

フェライト+マルテンサイト複相組織ステンレス鋼の  
曲げ加工性に及ぼす時効処理の影響

平川 直樹・藤本 廣・鈴木 聡

日新製鋼株式会社  
日新製鋼技報 No.90 別冊  
平成21年12月

## 論 文

## フェライト+マルテンサイト複相組織ステンレス鋼の曲げ加工性に及ぼす時効処理の影響

平川直樹\* 藤本 廣\*\* 鈴木 聡\*\*\*

## Effect of Aging Treatment on Bending Workability for a Ferrite-Martensite Dual Phase High Strength Stainless Steel

Naoki Hirakawa, Hiroshi Fujimoto, Satoshi Suzuki

## Synopsis:

A ferrite-martensite dual-phase stainless steel having good formability has been developed. However, when the said steel is bent toward crosswise direction, its bending workability is inferior to when bent toward longitudinal direction, because the said steel has anisotropy of bending workability and ferrite-martensite lamellar structure formed by rolling one way.

It was confirmed that the anisotropy of bending workability was improved with an aging treatment in this investigation. This study was carried out to examine the effect of the aging treatment at various temperatures ranging from 350°C to 550°C. As a result, bend tests showed that the bending workability had been improved with the aging treatment at temperatures between 400°C and 500°C for 0s, maintaining strength.

In the case of an aging treatment at temperatures between 400°C and 500°C for 0s, the Cottrell atmosphere is formed by carbon in ferritic phase, therefore the hardness of ferritic phase rises. On the other hand, the hardness of martensitic phase decreases by tempering. This fact shows that an appropriate aging treatment decreases the difference in strength between ferritic phase and martensitic phase. The decrease in the difference in strength difference reduces concentration of deformation in ferritic phase. The improvement in bending workability of the said steel is attributed mainly to the decrease in the strength difference in strength between ferrite and martensite.

## 1. 緒言

当社では、これまでに軟質なフェライト相と硬質なマルテンサイト相の微細混合組織化により、適度な強度と加工性を有する複相組織高強度ステンレス鋼 (0.07C-16.5Cr-2Ni) を開発した<sup>1,2)</sup>。この鋼は、SUS301調質圧延材と同等な強度を有しながら、Ni含有量が低く比較的安価であり、またSUS420J2, SUS410などのマルテンサイト系ステンレス鋼と異なり、熱処理済みの素材を提供できることから、ユーザーでの焼入れ・焼戻しが不要である。このような背景から、現在、自動車用部品や各種押さえばねなどの汎用高強度ステンレス鋼素材として多用されている。本鋼は、(フェライト+マルテンサイ

ト) 二相となる熱延板をフェライト相域に加熱して炭化物を含むフェライト単相組織とし、所定の板厚に冷間圧延を施した後、(フェライト+オーステナイト) 二相域に加熱後、急冷する複相化処理によって室温でフェライト相とマルテンサイト相からなる二相組織を呈する<sup>3)</sup>。複相化処理では、圧延方向に変形したフェライト粒界でオーステナイト相が生成し、冷却中にオーステナイト相からマルテンサイト相へ変態するため、フェライト相とマルテンサイト相が交互に配列し、圧延方向に展伸した層状組織となる。

本鋼は、優れた特性と比較的安価な価格から幅広い分野で使用されているが、一方で曲げ加工性について課題を残している。L方向(曲げ稜線が圧延方向に対して直角)曲げは良好な曲げ加工性を示すが、C方向(曲げ稜線が圧

\*技術研究所 ステンレス・高合金研究部 材料第一研究チーム

\*\*技術研究所 ステンレス・高合金研究部 材料第一研究チーム 主任研究員

\*\*\*技術研究所 ステンレス・高合金研究部 材料第一研究チーム チームリーダー (現 技術研究所 研究企画チームリーダー)

延方向に対して平行) 曲げでは曲げ加工割れを発生しやすく、一部曲げ加工が厳しい分野においては適用が困難となっている。本鋼のように軟質なフェライト相と硬質なマルテンサイト相が圧延方向に対し交互に配列する組織は、C方向に向けて引張変形や曲げ変形が生じた際、硬質なマルテンサイト相に比べて軟質なフェライト相に変形が偏る。また、C方向のフェライト/マルテンサイトの界面積はL方向に比べ大きいため、界面で割れが発生する可能性が高いと考えられる。このような異方性を改善する有効な手段としては、組織の均一化が挙げられる。しかし、生産ラインでは熱延および冷延工程が一方に実施されるため、最終的にはフェライト相とマルテンサイト相が交互に配列し、圧延方向に対して展伸した層状組織となることは避けられない。また、本鋼のような複相組織鋼(フェライト+オーステナイト)二相域から急冷される際にオーステナイト相はマルテンサイト変態する。生成したマルテンサイト相は焼入れ状態であり、またマルテンサイト変態に伴う体積膨張により残留応力が発生する。曲げ加工性の異方性改善として焼入れマルテンサイト相を焼戻し、加えて残留応力を開放するために時効処理を施すことが有効であると考えられる。ただし、時効処理条件次第では炭化物の析出に伴うマルテンサイト相の分解により強度低下が懸念されるため、時効処理温度や時間の最適化が重要となってくる。これまで本鋼はばね性の向上を目的とする時効処理の検討は実施された事例があるが<sup>1)</sup>、加工性の向上という観点から検討された事例は無い。

そこで本報告では、(フェライト+マルテンサイト)複相組織高強度ステンレス鋼の曲げ加工性に対する時効処理の影響について調査した結果を報告する。

## 2. 供試材および実験方法

供試材の化学成分を、Table 1 に示す。0.07C-16.2Crを主成分に2%のNiを添加している。Fig. 1 に、本鋼の製造工程の概念を示す。溶製後のスラブを熱間圧延後、焼鈍により炭化物が分散したフェライト単相組織とした後、冷間圧延と焼鈍を繰り返し所定の板厚へ仕上げる。その後、(フェライト+オーステナイト)二相域に加熱・急冷する熱処理(複相化処理)によって、室温で(フェライト+マルテンサイト)二相組織を有する供試材を作製した。

Fig. 2 に金属組織を示す。本鋼は、0.8mmの板厚に冷間圧延後、連続焼鈍ラインで複相化処理を施すことで、硬質なマルテンサイト中に約25%の軟質なフェライト相を含

Table 1 Chemical composition of specimen. (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	N
0.068	0.51	0.29	0.023	0.001	1.95	16.19	0.011

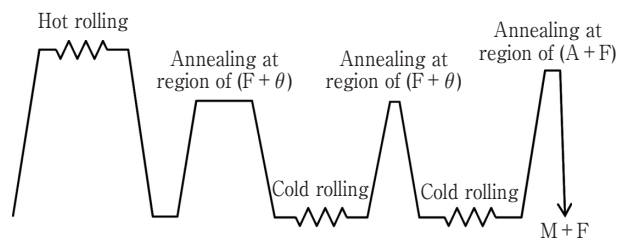
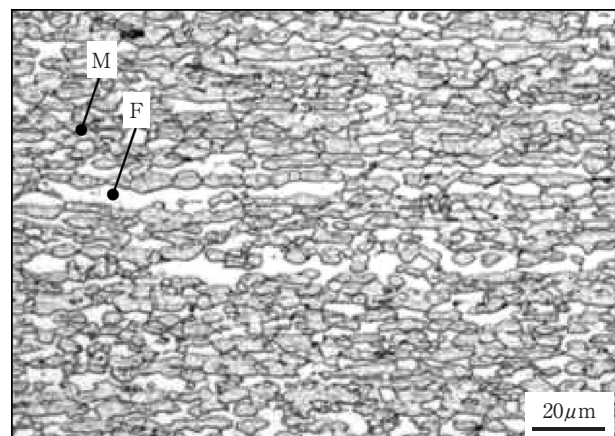


Fig. 1 Outline view of manufacturing process.  
(F : ferrite, A : austenite, M : martensite,  $\theta$  :  $M_{23}C_6$ )



F : ferrite M : martensite

Fig. 2 Microstructure of (ferrite + martensite) dual phase high strength stainless steel.

む混合組織とした。それぞれ板厚方向に5  $\mu\text{m}$ から10  $\mu\text{m}$ 程度で、圧延方向に展伸したマルテンサイト相およびフェライト相が微細に分散した金属組織を呈している。

ここで(フェライト+オーステナイト)二相域に加熱・急冷した試料を複相化材とし、これを550 $^{\circ}\text{C}$ に設定した炉において350 $^{\circ}\text{C}$ から530 $^{\circ}\text{C}$ で均熱0sの短時間時効処理を施した試料を時効材と呼ぶことにする。

組織観察は、光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡および透過型電子顕微鏡を用いて行った。光学顕微鏡観察では、圧延方向に平行で板厚方向に垂直な断面を#120から#1000の耐水研磨紙で研磨し、さらにバフ研磨によって鏡面仕上げとした。その後、フッ酸、硝酸、グリセリン混合液(体積混合比で各1:1:2)、室温25 $^{\circ}\text{C}$ で30s間のエッチングを施し光学顕微鏡で観察した。走査型電子顕微鏡による観察に使用する供試材は、光学顕微鏡観察に用いた供試材と同様な方法で作製した。透過型電子顕微鏡は、供試材を5 mm角に切断後、圧延方向に平行な面を厚さ100 $\mu\text{m}$ まで機械研磨し、打抜きにより外径 $\phi$  3 mmの円板形状とした。円板片をツイングジェット法により研磨し

薄膜片として観察に供した。

曲げ試験は、短冊状試験片に対してJIS Z 2204に準じて先端角90°のVブロック曲げ治具に荷重2000kgを約1秒間印加することで行った。試験片は、曲げ稜線を圧延方向と垂直に採取して短辺としたL方向曲げ試験片、曲げ稜線を圧延方向と平行に採取して短辺としたC方向曲げ試験片とし、それぞれの長辺を60mm、短辺を30mmとした。先端半径0.2~0.6mmの曲げ治具により、その稜線が試験片長手方向中央位置で試験片短辺に平行に当てて曲げた。試験後の割れの有無は、曲げ稜線をマイクロ스코ープにて観察し判定した。

硬度測定は、圧延面を#120~#1000の耐水研磨紙を用いて研磨した後、荷重294.2N、印加時間15s間で測定した。引張試験は、JIS Z 2201に規定されるJIS13B号試験片を引張方向が圧延方向に直角になるよう採取し測定した。なお、引張速度3mm/min (ひずみ速度 $2.78 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) で

常温にて行った。

残留応力は、微小部X線応力測定装置を用いて行った。供試材を、25mm角に切断後、電解研磨法により圧延面を鏡面仕上げし試料中央部をC方向について測定した。なお、フェライト相とマルテンサイト相は回折ピークを区別できないため、組織全体の残留応力を求めた。ナノインデント硬度測定では、供試材を3mm角に切断後、電解研磨法を用いて圧延面を鏡面仕上げし硬さを測定後、エッチングを行いSEMによって圧痕を観察し組織と照合することで各相の硬さを測定した。

### 3. 実験結果

#### 3.1 曲げ加工性と硬さに及ぼす時効処理の影響

Fig. 3 は、複相化材および350℃から530℃で均熱0sの

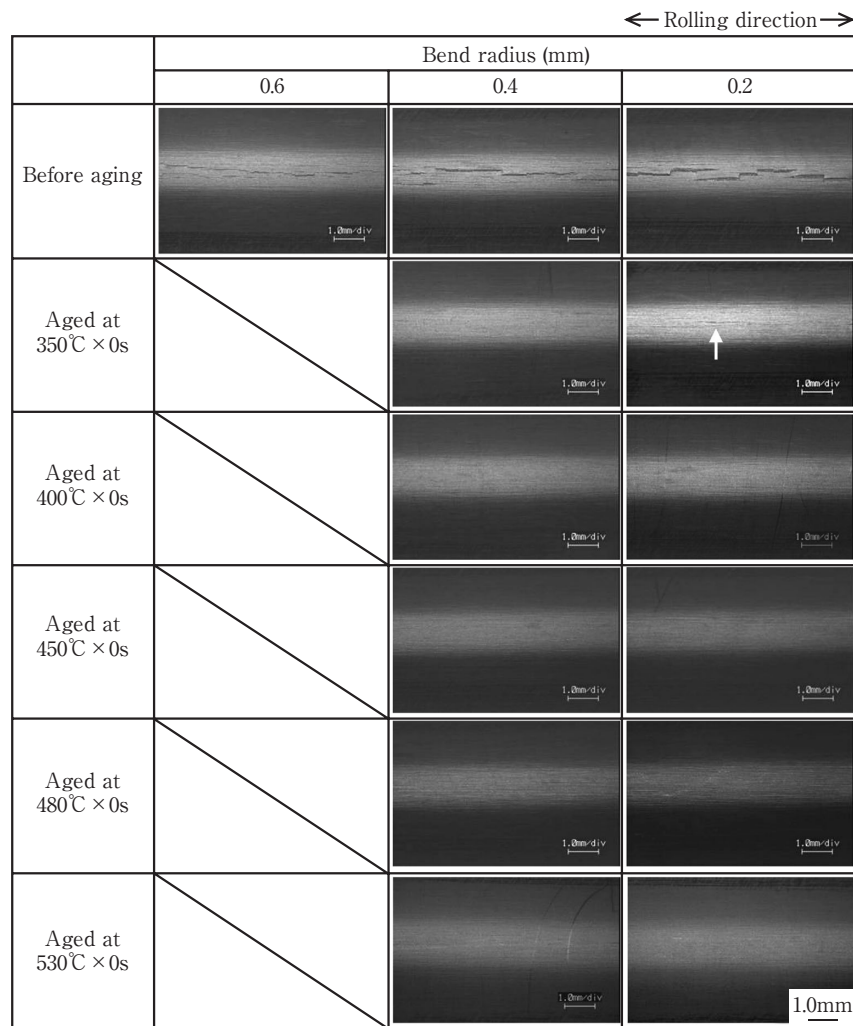


Fig. 3 Appearance of bending ridge line of specimens after bending test. (thickness = 0.8mm)

時効処理を施した時効材を、それぞれC方向曲げ試験に供した試験片の曲げ稜線観察結果を示す。複相化材では0.6R曲げで割れが発生（限界 $R/t > 0.75$ ）しており、曲げ半径が小さくなるにつれて割れの程度が大きくなっていった。一方、時効材では350℃時効の0.2R曲げ材で小さな割れ（矢印）が観察されるものの、それ以外では割れが認められず、400℃以上の短時間時効で限界 $R/t$ が0.25に向上することが確認された。Fig. 4に時効温度と硬さの関係を示す。400℃から500℃の時効材では複相化材に比べて硬さが上昇し、500℃以上の時効材では硬さの低下が認められた。以上の結果から、複相化材に400℃から500℃の均熱0s時効処理を施すことで、複相化材と同等の硬さを維持したまま曲げ加工性が大きく向上することが明らかとなった。

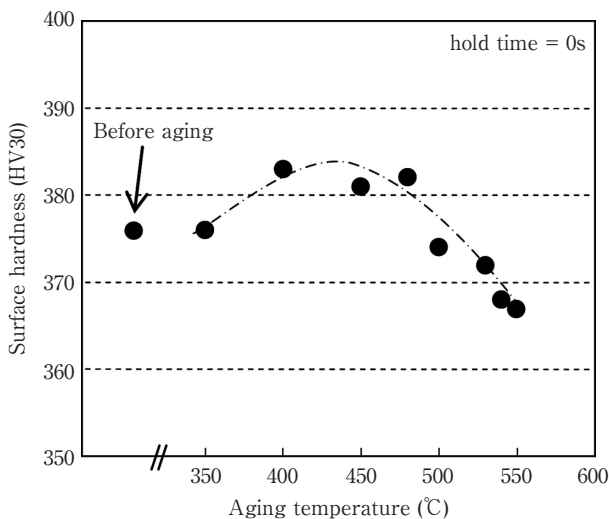


Fig. 4 Relationship between surface hardness and aging temperature.

本供試材は480℃付近を境に時効による硬さ挙動が変化していた。複相化材に比べて硬さが低下した480℃以上の時効材での曲げ加工性の向上は、マルテンサイト相のフェライト+炭化物への分解によるものと推定される。これに対して、硬さが上昇する400℃から500℃での時効処理材における曲げ加工性の改善機構は異なるものと考えられる。

### 3.2 機械的性質および組織に及ぼす時効処理の影響

複相化材と480℃×0s時効材のC方向における応力-ひずみ曲線をFig. 5に示す。時効材は、複相化材には認められなかった上降伏点が現れ降伏伸びが認められる<sup>4)</sup>。Table 2に各温度で短時間時効処理を施した試料の機械的性質を示す。400℃から480℃の時効処理によって硬

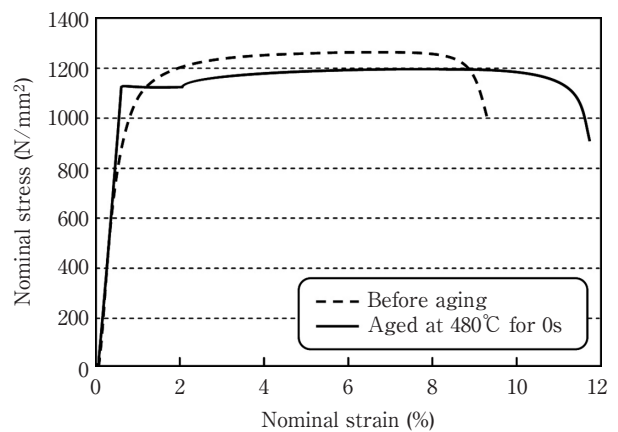


Fig. 5 Nominal stress - strain curves of before and after aged specimens.

Table 2 Mechanical property of specimens before and after aging

Condition of aging treatment	Hardness (HV)	Yield stress (N/mm <sup>2</sup> )	Tensile stress (N/mm <sup>2</sup> )	Elongation (%)
Before aging	377	1013	1262	9.3
Aged at 350℃×0s	376	1107	1202	10.2
Aged at 400℃×0s	382	1124	1203	11.3
Aged at 450℃×0s	381	1126	1201	11.4
Aged at 480℃×0s	382	1135	1201	11.8
Aged at 530℃×0s	372	1117	1192	12.1

さが5HVほど上昇しており、全伸びが約2%程度向上している。また、時効材は複相化材よりも引張強度が60N/mm<sup>2</sup>程度低下している。

Fig. 6に複相化材と480℃×0s時効材の組織をTEMにより観察した結果を示す。(a), (c)に時効前後のマルテンサイト相を、(b), (d)にフェライト相とマルテンサイト相の界面を示す。まず、時効処理前後のマルテンサイト相を比較すると、複相化材(a)では転位が全体に不均一に分布しており不明瞭な組織であるが、時効処理後はラス境界が確認できる程度まで転位の回復が認められる。一方、フェライト相とマルテンサイト相の界面は、熱処理時のマルテンサイト変態に伴う体積膨張で導入されたと考えられる歪み((b)中の白色点線部分)が時効処理後(d)には認められず、フェライト相とマルテンサイト相の界面付近においても転位が回復している様子が観察された。Fig. 7に時効処理前後のC方向における組織全体の残留応力を測定した結果を示す。複相化材は40MPa程度の圧縮残留応力を示すが、時効処理により20MPa程度まで低減している。これは、焼入れ時に試料内部に蓄積した残留応力が時効処理によって緩和され

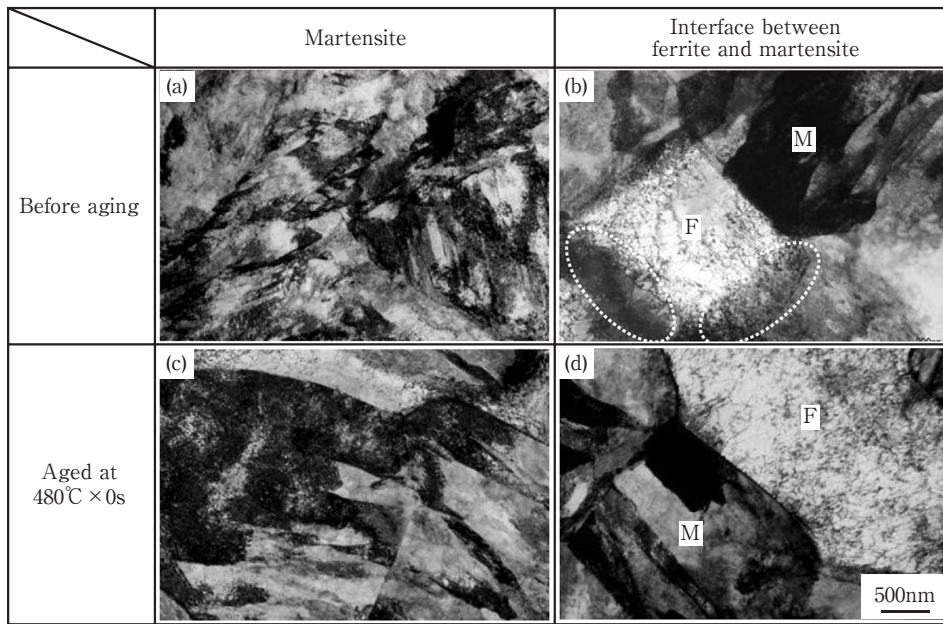


Fig. 6 TEM microstructure of specimens before and after aging.

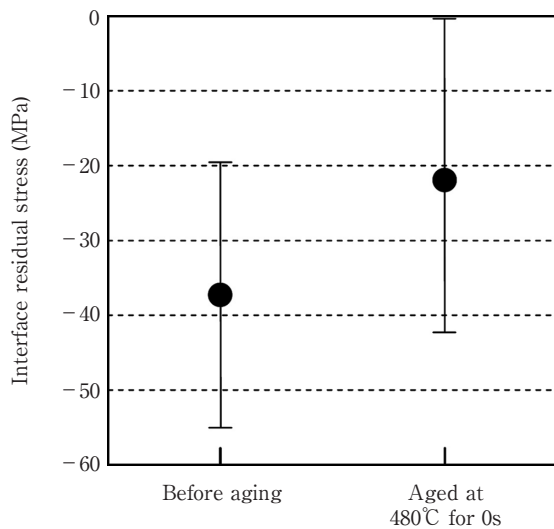


Fig. 7 Effect of aging on Interface residual stress.

たことに起因すると思われる、TEM観察で確認された転位の回復と相関性のある結果が得られた。

次に、複相化材と480°C×0s時効材におけるフェライト相とマルテンサイト相それぞれのナノインデントによる硬さ測定結果をFig. 8に示す。フェライト相は時効処理前後で硬さが2.8GPaから3.5GPaに上昇し、マルテンサイト相では6.8GPaから6.1GPaへ低下している。この傾向は、組織比率から考えると時効処理による引張強度の低下と対応する。Fig. 6に示すようにマルテンサイ

ト相では時効処理によって転位が回復しており、いわゆる焼戻しにより硬さが低下したものと考えられる。

### 3.3 時効処理条件の検討

時効処理条件は、温度と時間により決まる。350°Cから530°Cの短時間時効処理の結果、350°C以下では十分な曲げ加工性の改善効果が得られず、500°C以上では曲げ加工性は改善するものの材料の軟化現象が起こった。したがって、複相化材と同等の硬さを維持したまま曲げ

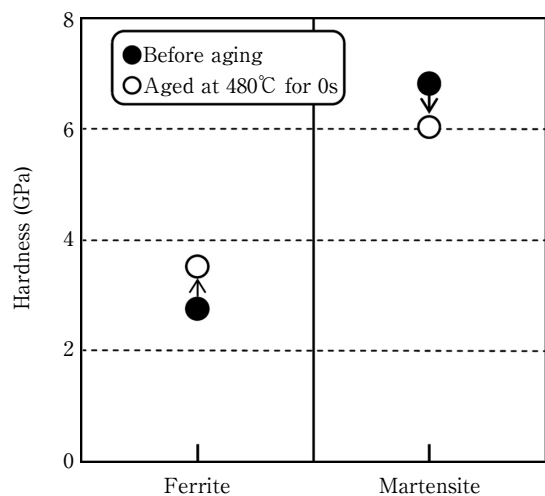


Fig. 8 Change of hardness of ferritic phase and martensitic phase after aging.

加工性が大きく改善する温度域としては、400℃から480℃である。このように硬さを維持した状態での曲げ加工性の向上が可能となる時効条件を、焼戻しパラメーターによって予測できる。焼戻しパラメーターはマルテンサイト相の硬さを焼戻し条件から予測する手段として用いられている。このパラメーターが等しい場合、いかなる温度 (T) と時間 (t) の組み合わせであっても焼戻されたマルテンサイトの硬さはほぼ同一の値となる。本鋼はフェライト相とマルテンサイト相からなる二相組織であるが、硬さについては組織の75%を占めるマルテンサイト相に大きく影響されることから、この焼戻しパラメーターによって硬さの変化を整理できるものと考えられる。焼戻しパラメーターは、下式 (1)<sup>5)</sup> によって求めた。焼戻しパラメーターは、従来恒温保持に伴う硬さ変化の表現に用いられてきたが、下式 (1) では連続加熱へ応用し硬さを予測することができる。

$$\lambda = T_n(\log t_n + 20) \dots \dots \dots (1)$$

$$t_n(h) = 10 \left| \left( \frac{T_{n-1}}{T_n} \right) \cdot (\log t_{n-1} + 20) - 20 \right| + \Delta t \dots \dots (2)$$

$$T_n(K) = T_{n-1} + a \Delta T \dots \dots \dots (3)$$

式 (2), (3) を式 (1) に代入する。

ここで、T1: 熱処理開始温度

$\Delta t = t_1$ : 熱処理開始からの微小時間

a:  $T_{n-1}$  温度での昇温速度

本研究では、板厚0.8mm×幅30mm×長さ60mmのサンプルを550℃に設定した炉で連続加熱処理を行い、各時間および温度から焼戻しパラメーターを算出した。その際に得られた連続加熱曲線をFig. 9に示す。Fig.10に、連続加熱曲線と式 (1) から求めた焼戻しパラメーターと硬さとの関係を示す。400℃から480℃での均熱0s時効処理は、焼戻しパラメーターでは約12000~14000の範囲に相当する。これから、本供試材については、サンプル形状や加熱環境が異なっても焼戻しパラメーターが12000~14000の範囲となる時効処理を施すことで曲げ加工性を向上するものと考えられる。ただし、曲げ加工性は板厚によって大きく変動するため、板厚が異なる試料についてはその影響を十分に考慮する必要がある。

## 4. 考察

### 4.1 フェライトとマルテンサイトの強度差縮小の効果

本鋼のような二相組織を変形させた際、二相間の強度差が大きいと軟質な相へ変形が集中し、軟質な相や

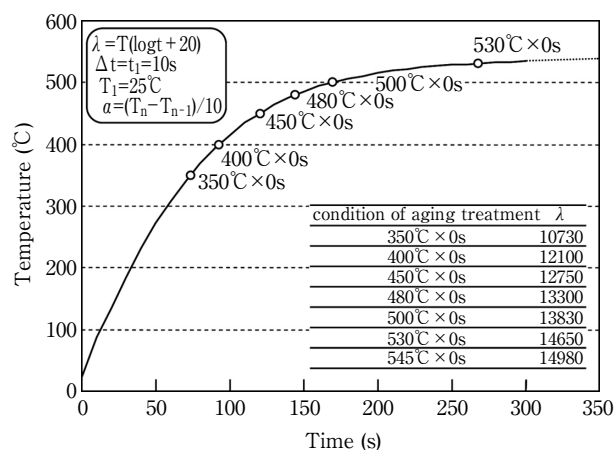


Fig. 9 Heat curve of aged at 550°C.

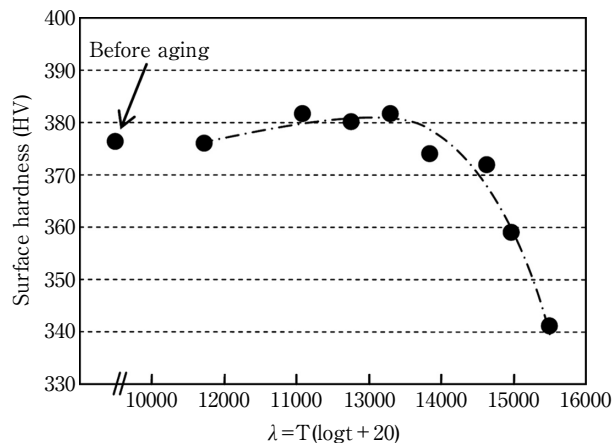


Fig.10 Relationship between surface hardness and  $\lambda$ .

二相間の界面で破壊が起こるとの報告がある<sup>6, 7)</sup>。Fig.11は、複相化材 (a) と複相化材に1.0Rおよび0.8Rの曲げ治具で曲げ試験を行った試料 (b), (c) の断面観察結果を示す。1.0R曲げ試験後、表層部ではマルテンサイト相に比べてフェライト相が大きく変形しており、0.8R曲げ試験後ではフェライト相が大きく変形した箇所を起点に割れが発生している様子が確認された。このことは、変形が軟質なフェライト相に集中し曲げ加工割れを誘発している可能性を示唆している。そこで、二相間の強度差のバランスをとり、二相それぞれに変形応力を分散させることで曲げ加工割れの誘発を緩和できるものと考えられる。

本鋼では、ナノインデントによる測定で複相化材ではフェライト相とマルテンサイト相の硬度差が4.0GPa

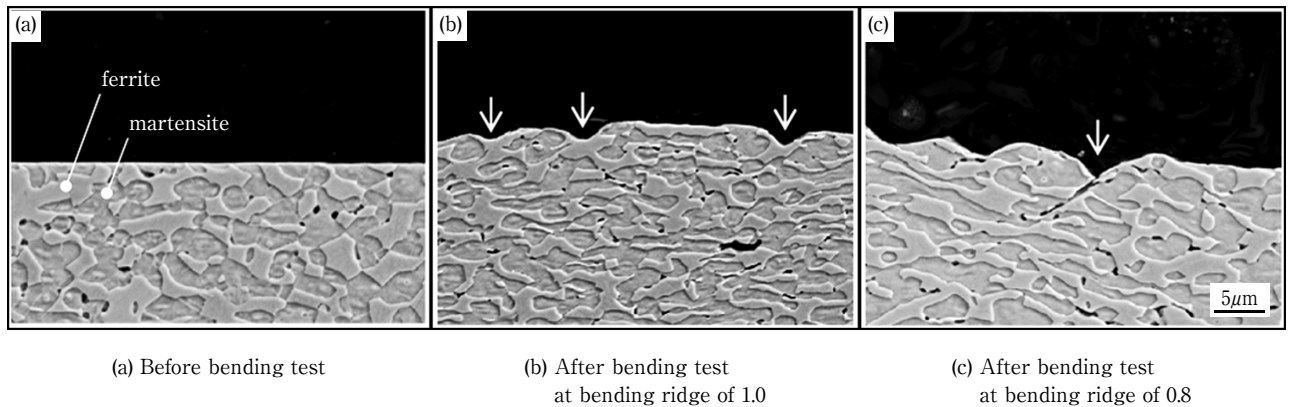


Fig.11 Appearance of cross- sectional metal flow of before and after bending test.

と大きく、時効処理によってその差が2.6GPaに縮小していた。時効処理により二相間の強度差が減少した結果、硬質な相であるマルテンサイトへも変形応力が分散され、フェライト相への負荷が軽減されると考えられる。時効処理によってフェライト相では硬さが上昇するが、その理由は時効処理に伴い固溶炭素が拡散し、フェライト相中の転位を固着するコトトレル雰囲気形成したことが主な要因と考えられる。コトトレル雰囲気形成は、炭素が転位の初期運動を妨げるために硬さが上昇する要因となる。一方、マルテンサイト相ではFig. 6 に示すように時効処理によって転位が回復しており、いわゆる焼戻しにより硬さが低下したものと考えられる。フェライト相のコトトレル雰囲気形成やマルテンサイト相の変態ひずみの回復は、可動転位密度の減少を意味し、降伏応力の上昇をもたらす降伏伸びが現れる要因となる。Fig. 5 に示す時効材の応力-ひずみ曲線はその特徴を示していることから、時効処理によってコトトレル雰囲気形成や変態ひずみの回復が起こったものと考えられる。また、マルテンサイト相は時効処理によって焼戻しマルテンサイト組織となり加工性が向上した状態にあると考えられる。フェライト相とマルテンサイト相の強度差が縮小しマルテンサイト相にひずみが分散されるようになったこと、マルテンサイト相自体の変形能が向上していると推測されることなど、いくつかの要因が重なり曲げ性改善に繋がったものと考えられる。

4.2 曲げ加工性と時効温度の関係

350℃から530℃の時効処理の結果、350℃以下では十分な曲げ性改善効果が得られず、500℃以上では曲げ加工性は改善するものの材料の軟化現象が起こることが

明らかとなった。Fig.12に350℃、480℃時効材の応力-ひずみ曲線を示す。いずれも降伏伸びを有しているものの、350℃時効材では降伏応力の上昇、降伏伸びの程度が480℃時効材に比べ小さい。降伏点が高くなるにつれて硬さは上昇することから、Fig. 4 に示したように350℃時効材は複相化材と同等の硬さを示した要因として降伏点の上昇が480℃時効材に比べて小さいためと考えられる。したがって、350℃時効処理ではフェライト相におけるコトトレル雰囲気形成やマルテンサイト相の焼戻しなど時効処理で得られる効果が小さく二相間の強度差の縮小が不十分であったため、曲げ加工性の改善効果が十分に得られなかったものと考えられる。

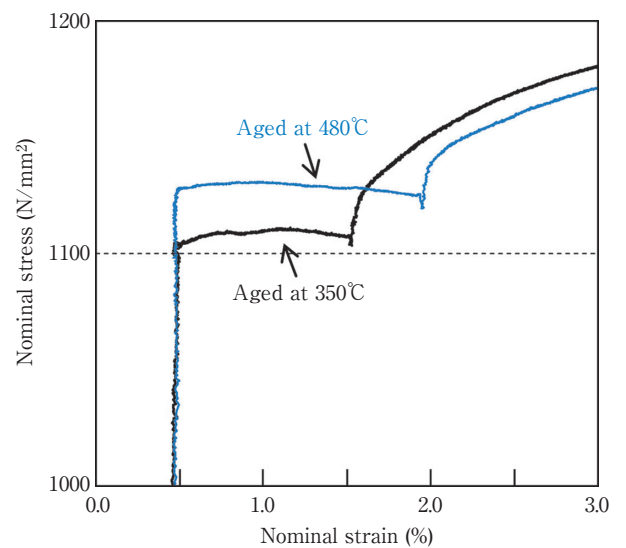


Fig.12 Nominal stress - strain curves of specimens aged at 350℃ and 480℃.



## 5. 結 言

本研究では、高強度複相組織ステンレス鋼の曲げ性に及ぼす短時間時効処理の影響について、組織観察や硬さ変化から検討し、以下の結果が得られた。

- (1) 複相化材に350℃から530℃で均熱0sの短時間時効処理を施した結果、400℃から480℃での時効処理によって硬度の低下がなく曲げ性が向上した。また、350℃以下では十分な曲げ性の改善効果が得られず、500℃以上では素材の軟化が起こった。
- (2) 時効材の応力 - ひずみ曲線を調査した結果、複相化材には認められなかった上降伏点が現れ降伏伸びの発現によって全伸びが2%から3%程度向上した。これは、時効処理に伴うフェライト相での固溶炭素によるコトレル雰囲気形成およびマルテンサイト相の焼戻しにより組織全体の可動転位密度が減少したためと考えられる。
- (3) 時効処理によってマルテンサイト相は焼戻され、また焼入れ時のマルテンサイト変態による体積膨張で導入されたものと考えられるマルテンサイト相とフェライト相の界面付近に蓄積した転位が回復する。また、それに伴い焼入れ時に試料内に蓄積した圧縮残留応力が緩和する。
- (4) 時効処理によって、複相化まま材に比べてフェライト相とマルテンサイト相の強度差が縮小する。これは、フェライト相でのコトレル雰囲気形成に伴う硬さの上昇と、マルテンサイト相の焼戻しによる硬さの低下に起因する。その結果、複相化材に比べて曲げ加工時に軟質なフェライト相に変形が偏らず、硬質なマルテンサイト相にもひずみが分散されるものと考えられる。

### 参考文献

- (1) 藤本廣, 井川孝, 宮楠克久: 日新製鋼技報, No.74 (1996), p.77
- (2) 藤本廣, 宮楠克久: までりあ, 第39巻, 第12号 (2000), p.972
- (3) 宮楠克久, 藤本廣, 田中照夫: 日新製鋼技報, No.60 (1989), p.115
- (4) 宮楠克久, 藤本廣, 井川孝, 植松美博: 材料とプロセス, 5 (1992), p.2102
- (5) 土山聡宏: 熱処理, 42巻3号, p163
- (6) Y.Tomota, K.Kuroki, T.Mori and I.Tamura: Mater. Sci. Eng., 24 (1976), p.85
- (7) K.Sugimoto, A.Kanda and R.Kikuchi: ISIJ Int., 42 (2002), p.910