fig. 7 Illustrations of phase composition at each stage

トの複合組織と考えることができる。一方、高温短時間のオーステンパでは、ベイナイト変態飽和前（例えば、図5における50秒に相当するB点）の未変態オーステナイトが多い状態で最終冷却がなされる。前述のように、残留オーステナイト量にはオーステンパ時間の違いで大きな変化がないことから、この未変態オーステナイトの大部分は最終冷却においてマルテンサイトに変態すると考えられる。このマルテンサイトは焼戻しを受けていないフレッシュマルテンサイトであり、この場合の最終組織は、ベイニティックフェライト+フレッシュマルテンサイト+残留オーステナイトの複合組織と考えることができる。SEM観察においてオーステンパ時間の増加に伴いサイズの大きなMAが減少したのは、ベイナイト変態の進行によるフレッシュマルテンサイトの減少に対応したものと考えられる。

3.2 耐遅れ破壊性に及ぼすマイクロ組織の影響

マイクロ組織の観点から、低温長時間と高温短時間のオーステンパで耐遅れ破壊性に優劣が生じた原因について考察する。

低温長時間のオーステンパ後の組織には、従来遅れ破壊感受性が高いとされていた焼戻しマルテンサイトが存在する。焼戻しマルテンサイトでは粒界に析出したフィルム状の炭化物が、遅れ破壊の主破壊形態である粒界割れを助長する¹¹⁾ことが報告されていることから、低温長時間材における炭化物の析出状態を確認するために透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope, 以下TEMという) 観察を実施した。観察結果の一例を図8に示す。ラス組織中に板状と思われる炭化物が析出する部位も認められたが、粒界上にフィルム状炭化物は観察されなかった。これは、Si添加によって炭化物の析出が抑制された効果であり、この結果として耐遅れ破壊性への悪影響が小さくなったと考えられる。

これに対し、前節で述べたように高温短時間のオーステンパ後の組織にはフレッシュマルテンサイトが存在すると考えられる。こちらにも遅れ破壊に有害な粒界のフィルム状炭化物が存在しないのは同様であるが、フレッシュマルテンサイトは周囲のベイニティックフェライトより低温で生成することで転位密度の高い硬質な組織と

なるため、部分的に硬質な相が分散することになる。こうして組織全体が不均質になることでU曲げ加工時のひずみが局在化し、高ひずみ部位が遅れ破壊の起点となることが考えられる。また、フレッシュマルテンサイト中の高密度の転位が、割れ起点への水素拡散を促進することで遅れ破壊の感受性を高める¹²⁾ことも要因の一つと考えられる。

また、残留オーステナイトの体積率と水素吸蔵量の間に正の相関があるという報告¹³⁾から、残留オーステナイトの体積率が遅れ破壊に影響する可能性がある。本実験においては、試験片を水素侵入環境にさらす前にU曲げ加工を実施していることから、遅れ破壊に影響するのは図6に示した初期残留オーステナイト量ではなく、U曲げ加工後の残留オーステナイト量と考えるべきである。これには残留オーステナイトの安定性が影響するため、オーステンパ時間の変化に対する初期残留オーステナイト中のC濃度の変化を調査した。結果を図9に示す。長時間のオーステンパではCの濃化が進行しており、残留オーステナイトがより安定化していることがわかる。こ

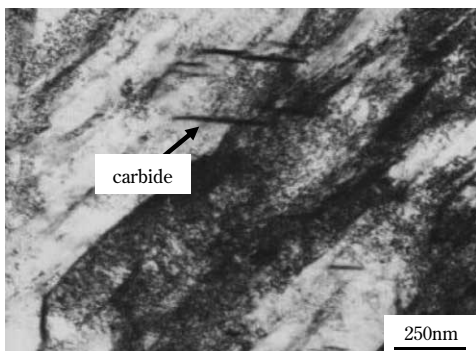


図8 330°C×2,000秒でオーステンパした熱処理材のTEM組織
Fig. 8 TEM image of steel austempered at 330°C for 2,000s

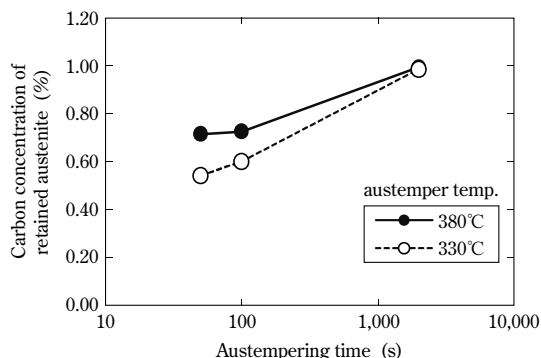


図9 残留オーステナイト中のC濃度に及ぼすオーステンパ条件の影響
Fig. 9 Effect of austemper condition on carbon content of retained austenite

のことから、C濃化が十分に進行していない高温短時間のオーステンパでは、初期の残留オーステナイトの体積率は低温長時間と同じであっても、不安定な残留オーステナイトがU曲げ加工時の歪み誘起変態によって減少することで水素吸蔵量が低下し、耐遅れ破壊性が悪化したと考えられる。

4. 1,470MPa級TBF鋼の実機製造結果

高強度を確保するためにオーステンパ温度を低くし、耐遅れ破壊性を向上するためにベイナイト変態が飽和するまでオーステンパすることが、TBF鋼の製造にとって効果的であるという検討結果を得た。この知見を活用して、1.4mmの1,470MPa級TBF鋼板を実機ラインにて製造した。製造条件は、自動車用高強度鋼板に要求される諸特性、製造容易性も勘案した上で決定した。

製造した1,470MPa級TBF鋼のSEM組織を図10に示す。SEM組織から、全面に均一なラス組織となっていることがわかる。表2に、TBF鋼の機械的性質を1,470MPa級のフェライト+マルテンサイト組織鋼 (Dual Phase鋼、以下DP鋼という)と比較して示す。TBF鋼はDP鋼に対し、優れた強度-伸びバランスを示している。耐遅れ破壊性はU曲げ塩酸浸漬試験により評価した。U曲げ加工の曲げ半径は5mm、ボルト締めによる負荷曲げ応力は1,500~2,000MPaとした。浸漬させる塩酸濃度は5mass%とし、600時間までの経過時間に伴う割れ発生の有無を調査した。結果を表3に示す。DP鋼では、負荷応力によら

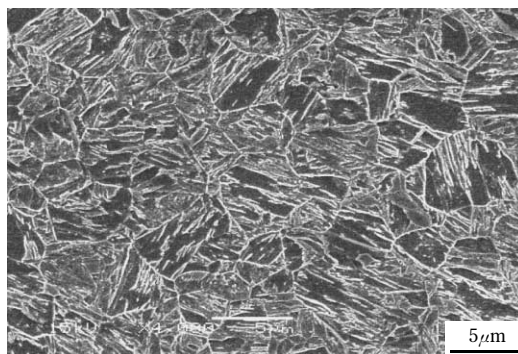


図10 1,470MPa級TBF鋼のSEM組織
Fig.10 SEM image of 1,470MPa TBF steel

表2 供試鋼の機械的性質
Table 2 Mechanical properties of steels

Steel	YP (MPa)	TS (MPa)	EL (%)	TS×EL (MPa·%)
TBF1470	1,071	1,527	11	16,797
DP1470	1,342	1,578	8	12,624

thickness : 1.4mm, JIS No.5 specimen

表3 供試鋼の耐遅れ破壊性の評価結果
Table 3 Evaluation results of delayed fracture resistance of steels

Steel	Bending radius (mm)	Residual stress (MPa)	Time in 5mass%-HCl			
			1h	4h	576h	600h
TBF1470	5	1,500	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○
		2,000	○ ○	○ ○	○ ○	○ ×
DP1470	5	1,500	○ ○	× ×	× ×	× ×
		2,000	○ ○	× ×	× ×	× ×

2 samples for each

○ : no cracking, × : cracking

ず 4 hで割れが発生するのに対し、TBF鋼では、負荷応力2,000MPaでの割れ発生時間が600hまで長時間化しており、1,500MPaでは600h経っても割れが発生していない。

以上、実機製造材において、1,470MPa級TBF鋼が同強度クラスのDP鋼よりも、伸び、耐遅れ破壊性ともに優れることが確認できた。

むすび＝TBF鋼の機械的性質および耐遅れ破壊性に及ぼすオーステンパ条件の影響をマイクロ組織の観点から調査した。その結果、TBF鋼の高強度化と優れた耐遅れ破壊性の維持を両立するために有効な組織を見出した。さらに、本技術を活用して1,470MPa級TBF鋼を試作し、成形性および耐遅れ破壊性においてDP鋼より優れることを報告した。

本技術は、今後ますます高まると予想される自動車部

材高強度化のニーズに対応し得る技術であると考えている。

参 考 文 献

- 1) 占部俊明：熱処理，Vol.50, No.4 (2010)，p.310.
- 2) 松山晋作：遅れ破壊，日刊工業新聞社，1989.
- 3) 向井陽一：R&D 神戸製鋼技報，Vol.55, No.2 (2005)，p.31.
- 4) 粕谷康二ほか：R&D 神戸製鋼技報，Vol.57, No.2 (2007)，p.27.
- 5) 北條智彦ほか：CAMP-ISIJ，Vol.18, No.3 (2005)，p.554.
- 6) 赤水 宏ほか：R&D 神戸製鋼技報，Vol.52, No.3 (2002)，p.43.
- 7) 塚野保嗣ほか：鉄と鋼，Vol.72, No.5 (1986)，p.S536.
- 8) 日本鉄鋼協会基礎研究会ペイナイト調査研究部会：鋼のペイナイト写真集，Vol.1 (1992)，日本鉄鋼協会.
- 9) R. T. Howerd ほか：Trans. AIME, Vol.176 (1948)，p.384.
- 10) 中島宏興ほか：金属材料研究所研究報告，Vol.10 (1967)，p.499.
- 11) 中里福和ほか：鉄と鋼，Vol.61, No.6 (1975)，p.841.
- 12) 高井健一：腐食防食部門委員会資料，Vol.44, No.247 (2005)，p.8.
- 13) 北條智彦ほか：CAMP-ISIJ，Vol.17, No.3 (2004)，p.456.