

(論文)

低炭素焼戻しマルテンサイトの機械的特性に及ぼす下部組織の影響

Influence of Substructures on Mechanical Properties of Low Carbon Tempered Martensite Steels



村上俊夫*¹(工博)
Dr. Toshio MURAKAMI



斉藤賢司*²(工博)
Dr. Kenji SAITO

We investigated the influence of substructures on the mechanical properties of tempered martensite, which was the microstructure making up dual phase steel used as advanced high strength steel. Water-quenched specimens were tempered at various temperatures, keeping the tempering parameter at a constant value in order to control the substructures of tempered martensite. In the results, YS, TS and EL were in proportion to the square root of dislocation density, and the hole expansion ratio showed an inverse association with cementite size. On the other hand, the dislocation density could be controlled by the tempering parameter, and cementite size could be changed by the tempering temperature, while keeping the tempering parameter at a constant value. These results suggest that the mechanical property balance of tempered martensite can be improved by optimizing the tempering conditions.

まえがき＝自動車用高強度鋼板において良好な強度－延性バランスを実現することができる鋼として、フェライトと、マルテンサイトもしくは焼戻しマルテンサイトからなる複相組織鋼（Dual Phase鋼、以下DP鋼という）が汎用的に用いられている。DP鋼は延性をフェライトが、強度をマルテンサイトが受け持つことにより、単一組織鋼に比べて強度－伸びバランスを向上させることができるため、1970年代から検討が進められてきた^{1)~3)}。当初はフェライト中心の組織の中に5～30%のマルテンサイトを分散させる組織が主体であった^{1)・2)}。このため、変形は主にフェライトが担っており、マルテンサイトの特性は重視されていなかった。しかし、引張強度が980MPa程度まで高強度化が進むと、適用される部品によってはDP鋼でも伸びだけでなく伸びフランジ性や曲げ性に優れた特性をもつ鋼が求められるようになってきた。そうした要望に応えるため、組織制御技術を用いることによって焼戻しマルテンサイトの比率を高めたDP鋼が開発された⁴⁾。このようなDP鋼は従来の鋼と異なり、焼戻しマルテンサイトも変形を担うため、フェライトだけでなく焼戻しマルテンサイト自身の特性もDP鋼の特性に強く影響すると考えられる。そのため、焼戻しマルテンサイト自体の特性を支配する因子を明らかにし、特性改善指針を明示することがこのようなDP鋼の特性改善に必要といえる。

一方で、焼戻しマルテンサイト単一組織での特性は、強度に対しては多数報告されている⁵⁾が、伸びや伸びフランジ性といった機械的特性は、大谷らが焼戻し温度を変化させたときの伸びフランジ性について検討してい

る⁶⁾ものの、下部組織が及ぼす影響を詳細に検討した報告は見られない。

そこで当社では、DP鋼の機械的特性のさらなる向上を図るための基礎的知見を得ることを目的に、低炭素鋼における焼戻しマルテンサイトの機械的特性に及ぼす下部組織の影響について検討した。

1. 実験方法

真空溶製により表1に示す成分の鋼を溶製した。この鋼を熱間圧延にて厚さ3.2mmの板にした後、冷間圧延にて1.6mmまで減厚した。これをソルトバスにて930℃×90sの加熱を施した後、水冷することによってマルテンサイト組織を得た。これを表2に示すように焼戻しパラ

表1 供試鋼の化学成分

Table 1 Chemical compositions of specimens investigated (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Al	N
0.157	1.36	2.12	0.012	0.001	0.049	0.0028

表2 焼戻し条件

Table 2 Tempering conditions

Tempering temperature (°C)	Tempering time (s)	Tempering parameter
550	1	13,533
550	10	14,356
550	180	15,389
500	10	13,484
500	180	14,454
500	3,100	15,410
450	180	13,519
450	3,700	14,469
450	72,000	15,401
400	4,000	13,491
400	108,000	14,454

*¹技術開発本部 材料研究所 *²技術開発本部 材料研究所 (現 鉄鋼事業部門 加古川製鉄所 薄板部)

メータ ($P=T(\log(t)+A)$, T : 温度(K), t : 時間(h), A : 定数 (ここでは 20 を使用)) が 13,500 程度, 14,500 程度, 15,500 程度になるように焼戻し条件を $400\sim 550^{\circ}\text{C}\times 1\sim 108,000\text{s}$ の範囲で変化させることにより, 焼戻しマルテンサイトの下部組織, とくに転位密度とセメンタイトの存在状態を変化させた鋼を作り込んだ。

これを用いて JIS 5 号試験片を作製し, 引張試験によって強度および伸びを評価した。また, 伸びフランジ性の評価としては日本鉄鋼連盟規格 JFS T1001 の穴拡げ試験にて穴拡げ率 (λ) を測定した。

また, マルテンサイト組織の評価のため, 走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察, およびセメンタイトの分散状態の観察には抽出レプリカサンプルを透過型電子顕微鏡 (TEM) にて観察した。また, X 線回折法 (XRD) にて測定した (110), (200), (211), (220) の回折ピークの半価幅から転位密度を算出した。また, 固溶 C 量は (110) と (101) の面間隔から tetragonality (c 軸, a 軸比: c/a) を求め, $c/a=1+0.045[\%C]$ (ここで $[\%C]$: 固溶 C 量)⁷⁾ として求めた。

2. 実験結果

2.1 焼戻し条件による組織因子の変化

焼入れ—焼戻しを施した鋼の組織の代表例を図 1 に示す。今回検討した範囲内で焼戻し条件を大きく変化した ((a) 550°C 1 s, (b) 450°C 72,000s) にもかかわらず, 全てラス組織が維持された典型的な焼戻しマルテンサイト組織を示していた。

この焼戻しマルテンサイト中のセメンタイトの分散状態を観察するため, 抽出レプリカ膜を用いて観察した TEM 写真例を図 2 に示す。また, これらの写真からセメンタイトの平均半径を解析した結果を図 3 に示す。焼戻し温度を一定にして焼戻し時間を変化させて焼戻しパラメータを変化 (図 2(a)–(b)–(c) の比較) させたとき, セメンタイトのサイズが顕著に大きくなる傾向を示した。一方, 焼戻しパラメータを一定にして焼戻し温度, 時間を変化させた場合 (図 2(b)–(d)–(e) の比較) もセメンタイトサイズが変化し, 焼戻し温度の上昇 (同時に焼戻し時間短縮) によりセメンタイトサイズが微細化する傾向が見られた。

つぎに転位密度の測定結果を図 4 に示す。転位密度は, 焼戻しパラメータが一定の条件では焼戻し温度によらず一定の値を示した。この結果から, 転位密度は焼戻しパラメータで整理できることがわかった。

また, 固溶 C 量の評価を行ったところ, 焼入れ材での c/a が 1.0073 となり, 1 章で述べた算出式から 0.156mass% が得られた。この量は添加 C 量 (0.157mass%) とほぼ一致した。一方, 焼戻し材では, 本実験の標準的な焼戻し条件である $500^{\circ}\text{C}\times 180\text{s}$ 焼戻し材で (110), (200) のピーク分離は見られなかった。この結果から, 本実験で対象としている焼戻し条件下では焼戻しマルテンサイト中には固溶 C がほとんど存在しないといえる。

以上の結果から, 焼戻しで変化するマルテンサイトの下部組織のうち, 固溶 C 量はゼロのまま変化しない。ま

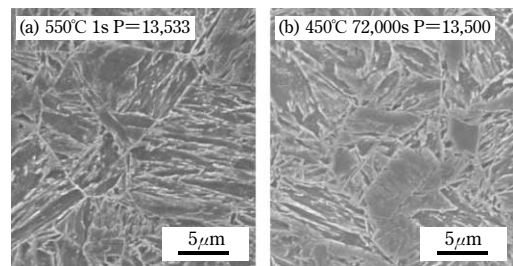


図 1 焼戻しマルテンサイトの SEM 観察結果

Fig. 1 Optical micrographs of typical tempered martensite

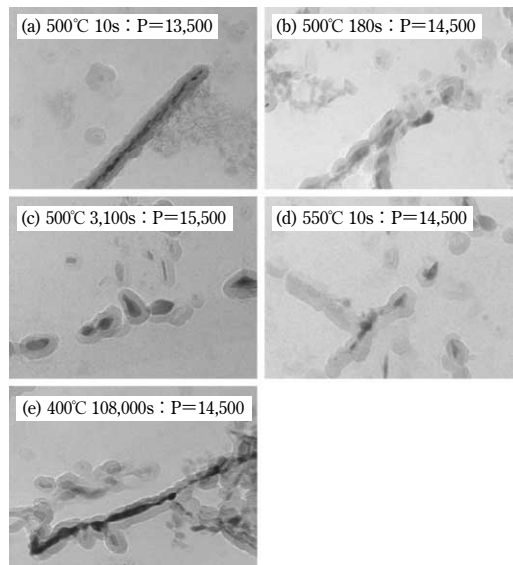


図 2 各種条件で焼戻したマルテンサイト中のセメンタイトの TEM 組織写真

Fig. 2 TEM micrographs of cementites in tempered martensite tempering at various condition

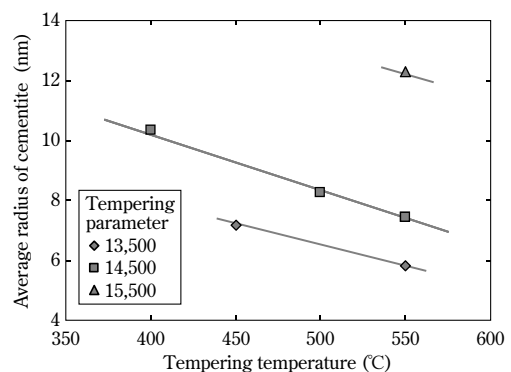


図 3 焼戻しマルテンサイト中のセメンタイトサイズに及ぼす焼戻しパラメータ一定下での焼戻し温度の影響

Fig. 3 Influence of tempering temperature under constant tempering parameters on cementite sizes in tempered martensite

た, 転位密度は焼戻しパラメータで整理できる一方で, セメンタイトのサイズは焼戻しパラメータが同等でも焼戻し条件により変化することがわかった。

2.2 機械的特性に及ぼす焼戻し条件の影響

一般に, 焼戻しパラメータが一定の場合はマルテンサイトの焼戻され方は同等で, 機械的性質も同等の値が得られると考えられる。焼戻しパラメータを一定にして焼戻し温度を変化 (同時に焼戻し時間も変化) させたときの降伏強度や引張強度 (図 5 (a)), 伸び (図 5 (b)), 穴拡げ率 (図 5 (c)) に及ぼす影響を図 5 に示す。

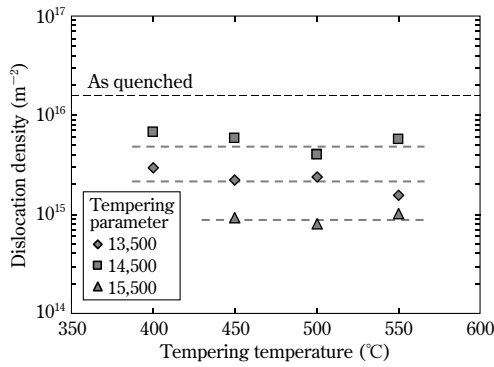


図4 焼戻しマルテンサイトの転位密度に及ぼす焼戻しパラメータ一定下での焼戻し温度の影響

Fig. 4 Influence of tempering temperature with constant tempering parameter on dislocation density of tempered martensite

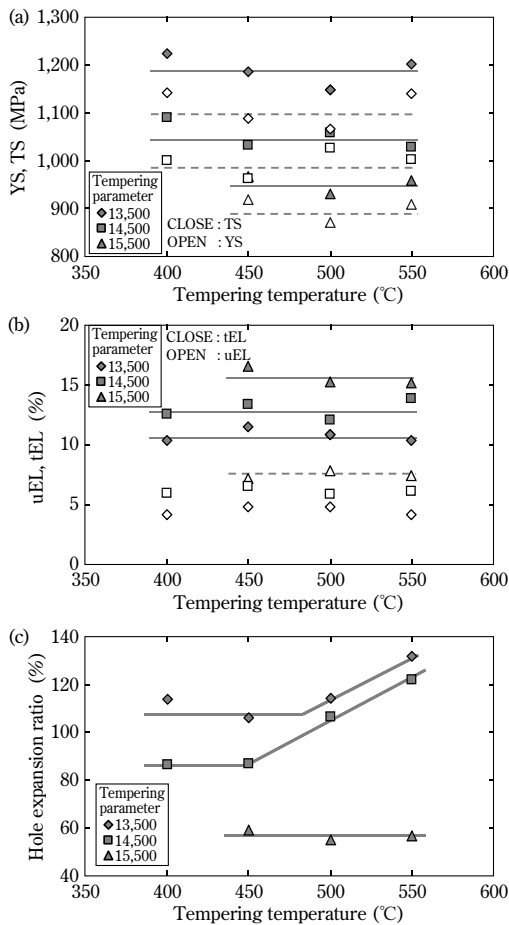


図5 機械的特性に及ぼす焼戻しパラメータ一定下での焼戻し温度の影響

Fig. 5 Effects of tempering temperature with constant tempering parameter on mechanical properties

焼戻しパラメータが大きくなるに従って、降伏強度および引張強度は低下し、均一伸びおよび全伸びは向上する傾向を示した。また、焼戻しパラメータが一定の条件では焼戻し温度が変化しても降伏強度や引張強度、均一伸び、全伸びはほとんど変化しなかった。

一方、穴拡げ率は強度や伸びと異なる傾向を示した。焼戻しパラメータ一定の条件でも 15,500 程度と大きい場合は焼戻し温度の影響が見られないが、14,500 以下では、焼戻し温度が高い、すなわち、高温短時間焼戻しの方が穴拡げ率が向上する傾向を示した。

つまり、焼戻しパラメータが一定下では強度、伸びな

どの引張特性は焼戻し温度や時間を変化させても一定だが、穴拡げ率については焼戻し条件を高温短時間化することで改善できるといえる。

3. 考察

炭素鋼の焼戻しマルテンサイトの強度は、結晶粒微細化強化、固溶 C による固溶強化、セメンタイトの析出強化、転位強化の全てが寄与すると考えられる。

このうち、結晶粒微細化強化については、図 1 に示したように焼戻し条件が変化しても組織は変化しないことから、本実験の焼戻し条件範囲ではほとんど変化していないといえる。

また、固溶 C による固溶強化については、焼戻しの第 3 段階になると固溶 C による固溶強化の寄与が小さいと指摘されている⁸⁾。本実験においても、焼戻しマルテンサイト中には少なくとも X 線回折により捕捉できる量の固溶 C は存在しなかったため、固溶 C による固溶強化はほぼ無視できるといえる。したがって、焼戻しにより変化する強化機構は、セメンタイトの析出強化および転位強化の二つとなる。

降伏強度および引張強度とセメンタイトサイズの逆数あるいは転位密度との関係をそれぞれ図 6、図 7 に示す。それぞれ転位密度が高いほどもしくはセメンタイトサイズが微細なほど強度が高くなる一般的な傾向を示す。しかし、転位密度との相関が非常に強く、さらに、転位密度が同程度の条件ではセメンタイトサイズの変化による強化量に明確な変化が見られないことから、強度の変化は転位密度の変化に強く依存し、セメンタイトサイズの変化にはあまり影響を受けないと考えられる。

析出強化量は析出物のサイズにより変化し、析出物サイズが小さくて転位によって切断される場合は Cutting 機構によって決定される。一方、析出物サイズが大きく転位が析出物周囲にループを残して通過しないといけな

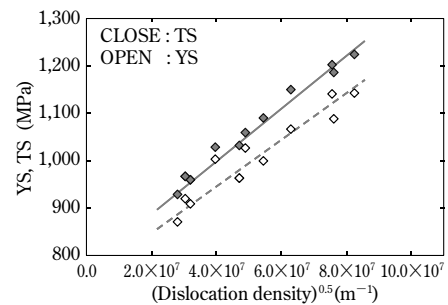


図6 YS, TS と転位密度の関係

Fig. 6 Relationship between YS, TS and dislocation density

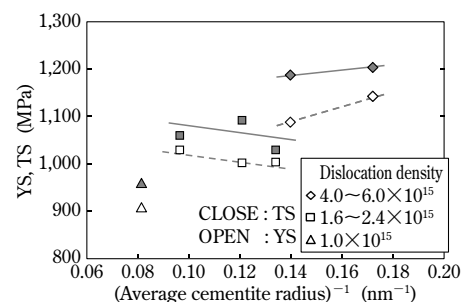


図7 YS, TS とセメンタイトサイズの関係

Fig. 7 Relationship between YS, TS and cementite radius

い場合はOrowan機構によって強化量が決定される。高木らはセメンタイトが転位にせん断される臨界半径を約18nmとしている⁹⁾。ここで対象としているセメンタイトの平均半径は6~12nmと臨界サイズ以下であり、セメンタイトのサイズ依存性がないCutting機構が働くサイズ域にあった。このため、セメンタイトサイズの変化が強度に対し、あまり影響を与えなかったと考えられる。

強度と同様に伸びも転位密度に強く支配されていると考えられる。これは、セメンタイトサイズがせん断される臨界サイズ以下だったため加工硬化に寄与せず、転位密度の変化による転位増殖の余地の変化、すなわち加工硬化率の変化が伸びを支配すると考えられる。

一方、穴拡げ率は、セメンタイトサイズとの相関が強く表れる。図8は穴拡げ率とセメンタイトサイズとの関係を示す。焼戻しパラメータの値、すなわち、強度クラスごとに分離して整理することが可能であること、さらにセメンタイトサイズと穴拡げ率とが相関することを示している。

セメンタイトが穴拡げ率に影響を及ぼす原因を明らかにするため、引張試験片の破面近傍の断面組織を観察したのでその結果を図9に示す。ラス境界やブロック境界、旧 γ 粒界に存在する粗大なセメンタイトに接してポイド(図中の黒いコントラスト)が観察された。同じひずみ量の部位で比較するとセメンタイトの平均サイズが大きい方がポイドの発生数が多く観察され、破壊が進行しやすくなっていることがわかった。この結果から、穴拡げ試験においても変形が進行するにつれて粗大なセメンタイトの周囲にポイドが発生して破壊に至るため、セメンタイトサイズが穴拡げ性の支配因子となっているといえる。そのため、穴拡げ性の改善にはセメンタイト、とくに各種粒界上の粗大なセメンタイトを微細にすることが有効と考えられる。

以上の結果から、成分が一定の場合、焼戻しマルテン

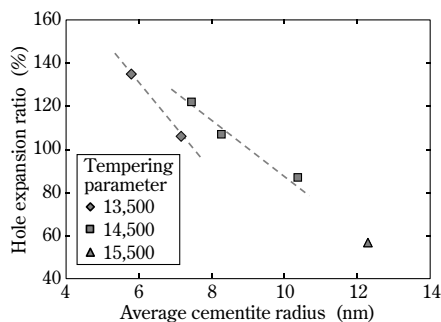


図8 穴拡げ率と平均セメンタイト半径の関係

Fig. 8 Relationship between hole expansion ratio and cementite radius

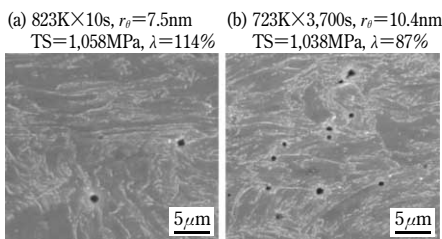


図9 引張試験片破断面近傍でひずみ量30%程度の領域のSEM組織写真
Fig. 9 SEM micrographs of area at about 30% strain near fracture surface of tensile specimen

サイトの機械的特性として強度、伸びについては転位密度が、穴拡げ率はセメンタイトサイズが主な支配因子であり、それぞれを焼戻し温度と時間を個別に適正に制御することによって特性バランスが改善できることがわかった。このような硬質組織を活用することによってマルテンサイトが主体となる伸びフランジ性、曲げ性を主眼としたDP鋼のさらなる特性向上を図ることができると考えられる。

むすび= DP鋼の構成組織である焼戻しマルテンサイトの機械的特性の支配因子を調査するため、低炭素鋼のフルマルテンサイト組織を種々の焼戻し条件(400~550℃×1~108,000s)でマルテンサイトの下部組織を変化させて特性への影響を調査した。その結果、以下の知見が得られた。

- (1) 本実験の検討範囲においては、転位密度は焼戻しパラメータに依存して変化する。一方、セメンタイトサイズは焼戻しパラメータが同一でも焼戻し温度、時間の組合せで変化する。焼戻し条件が高温・短時間になるとセメンタイトサイズが微細化する。また、ラスサイズは焼戻し条件によらず一定、固溶C量はゼロで変化しなかった。
- (2) 焼戻しマルテンサイトの機械的特性のうち、強度および伸びは焼戻しパラメータに依存して変化する。一方、穴拡げ率は焼戻しパラメータが一定でも焼戻しを高温短時間化することによって向上する。
- (3) 焼戻しマルテンサイトの機械的性質と組織因子を比較すると、降伏強度、引張強度および伸びは転位密度と強い相関を持つ。これは、焼戻しで変化する3つの強化機構(固溶Cによる固溶強化量、セメンタイトの析出強化量、転位密度による転位強化量)のうち、固溶Cはほとんどゼロで変化せず、析出強化量はセメンタイトサイズが変化してもCutting機構の臨界サイズより小さくサイズ依存性がないため、転位密度が強化量を支配するためである。
- (4) 穴拡げ率はセメンタイトサイズと非常に強い相関を示し、セメンタイトサイズを微細化することによって穴拡げ率が向上する。これは、マルテンサイト中のセメンタイトのなかでも、ラス境界やブロック境界に存在する粗大なセメンタイトが変形中にポイドの発生源となることから、これを微細化することによって破壊を抑制することができるためである。

参考文献

- 1) S. Hayami et al.: Micro Alloying 75, Proceedings of a Symposium on High Strength, Low-Alloy Steels, Products and Process (Washington, D.C.), (1975), p.78.
- 2) 古川 敬: 日本金属学会会報, Vol.19 (1980), p.439.
- 3) H. Shirasawa et al.: Trans. ISIJ, Vol.26 (1986), p.310.
- 4) 白沢秀則ほか: 鉄と鋼, Vol.74 (1988), p.326.
- 5) T. Kunitake: Trans. ISIJ, Vol.7 (1976), p.254.
- 6) 大谷茂生ら: 鉄と鋼, Vol.96 (2010), p.406.
- 7) C. S. Roberts et al.: Trans. ASM, Vol.45 (1953), p.576.
- 8) 邦武立郎: 鉄と鋼, Vol.54 (1968), p.710.
- 9) 高木節雄: 鉄鋼の析出メタラジ-最前線, 日本鉄鋼協会, (2001), p.69.