

商品開発，最適製造技術を支えるメタラジ

Metallurgical Approaches for Product Developments and Process Optimization

高橋 学*
Manabu TAKAHASHI
植森 龍治
Ryuji UEMORI
児嶋 一浩
Kazuhiro KOJIMA

杉浦 夏子
Natsuko SUGIURA
白幡 浩幸
Hiroyuki SHIRAHATA

牛神 義行
Yoshiyuki USHIGAMI
溝口 昌毅
Masaki MIZOGUCHI

原 卓也
Takuya HARA
上西 朗弘
Akihiro UENISHI

1. はじめに

鋼材に要求される特性は，その適用分野で大きく異なる。第1章に概説したように，要求される強度，剛性，塑性加工性，切削性，靱性，疲労耐久性，耐食性，耐水素脆性等，それぞれの特性を向上もしくは劣化させないことを目的として，さまざまな作り込み技術が開発されてきた。このような材質の作り込みの中で，化学成分で決まる因子以外で最も重要な因子が鋼材のミクロ組織である。鋼材のミクロ組織を適正に制御することで，要求特性を劣化することなしに，もしくは劣化量を最小化しながら鋼材の強度を向上，もしくは同一の強度レベルでより高い特性を達成するための研究開発が進められている。

鋼材は複数のミクロ組織(フェライト，パーライト，ベイナイト，マルテンサイト，オーステナイト)と固溶や析出による強化を組み合わせて利用していることから，その特性を支配するミクロ組織因子として，結晶粒径(もしくは破壊等の単位となる組織サイズ)，各ミクロ組織分率，強度，分布，更には結晶集合組織等があげられる。

ここでは，鋼材の特性を制御するために必須となるこのようなミクロ組織制御の基盤検討例について述べる。

2. ミクロ組織制御のための各種素過程の検討

2.1 再結晶素過程の検討

鋼板を冷間圧延(以降冷延と略す)後焼鈍によって軟質化が進められるが，この工程では同時に最終商品の特性制御が行われる。炭素鋼薄鋼板では冷延後の焼鈍再結晶(一次再結晶)時に板面に{111}面が揃った方位群(γ fiber)の集積度を高める事によってプレス成形時の深絞り成形性を向上させる。また，一次再結晶後に特定の方位の結晶粒のみを成長させる二次再結晶を制御することによって鋼板の磁気特性が制御される。これらの特性は共に多結

晶体である鋼の結晶集合組織に起因している。

以下には一次再結晶，二次再結晶の結晶集合組織形成メカニズムに関する基盤検討結果について述べる。

2.1.1 回復，再結晶に伴う集合組織形成メカニズム

自動車用の絞り加工用鋼板では，冷延前の鋼板に固溶Cが残留している場合，①侵入型元素であるCが冷延中の剪断帯形成を促し，剪断帯から{110}<001>再結晶が起こる¹⁾，②固溶Cが焼鈍中にMn等と複合体(C-Mn dipole)を形成し，回復を抑制することで集合組織形成に影響を及ぼす²⁾という二つのr値低下メカニズムが提案されているが，特に②の効果については明確になっていない点が多い。ここでは②の影響のみを分離して検討するために，Ti添加低炭素鋼(0.01C-0.1Ti)を用いて，固溶CがTiCとして全て析出することなく粒界に偏析出来る温度，550℃での巻取相当熱処理を施した。図1は巻取り相当処理後の熱間圧延(以降熱延と略す)鋼板のフェライト粒界に偏析したCの3D原子マップである³⁾。このような熱延板を冷延，焼鈍しても剪断帯の形成および{110}<001>再結晶は起こらない。一方，回復は，完全に固溶CをScavengingした鋼板に比べて明らかに遅延することが確認された。

図2にはEBSD(Electron Backscatter Diffraction)で測定した再結晶初期の方位マップの一例を示す。通常のIF

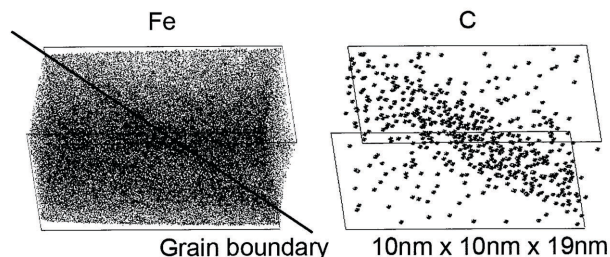


図1 550℃熱処理した熱延板粒界でのFe,C 3D原子マップ

* フェロー 技術開発本部 鉄鋼研究所 薄板材料研究部長 Ph.D. 千葉県富津市新富20-1 〒293-8511

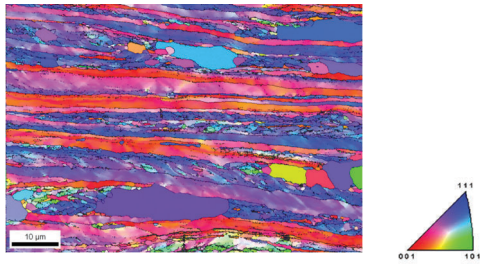


図2 固溶Cが存在する鋼の再結晶初期の板面方位

(Interstitial Free) 鋼で報告⁴⁾されているのと同様に、粒内の方位分散が大きい{111}<112>加工粒から再結晶核生成が起るが、圧延方向に伸びた粗大な再結晶粒が周囲の加工粒を蚕食している。また、再結晶粒の方位は{111}<110>を中心としたややランダムな方位であった。通常 IF 鋼では {111}<112>加工粒中に回復過程で形成されたサブグレインの成長によって再結晶が進行するため、初期再結晶粒の主方位も加工粒と同じ{111}<112>となる⁴⁾のに対し、固溶Cによって回復が抑制された鋼では加工粒内の転位密度が高い状態で周囲との方位差が大きい領域（主に{111}<110>）が再結晶し、一気に周囲の{111}<112>加工粒を蚕食すると考えられる。このように、固溶Cの存在によって回復が遅延することが、再結晶挙動および集合組織形成に影響を及ぼし、ひいては鋼板r値を低下させる一要因になっているものと考えられる。

2.1.2 二次再結晶粒の優先成長特性

鉄の磁化容易軸は<001>方向であることから、電磁鋼板の特性は結晶方位を制御することによって向上する。現在の最高グレードの電磁鋼板の結晶方位配向度は約3°まで高められており、この結晶方位制御は二次再結晶と呼ばれる現象を利用して行われている。

二次再結晶は、鋼板を高温で加熱すると約10 μmの結晶粒の中から磁気特性の良好な{110}<001>方位粒のみが約千倍の数～数十mmの巨大粒に成長する現象である。この二次再結晶はインヒーターと呼ばれる微細な析出物の影響を受けるので、一般的な解析方法では系統的な調査は困難であった。そこで、強力なX線源であるシンクロトロン放射光を用いることにより、加熱炉から試料を引き出すことなく粒成長挙動の動的観察を行い、二次再結晶機構の検討を行った。

優先成長挙動を調べるために、{110}<001>方位粒と{110}<115>方位粒（12°分散方位）を準備して、これらの二次再結晶粒の成長挙動の動的観察を行った（図3）⁵⁾。その結果、{110}<001>方位粒は{110}<115>方位粒よりも低温で成長を開始することが判明した。この二次再結晶開始温度の違いによって、980～1020℃の遷移温度域で{110}<001>方位粒が優先成長し、更に高温になる

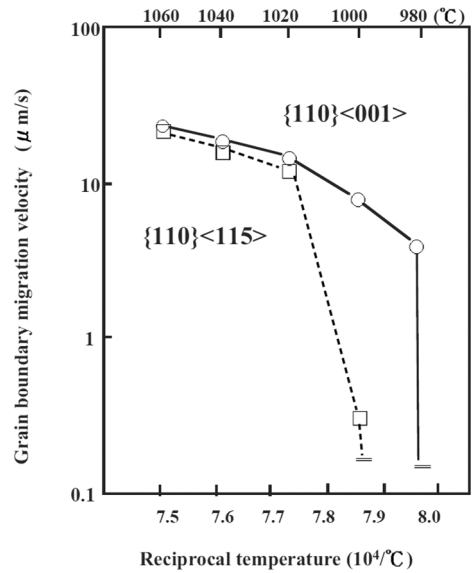


図3 粒成長速度に及ぼす温度の影響

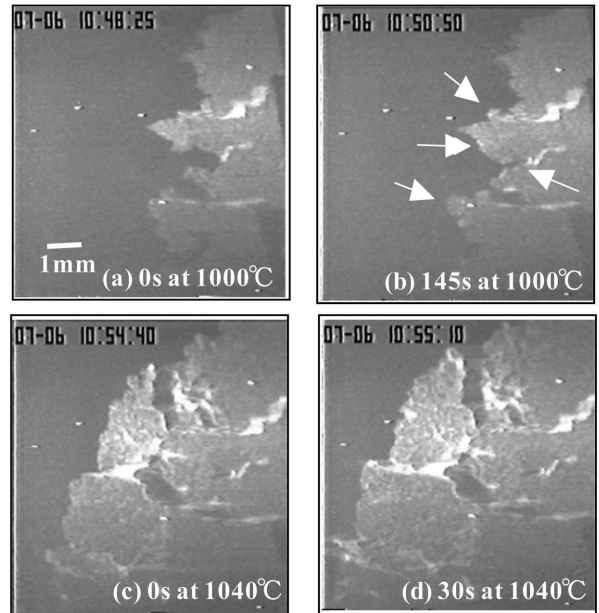


図4 {110}<001>二次再結晶粒成長挙動のX線トポグラフィ像 (a) (b) 1000℃焼鈍, (c) (d) 1040℃焼鈍

と次第に優先成長性が喪失する。

これらの温度域の成長挙動を比較すると、図4に示すように、高温域の二次再結晶粒の成長フロントの形状は平坦であるが、遷移温度域では凹凸の形状を呈し、矢印に示す部位だけが局所的に成長している。この局所的に蚕食された部位を調べると、{110}<001>方位粒と格子整合性の良い対応方位粒の存在頻度が高いことが分かった⁶⁾。

従って、二次再結晶は、対応粒を優先的に蚕食することを素過程とする選択成長機構で説明できると考えられる。

上記モデルに基づいて二次再結晶現象を定式化し、計算機シミュレーションを行った。その結果、約千倍もの巨大

粒に成長していく挙動が再現できるとともに，インヒビター等の影響を定量的に評価できることが確認された^{7,8)}。

このような二次再結晶に関する理解と計算機シミュレーション技術を利用することにより，電磁鋼板の特性を更に向上させることが出来ると考えられる。

2.2 相変態制御によるミクロ組織制御

鋼材の強度と機械的特性のバランスはどのような組合せのミクロ組織（複合組織）を選択するかによって決まる。前述の結晶集合組織以外の主たる因子はミクロ組織の種類とそのサイズ，体積率及び，強度である。

各分野で高強度化が進む中，フェライト+パーライト組織からベイナイトやマルテンサイトを含む高強度鋼材へと変化している。ここでは特に変態時の焼入れ性向上元素として知られているBの効果と，高強度鋼材で一般的となっているベイナイトにおける鉄炭化物析出形態による上部-下部ベイナイト遷移に関する検討結果について述べる。

2.2.1 焼入れ性に及ぼすBとNb, Mo 複合添加効果

BとNbあるいはBとMoを複合添加すると強度と靱性のバランスが大幅に向上することが知られている⁹⁻¹³⁾。これら複合添加の場合，かなり遅い冷却速度（例えば空冷相当）でもBが有効に働き，焼入れ性を増大（ γ/α 変態温度を低下）させて強度を著しく向上させる。ここでは，Nb-BおよびMo-B複合添加における機械的性質の改善および焼入れ性向上機構について考察した。

図5に0.015重量% C系の途中水冷型圧延鋼板（20mm厚）の引張り強度および低温靱性に及ぼすNb-BとMo-Bの複合添加効果を示す（鋼板中心部の冷却速度は20°C/s）。C-Mn鋼の強度に及ぼすBの効果はほとんどなく，靱性を劣化させた。これに対して，Nb-BあるいはMo-B複合添加鋼の強度と低温靱性のバランスは単独添加に比べて大幅に向上した。特に，Nb-Bの複合添加効果は大きかった。B単独添加のミクロ組織は，ポリゴナルフェライト主体の組織でベイナイト生成量は少ないのに対して，Nb-Bもしくは

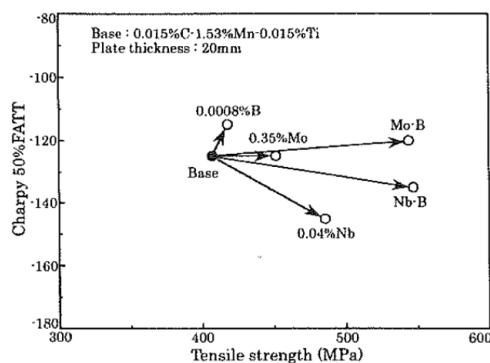


図5 0.015重量% C系の途中水冷型圧延鋼板の引張り強度および低温靱性の関係（成分は全て重量%）

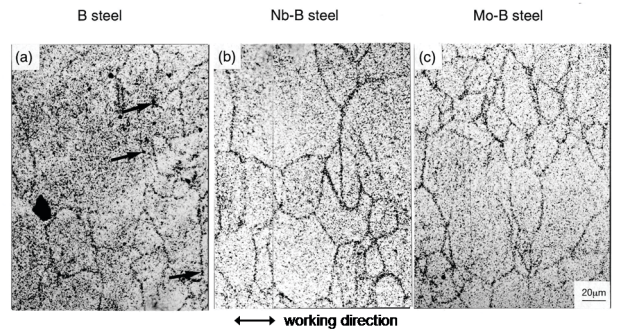


図6 0.015重量% C系のB単独添加，Nb-BおよびMo-B複合添加鋼の α 線トラックエッチング像（冷却速度60°C/s）

はMo-B複合添加鋼は，ベイナイト単相組織になり，組織中に延伸化した旧 γ 粒界が観察された。直接焼き入れほど冷却速度が大きくない場合にて，強度・低温靱性バランスを大幅に向上させるにはNb-BまたはMo-Bの複合添加は極めて有効な手法であることが分かる。

B単独添加，Nb-BおよびMo-B複合添加鋼の加工後の連続冷却曲線を比較すると，B単独添加鋼に比べて，Nb-BおよびMo-B複合添加鋼の γ/α 変態温度が低下した。冷却速度が60°C/sの場合，いずれの鋼のミクロ組織もベイナイト単相であったが，Nb-BおよびMo-B複合添加鋼の γ/α 変態温度はB単独添加鋼よりも低下した。図6に α 線トラックエッチング（ATE）法で観察したB単独添加とNb-BおよびMo-B複合添加鋼のBの分布を示す。B単独添加鋼では，旧 γ 粒界に粗大なBの析出物（矢印）が認められた（電子線回折から $\text{Fe}_{23}(\text{C}, \text{B})_6$ と同定）。一方，Nb-BおよびMo-B複合添加鋼では，Bの析出物は観察されず，Bは延伸化した旧 γ 粒界に偏析していると考えられる。B添加によって焼入れ性が向上するのはB原子が旧 γ 粒界に偏析した状態であり，粗大なB析出物が生成すると焼入れ性が著しく低下することが知られている⁹⁻¹³⁾。従って本報告でのNb-BおよびMo-B複合添加により焼入れ性が増大する理由はB析出物（ $\text{Fe}_{23}(\text{C}, \text{B})_6$ ）の生成が抑制されたためと考えられる。

この複合添加によって焼入れ性が向上（ γ/α 変態温度が低下）した機構は，現在のところ明確ではないが，Nb, Moによる，① γ 粒界へのBの拡散遅延，② γ 粒界のB析出物へのBの拡散遅延，③B析出物中のB量の減少（ $\text{Fe}_{23}(\text{C}, \text{B})_6$ ）のBの組成変化）等が考えられ，高精度解析機器，第一原理計算および熱力学計算の併用で，今後明確化していく予定である。

2.2.2 ベイナイト変態のモデル化と上部から下部ベイナイトへの遷移

ベイナイト変態後のミクロ組織は一般的にはベイニティックフェライトと鉄炭化物の複合組織であるが，鉄炭

化物がオーステナイトから直接析出する上部ベイナイトとベイニティックフェライト中に析出する下部ベイナイトに分類でき、特に靱性や局部変形能では後者が有利であると言われている。ここではベイニティックフェライトとセメンタイトを競合反応としてモデル化した例を述べる。

ベイナイト変態は炭素の拡散を伴う核生成と無拡散の成長によって進行し、体積率の増加は変態温度(核生成の駆動力)とオーステナイトの強度に依存するサイズを持つサブユニットの繰返し核生成による。

古典的核生成理論を適用し、ベイニティックフェライトの核生成性の駆動力が、Bhadeshiaが報告している臨界駆動力 $G_N (= 3.637T - 1537 \text{ T: 温度})$ を超えた時点で変態が開始する(ベイナイト開始温度 B_s に対応)とした¹⁴⁾。また、核生成のオートカタリティック効果を取り込むために、初期の核生成速度 I_0 に対してベイニティックフェライトの体積率 $V_{\alpha B}$ の増加と共に核生成速度が上昇するとした¹⁴⁾。

$$I = (1 + \beta V_{\alpha B}) I_0 \quad \beta: \text{定数} \quad (1)$$

また、ベイニティックフェライトはオーステナイトと同一成分で生成し、過飽和Cは生成後周囲の未変態オーステナイトに拡散する。

セメンタイトは炭素過飽和となったオーステナイト中もしくは炭素が排出される途中のベイニティックフェライト中のどちらでも析出可能である。幾つかの観察結果から、セメンタイトの生成はバラ平衡で起こると結論し、古典的核生成と円盤状の炭素拡散成長を採用した。長時間等温保持を行うとセメンタイト中に閉じ込められた各種元素は周囲に拡散するが、通常の薄板熱処理工程は比較的短時間であるためにこの効果は無視した。セメンタイトがオーステナイト中に析出する場合が上部ベイナイトであり、ベイニティックフェライト中にもセメンタイト析出が起こる場合が下部ベイナイトとなる¹⁵⁾。Siを添加してセメンタイト析出を遅らせた合金におけるベイニティックフェライト及びセメンタイト析出の実験データから界面エネルギーや核生成サイト密度に関するパラメータを決定した¹⁶⁾。

図7には2種類の温度における100%オーステナイトか

らのベイナイト変態挙動の計算結果を示した¹⁶⁾。450℃では、全てのセメンタイトがオーステナイト中で生成しているが、一方300℃ではオーステナイト中と共にベイニティックフェライト中でもセメンタイトが析出していることが分かる。このように、本モデルではセメンタイト析出をベイニティックフェライトと独立に取り扱うことによって上部・下部ベイナイト変態をシミュレートすることが可能である。また、Si等のセメンタイト生成抑制元素を添加した高強度鋼材の400℃付近での変態挙動を正確に表現することができ、例えば低合金TRIP(Transformation Induced Plasticity)型複合組織鋼の最適熱処理条件の明確化等に適用することも可能である。

3. 機械的特性の制御

3.1 鋼材の靱性とマイクロ組織の関係

機械的性質としては、強度-延性、靱性の関係以外に、疲労特性や降伏強度、高温強度、高速変形特性等があげられる。ここでは特に、母材や溶接部で問題となるM-A(マルテンサイト-オーステナイト混合物)が降伏強度や靱性に及ぼす影響、溶接部の粒内変態生成フェライトによる靱性向上、自動車の衝突等の高速変形特性に及ぼす強化機構及び未変態オーステナイトの影響について述べる。

3.1.1 M-Aを含む鋼材のナノスケール変形特性解析

高強度厚鋼板の組織中に存在する数 μm 以下の微細な硬質相であるM-Aにより破壊靱性や降伏強度が低下することが知られている。この機械的特性の変化の原因としては、M-Aが周囲の母相よりも硬いために生じる応力や歪の集中¹⁷⁾、M-Aがオーステナイト(γ)からマルテンサイト(M)に変態する際の体積膨張により母相に導入される変態歪¹⁸⁾等が考えられている。そこで、M-Aによる機械的特性制御指針の構築に向けた基礎調査として、ナノインデンテーション法を用いて、M-Aを含む鋼材の変形特性を解析した。

M-Aが靱性に及ぼす影響を調査する為に、0.1%C-0.6%Si-1.8%Mn鋼(重量%)に1400℃×1s、800/500℃冷却

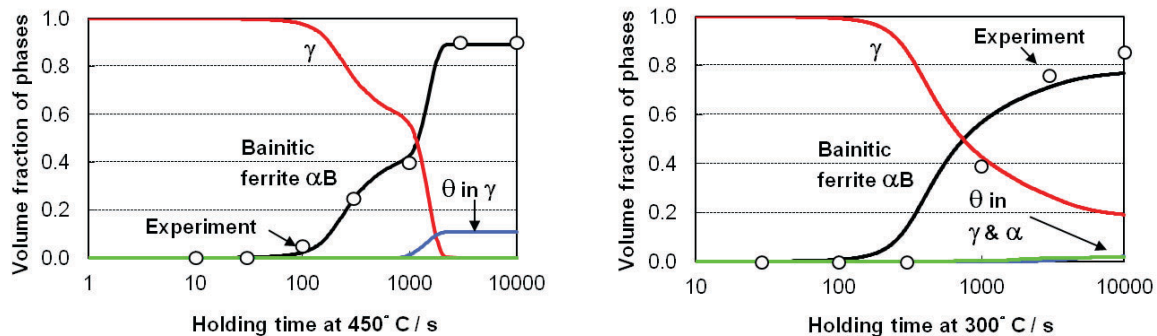


図7 Fe-0.6%C-1.5%Si-1.5%Mn鋼(重量%)の450℃(左:上部ベイナイト)および300℃(右:下部ベイナイト)での変態挙動シミュレーション結果 (αB :ベイニティックフェライト, γ :オーステナイト, θ :セメンタイト)

時間 100s の溶接を模擬した熱サイクルを付与し, 一部にはサブゼロ (液体窒素への繰り返し浸漬) 処理を施した後, ミクロ組織観察, シャルピー試験を実施した。M-A に対しては, EBSD による構成相解析, ナノインデンテーション法による硬さ測定を行った¹⁹⁾。

熱サイクルままでは, M-A は 5% 程度生成しており, その大半が γ であることが確認された。M-A 中の γ はサブゼロ処理により M に変態し, 韌性は熱サイクルのままの場合よりも低下することが判明した。

そこで, M-A 中の γ および M の硬さをナノインデンテーション法により測定した。図 8 にナノ硬さ測定による表面性状と相変化の例を示す。測定前の (a) では表面が平坦な γ であるが, 測定後の (b) では表面起伏が生じ, γ は確認されなくなる。これは, インデンテーションにより γ が M に変態したものと推定され, M-A 中の γ は不安定である様子がうかがえる。図 9 には M-A のナノ硬さ測定結果を示す。 γ については, M に変態したものと, γ のままであったものとを分けて示した。これより, M-A 中の γ は α (4~6 GPa) よりも硬いが, M と比べると柔らかいことがわかる。この硬さの違いが, サブゼロ処理による韌

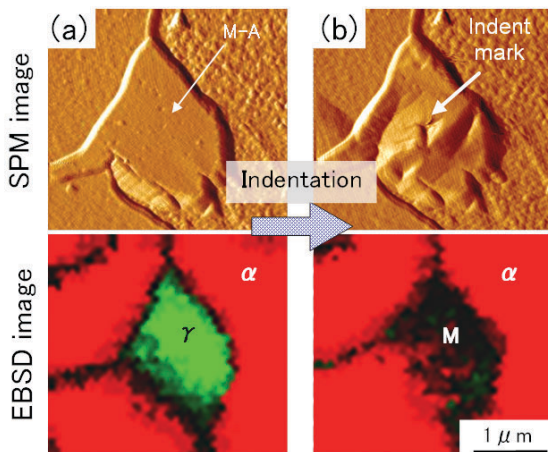


図 8 M-A のナノ硬さ測定後の SPM (Scanning Probe Microscopy) 像, EBSD 像の変化

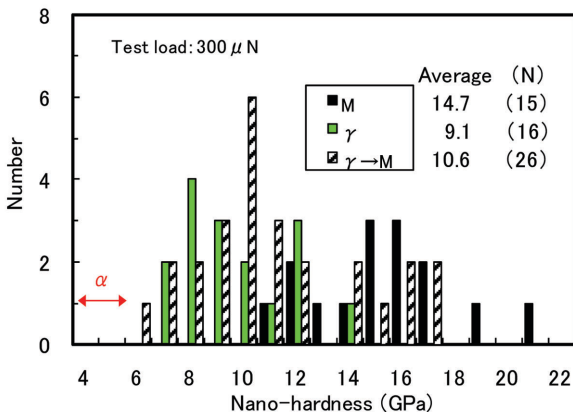


図 9 M-A のナノ硬さ測定結果

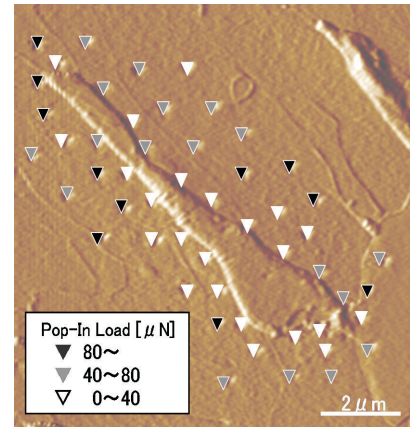


図 10 マルテンサイト (図中央) 周囲の Pop-in 荷重の分布

性低下の原因と考えられる。

次に, M-A が降伏強度に及ぼす影響を明確にするために, 0.05% C-0.3% Si-1.5% Mn 鋼 (重量%) に前述と同様の熱サイクルを与え, 生成した M-A の周辺領域において, ナノインデンテーション法により nm スケールの変形挙動を測定した²⁰⁾。

ナノインデンテーション試験においては, 試験中に試料が弾性変形から塑性変形に遷移する Pop-in 現象が知られている。M 周辺の母相にインデンテーションを行った結果, 図 10 に示すように, M のごく近傍において Pop-in が起こる荷重の低下が確認された。一方, γ の周辺においては荷重低下は確認されなかった。この Pop-in 荷重の低下は, γ が M に変態する際の体積膨張により周囲の母相に導入された可動転位が原因と考えられる。また, この現象は M 周囲の母相の nm スケールでの耐力低下を直接反映するものであり, マクロスケールで見られる応力-ひずみ曲線のラウンド化の原因とも考えられる。なお, γ にインデンテーションを行って変態させた M の周囲の母相においても, Pop-in 荷重の低下が確認された。

EBSD やナノインデンテーションにより M-A の構成相や硬さが評価できること, これらが韌性や降伏挙動に影響を及ぼすことが確かめられた。これは M-A の熱的・力学的安定性によって鋼材特性が制御できる可能性を示唆している。

3.1.2 粒内変態を利用した高性能厚鋼板の HAZ 韌性向上技術

溶接熱影響部 (HAZ) では, 鋼材製造プロセスで造り込まれたミクロ組織が壊される為に, 韌性低下が問題となる場合がある。HAZ 韌性確保のためには, 母材の場合と同様であるが, 有効結晶粒径 (d_{eff}) の微細化, HAZ 母相の高韌性化, 島状マルテンサイトのような破壊起点となる硬質脆化相の低減, などが有効であることがよく知られている。そして, 有効結晶粒径の微細化を可能にする技術の 1

つとして非金属介在物を利用した“粒内フェライト (Intragranular Ferrite : IGF)”技術が実用化されている。以下では、粒内変態の主要メカニズムの一つである非金属介在物周辺の Mn 欠乏層に焦点を絞って紹介する。

IGF変態の機構については、全てが解明されているわけではないが、影響する金属学的因子としては、主として、鋼の組成、熱履歴、非金属介在物/母相界面付近の溶質原子の欠乏層 (希薄域とも言う)、非金属介在物と母相の熱膨張係数の相違により発生する弾性ひずみエネルギー、非金属介在物/オーステナイト母相および非金属介在物/フェライト界面の格子整合性 (界面エネルギー) などが議論されてきた²¹⁻²³⁾。その中で、組成や熱履歴などが同一の場合には、非金属介在物/母相界面付近の溶質原子の欠乏層の影響が大きいと考えられている。以下では、実測した欠乏層の例 (MnS 周辺の欠乏層→MnS はほとんどの場合はTiNやTi酸化物と複合析出している) について示し、IGF変態との関係について述べる。

溶質原子の欠乏層は生成核近傍の変態駆動力に影響を与え、欠乏層をなくすような熱処理は駆動力を消失させることが実験的に明らかにされている。例えば、MnSに関するシミュレーション計算結果 (1.0~1.5重量%Mn鋼)²⁴⁾によると、界面の Mn 濃度は、S 拡散によるオーステナイト/MnS界面のS濃度の低下がある場合、欠乏層の深さ (バルク濃度との最大濃度差) は約0.2~0.4重量%となる。また、Sの拡散は十分速く界面濃度がバルク濃度と等しいとした場合には約1%以上となり、欠乏層幅は数100nm程度であると報告されている。TEM (Transmission Electron Microscope) による Mn 欠乏層の実測によると、欠乏層の深さはS濃度や熱履歴に依存し、0~1.0重量%との測定結果が得られており、シミュレーション計算とオーダ的にも良く対応している (図11²⁴⁾)。

また、TiN-MnS系実用鋼成分 (S = 0.0038重量%) における欠乏層の検討もなされている²⁵⁻²⁷⁾。図12は熱処理条件の違いによるIGF分率 (面積率) の測定結果であり、高温での保持温度の違いと保持時間によって変態挙動が異なっていることを示している²⁵⁾。本結果では、保持時間と保持温度によりIGF分率は0~80%の間で変化し、保持時間が長くなるにつれてIGF分率が低下していることがわかる。また、1373Kで保持した場合には1000s保持してもIGF分率は約40%までしか低下しないが、1523Kで保持した場合には300sの保持でIGFはほとんど生成しなくなる。以上のIGF分率を示す試験片を収束イオンビーム加工法 (FIB) により薄膜化して電子顕微鏡用試料を作製し、組織観察と Mn 濃度低下量を測定した²⁶⁻²⁸⁾。

図13はIGFの核生成サイトとして作用した非金属介在物の存在を示す走査型電子顕微鏡像とその核を含む部分をFIB法により薄膜化し、同一方向より観察した透過型電子顕微鏡像である。このような薄膜試料の組成分析 (電子線

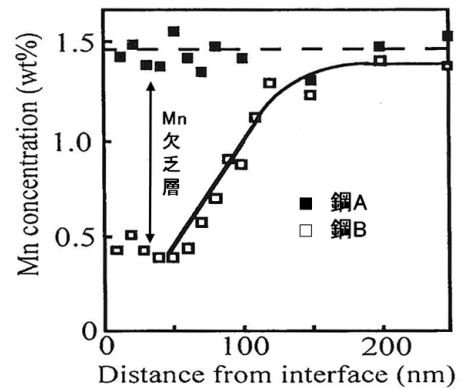


図11 TEMにより測定されたMn濃度
鋼Aの化学成分 (重量%) は0.08%C-0.0024%S-1.5%Mn, 鋼Bは0.10%C-0.47%S-1.5%Mn

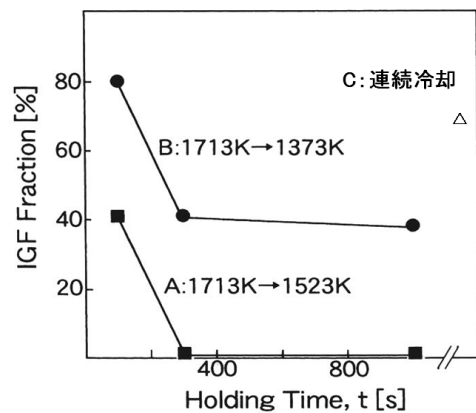


図12 IGF分率に及ぼす冷却途中の保持温度と保持時間の影響

のビーム径は約2 nm) より得られた結果が図14であり、1523Kで1000s保持した試料では非金属介在物周辺の Mn 濃度の低下は認められず、一方1373Kで100s及び1000s保持した場合にはそれぞれ0.4重量%、0.2重量%のMnの低下量となっている。界面のMn濃度の低下は変態温度を約10°C (0.2重量%Mn当たり) 上昇させるので²⁹⁾、この点からIGF生成に対して有効に作用するものと考えられる。以上の実測結果はMnSの溶解、析出を伴うオーステナイト中のMn濃度分布を計算した結果ともよく一致しており²⁸⁾、図12のIGF分率とも良い対応を示すことから考えて、このようなMn欠乏層 (希薄域) の形成は実用鋼における組織微細化において大きな役割を果たしていると結論できる。

析出物周辺における合金元素の欠乏層は、他の硫化物 (CuS) や炭窒化物でも形成される。しかしながら、炭窒化物ではC, Nの拡散が低温でも非常に速く、欠乏層が生じている可能性は低い。一方、Nb, V, Tiなどの合金元素の欠乏層が存在することは計算的には示されている²³⁾が、変態に及ぼす影響は明らかではない。

ベイナイト生成でも同様な報告がなされている元素欠乏

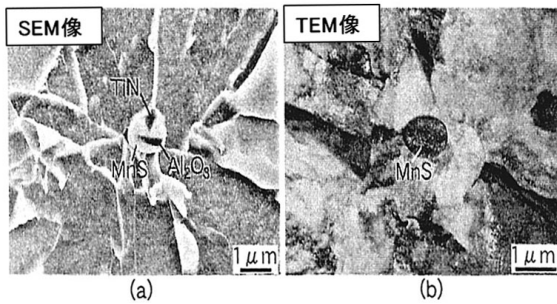


図13 IGFの観察結果
(a)走査型電子顕微鏡像, (b)透過型電子顕微鏡像

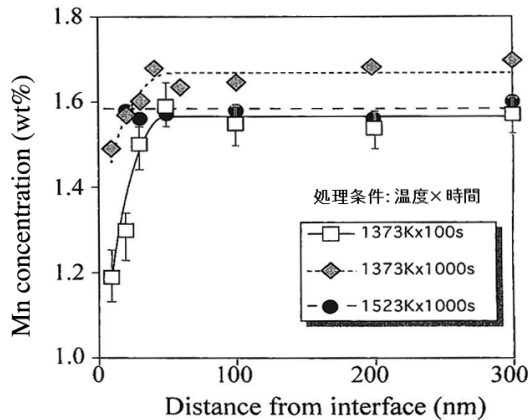


図14 非金属介在物(核生成サイト)近傍におけるMn濃度分布

層を定量的に評価することで、粒内変態を利用したマイクロ組織微細化を制御することが可能となり、高いHAZ韌性を持つ高機能高強度鋼材の製造が可能となる。

3.2 高速変形特性

自動車や電車等の衝突時に乗員等の人命への影響を最小にすることは、近年の大きな社会的ニーズの一つと言える。ここでは自動車用鋼板を対象に、衝突時に起こる様な高速変形での鋼材の荷重応答に対する基盤的検討結果について述べる。

3.2.1 材料高強度化と高速変形特性

自動車の衝突安全性と関連して車体を構成する主要材料である鋼の高速変形特性が注目されるようになった。体心立方晶 (bcc) 金属である鋼は変形応力のひずみ速度依存性が高いことが知られていたが、衝突安全性の向上と軽量化とを両立させる手段として有望な高強度鋼板については十分な特性把握がなされていなかった。自動車の衝突時に材料が受けるひずみ速度は通常の方法評価の100万倍の速度(1000/s)にも達することが知られており、一般的な試験機での評価は困難であった。ここではそれを克服したone bar方式高速引張試験機(第1章1-1 図2参照)を用いて、材料の高強度化と変形応力のひずみ速度依存性との関係を

検討した結果を紹介する。

薄板材料の高強度化には種々の手法が用いられているが、その中で最も基本的かつ広く用いられているのは固溶強化である。そこでまずモデル材料として0.2重量%Tiを添加しIF化した鋼(0.002%C-0.10%Mn-0.02%Ti(重量%))をベースとして、Mn, Siで固溶強化した鋼を用いて検討を行った。これらの材料は板厚2.0mmまで熱間圧延し700℃で60分焼鈍を施した後に機械試験に供した。

通常の引張試験機とone bar方式高速引張試験機を用いて変形応力(5%ひずみで評価)のひずみ速度依存性を計測した結果を図15に示す³⁰⁾。いずれの材料もひずみ速度とともに変形応力が増加するが、固溶強化によりひずみ速度依存性が低下し、1原子(at)%Mn添加鋼ではベース材と変形応力が逆転する領域があることが分かった。この実験結果に基づいて熱活性化解析を行い変形機構の検討を行った結果、高ひずみ速度域での活性化体積は10~100b³の領域にあることが分かった。過去の知見³¹⁾も合わせて考えると、今回検討材における変形の律速過程はPeierls-Nabarro障壁に対するキンク対の形成、伝播であると推定することができる。従って、固溶強化によるひずみ速度依存性の低下の機構は以下のように考えることができる。

そもそも固溶強化とは準静的なひずみ速度での変形において固溶原子が母相であるフェライト相にひずみ場を形成することで変形応力が増加する現象である。一方、高ひずみ速度下では結晶構造に起因したPeierls-Nabarro障壁の乗り越えが難しくなり変形応力が増加するが、これは結晶構造の乱れ(~ひずみ場)が少ないほど増加の程度が大きくなる。固溶原子は先に述べたように母相にひずみ場を形成するため、これを媒介としてキンク対形成・伝播が容易となり、固溶強化鋼の変形応力は固溶強化していない場合に比べてひずみ速度に対する感受性が低くなる。このように考えることにより図15の結果を理解することができる。

ここでは固溶強化鋼を対象に変形応力のひずみ速度依存性のメカニズムについて述べたが、他の強化機構について

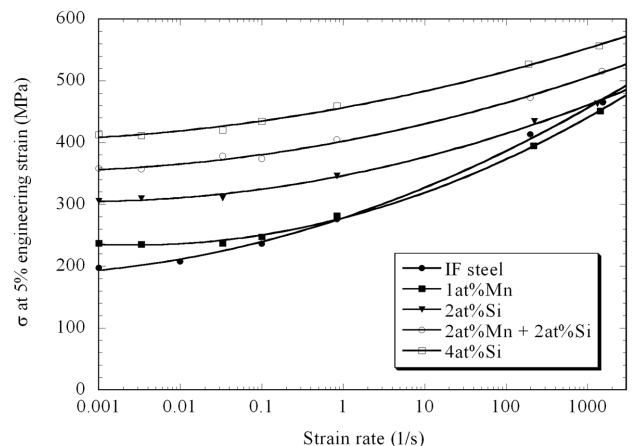


図15 固溶強化鋼の変形応力のひずみ速度依存性

も検討したところ、母相であるフェライト相への強化はいずれもひずみ速度依存性を劣化させ、その劣化の度合いはフェライト相への強化度に対応していることが分かった³²⁾。一方、組織強化鋼であるTRIP鋼、DP (Dual Phase) 鋼では同等強度の鋼板に比べてひずみ速度依存性が優れているという実験結果³³⁾が知られていた。これは硬質相による強化が母相外であり、母相であるフェライト相のひずみ速度依存性を劣化させないためであると考えられる。このような理解に基づくことで使用目的に応じた適切な材料選択が可能となる。

3.2.2 TRIP 型複合組織鋼板の変形応力のひずみ速度依存性

より実用的な自動車用高強度鋼板における高速変形特性について述べる。第1章1-1で紹介したように、衝突時に塑性変形によってエネルギーを吸収する複雑形状の部品には、良好なプレス成形性と高いひずみ速度依存性が望まれる。この目的に合致した複合組織鋼の代表が低合金TRIP型複合組織鋼板(以後低合金TRIP鋼と略す)である。

NiやMnの含有量を制限した低合金鋼でオーステナイトを残留させる為には、CやNを局部的に濃化させる必要がある。低合金TRIP鋼では鋼中のCを未変態オーステナイト中に1重量%程度まで濃化させることによって室温でのオーステナイト残留に成功した。ここで重要となった金属学的ポイントは、ベイナイト変態における T_0 (同一成分のオーステナイトとフェライトが同じ自由エネルギーをもつ温度)コンセプトと、SiやAl添加によるセメンタイト析出の遅延である³⁴⁾。 T_0 コンセプトはベイナイト変態の無拡散変態の機構に対応しており、ベイナイト変態温度に応じて達成できる未変態オーステナイト中の最大炭素濃度が決まる。

衝突時の変形に対応する1000/s程度のひずみ速度を動的、出荷等に使われる通常の引張り試験を静的と称し、両者の応力の差をひずみ速度依存性(静動差と呼ぶ)と定義し、角筒の高速圧潰時のエネルギー吸収を担っている5~10%のひずみでの静動差に及ぼす焼付け硬化および残留オーステナイトの安定性の影響を調査した。

上述のように静動差は鋼板強度の上昇と共に小さくなるが、予ひずみを加えた後に180℃で20分の焼付け硬化処理をすることによって静的応力が上昇するにも関わらず、ほぼ同じ程度の動的応力上昇が確認されており³⁵⁾、一般的に焼付け硬化性の大きな複合組織鋼は実部品で高い衝突エネルギー吸収能を示す³³⁾。

低合金TRIP鋼では残留オーステナイトの安定性が高速変形特性に影響を及ぼしている。同一強度の低合金TRIP鋼の均一伸び(u-EI)は残留オーステナイト量とオーステナイト中の炭素濃度の3乗に比例することが報告されている³⁴⁾ことから、ほぼ同一強度の低合金TRIP鋼の静動差を

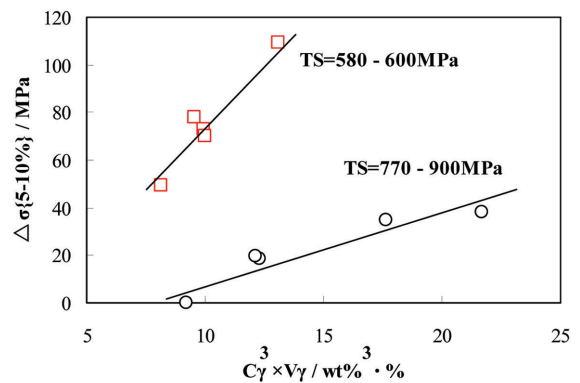


図16 5~10%ひずみにおける静動差と残留オーステナイト安定性(u-EIに対応)の関係 (C γ :オーステナイト中の炭素濃度(重量%), V γ :オーステナイト体積率)

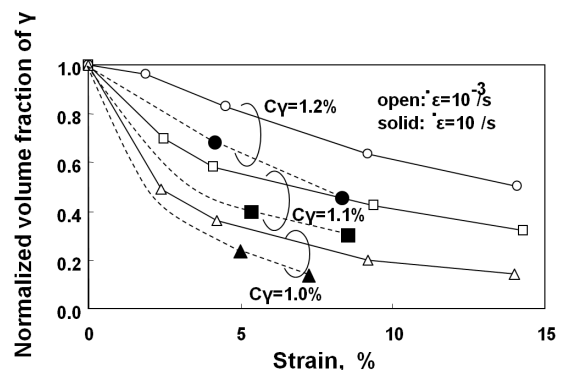


図17 残留オーステナイトの加工誘起変態のひずみ速度依存性 (C γ :オーステナイト中の炭素濃度(重量%), $\dot{\epsilon}$:ひずみ速度(1/s))

この指標で整理してみると、図16のように静動差がu-EI(図中では残留オーステナイト量とオーステナイト中の炭素濃度の3乗)と共に上昇していることが分かる³⁴⁾。残留オーステナイトを安定化することで静動差が大きくなると言える。

この静動差の上昇は残留オーステナイトからマルテンサイトへの加工誘起変態挙動に依存していると考えられる。図17にはひずみ速度を0.001/sから10/sまで上昇させたときの残留オーステナイトの変態挙動を示した³⁴⁾。変形速度の上昇が残留オーステナイトの変態を促進していることが分かる。この加工誘起変態による応力上昇は残留オーステナイトが安定なほど高ひずみ領域まで広がることから、残留オーステナイトの量と共にその安定化が特に低ひずみ領域での静動差を大きくしている³⁴⁾。

4. 高強度、高靱性を両立する溶接金属

鋼構造物の安全を確保するためには、溶接継手の品質が非常に重要である。金属材料の靱性はそのマイクロ組織と密接な関係があり、一般にマイクロ組織は微細である方が靱性は良好とされている。溶接金属のマイクロ組織を微細化す

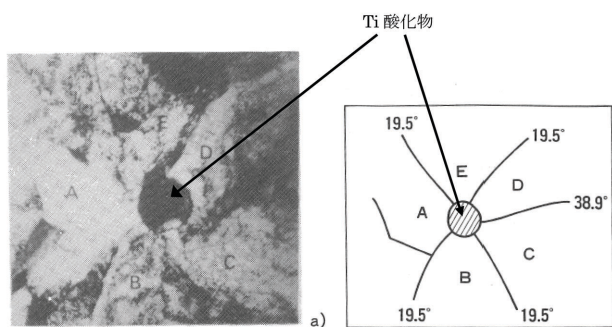


図18 粒内変態組織の電子顕微鏡観察結果(変態核はTi酸化物)

る研究知見としては、微小介在物を核とする粒内変態技術^{例えは36-38)}を挙げることができる。溶接金属は圧延鋼材のように、 γ 相での歪付加や水冷による加速冷却等が行えない制約があるが、これを克服し $\gamma \rightarrow \alpha$ の相変態を巧みに制御した技術が粒内変態の利用である。粒内変態の一例³⁶⁾を図18に示すが、Ti酸化物を中心に放射状の板状組織が生成し、それらは大傾角粒界を構成している。粒内変態で生成したアシキュラーフェライトは大傾角の組織であるため、破壊の伝播において破面単位を細かくする効果を発現し、高靱性な溶接金属が得られている³⁶⁾。溶接金属の粒内変態機構は、格子整合性の観点から説明されることが多く³⁹⁾、フェライトとの不整合度が小さいTi-O、TiN、ギャラクサイト等から粒内フェライトが成長するとされている³⁹⁾。一方、溶接熱影響部においては確認されている介在物近傍の溶質欠乏層⁴⁰⁾は溶接金属においては生じていないとする報告⁴¹⁾があり、粒内変態メカニズムの詳細解明は今後の課題である。工業的には粒内変態でマイクロ組織を制御した溶接金属は幅広く安定的に活用されており、例えばHT490MPaクラスの鋼材であれば、10kJ/mmの大入熱サブマージアーク溶接においても -70°C のシャルピー吸収エネルギーが100Jを超える高靱性溶接金属が形成されている⁴²⁾。また、更なる高強度鋼の溶接例ではX120クラスUOE鋼管シーム部のサブマージアーク溶接があり、そのマイクロ組織はDegenerate Upper Bainite (DUB)を主体とする微細組織である⁴³⁾。一般的には上部ベイナイトの靱性確保は困難といわれているが、当該溶接金属では -30°C でのシャルピー吸収エネルギーが100Jを上回る高靱性溶接金属が得られている⁴⁴⁾。この理由としては、酸化物から粒内変態で生成しているフェライト⁴⁵⁾によってDUBブロックサイズが微細化されている可能性や、DUBのベイナイトラ空間に存在している残留オーステナイトフィルムの影響が考えられる。

5. まとめ

鋼材の特性を制御する為の最も重要な手法の一つがマイクロ組織の制御である。最終商品特性から要求される鋼材特

性を達成する為には、加熱、加工、冷却といった各製造工程でのマイクロ組織変化の素過程を正確に理解し、定量的に予測する技術が不可欠である。このような基盤的理解が、各分野で環境、社会に貢献する高機能鋼材の開発に直接的に繋がると同時に、鋼材製造プロセスの最適化によって、素材製造段階での省エネルギーやCO₂削減へも貢献する。

参考文献

- 1) 潮田浩作, 阿部光延: 鉄と鋼. 70, 96 (1984)
- 2) Hutchinson, W.B., Ushioda, K.: Scand. J. Metall. 3, 269 (1984)
- 3) 杉浦夏子, 吉永直樹, 川崎薫, 山口由起子, 高橋淳, 山田輝昭: 鉄と鋼. 94, 179 (2008)
- 4) Van Derschueren, D., Yoshinaga, N., Koyama, K.: ISIJ Int. 35, 1046 (1996)
- 5) Ushigami, Y., Kawasaki, K., Nakayama, T., Suga, Y., Harase, J., Takahashi, N.: Mater. Sci. Forum. 157-162, 1081 (1994)
- 6) Ushigami, Y., Kumano, T., Haratani, T., Nakamura, S., Takebayashi, S., Kubota, T.: Mater. Sci. Forum. 467-470, 853 (2004)
- 7) Ushigami, Y., Nakayama, T., Arai, S., Kubota, T.: Proc. Soft Mag. Mater. 16, 487 (2003)
- 8) 牛神義行: 再結晶・集合組織とその組織制御への応用. 日本鉄鋼協会, 1999, p.245
- 9) 日本鉄鋼協会: 鉄鋼材料の組織と特性に及ぼすボロンの影響. 1999
- 10) Tamehiro, H., Murata, M., Habu, R., Nagumo, N.: Trans. ISIJ. 27, 120 (1987)
- 11) Tamehiro, H., Murata, M., Habu, R., Nagumo, N.: Trans. ISIJ. 27, 130 (1987)
- 12) Asahi, H.: ISIJ International. 42 (10), 1150 (2002)
- 13) Hara, T., Asahi, H., Uemori, R., Tamehiro, H.: ISIJ International. 44 (8), 1431 (2004)
- 14) Bhadeshia, H.K.D.H.: Acta Metall. 29, 1117 (1981)
- 15) Takahashi, M., Bhadeshia, H.K.D.H.: Materials Science and Technology. 6, 592-603 (1990)
- 16) Azuma, M., Fujita, N., Takahashi, M., Lung, T.: Materials Science Forum. 426-432, 1405-1412 (2003)
- 17) 例えは, 土師利明 ほか: 製鉄研究. (326), 36 (1987)
- 18) 例えは, 森川博文 ほか: 鉄と鋼. 64, S740 (1978)
- 19) 白幡浩幸 ほか: CAMP ISIJ. 21, 504 (2008)
- 20) 溝口昌毅 ほか: CAMP ISIJ. 21, 505 (2008)
- 21) 間潤秀里, 栗飯原周二: まてりあ. 34, 301 (1995)
- 22) 大橋徹郎, 為広博, 高橋学: まてりあ. 36, 159 (1997)
- 23) 日本鉄鋼協会編: 鋼中介在物による組織と材質制御の現状と制御メカニズムの検討. 日本鉄鋼協会基礎研究会, 鋼中介在物利用による組織と材質の制御研究部会(部会長: 榎本正人), 1995
- 24) 重里元一, 杉山昌章, 植森龍治, 寺田好男: CAMP-ISIJ. 12, 534

- (1999)
- 25) 粟飯原周二, 植森龍治, 古谷仁志, 富田幸男, 重里元一: CAMP-ISIJ. 12, 1293 (1999)
- 26) 重里元一, 杉山昌章, 粟飯原周二, 植森龍治, 古谷仁志: CAMP-ISIJ. 12, 1294 (1999)
- 27) 重里元一, 杉山昌章, 粟飯原周二, 植森龍治, 富田幸男: 鉄と鋼. 87, 93 (2001)
- 28) Aihara, S., Shigesato, G., Sugiyama, M., Uemori, R.: Nippon Steel Technical Report. (91), 43 (2005)
- 29) Enomoto, M.: Metall. Trans. A25, 1947 (1994)
- 30) Uenishi, A., Teodosiu C.: Acta Mater. 51, 4437 (2003)
- 31) Harding, J.: Acta Met. 17, 949 (1969)
- 32) 上西朗弘, 吉田博司: 塑性と加工. 46, 646 (2005)
- 33) Takahashi, M., Uenishi, A., Kuriyama, Y.: Proc. of IBEC, Auto Body Materials. 1997, p.26
- 34) Takahashi, M., Yoshida, H., Hiwatashi, S.: Proc. Int. Conf. on TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, GRIPS' Sparkling World of Steel. Belgium, 2002, p.103
- 35) Takahashi, M., Uenishi, A., Yoshida, H., Kuriyama, Y.: Proc. of IBEC, Auto Body Materials. SAE Paper Number 2003-01-2765
- 36) Ohkita, S., Homma, H., Tsushima, S., Mori, N.: Australian Welding J. 29 (3), 29 (1984)
- 37) Horii, Y., Ichikawa, K., Ohkita, S., Funaki, S., Yurioka, N.: 溶接学会論文集. 13 (4), 500 (1995)
- 38) 森直道, 本間弘之, 大北茂, 若林正邦: 溶接学会誌. 50 (2), 174 (1981)
- 39) 堀井行彦: 溶接部の組織と靱性. (社)日本鉄鋼協会西山記念講座. 1989, p.39
- 40) 山本広一, 長谷川俊永, 高村仁一: 鉄と鋼. 79 (10), 1169 (1993)
- 41) 山田知典, 寺崎秀紀, 小溝裕一: 溶接学会論文集. 25 (3), 416 (2007)
- 42) Kojima, K., Ohkita, S., Aihara, S., Imai, S., Motomatsu, R., Umeki, M., Miura, T.: Proc. 18th Int. Conf. OMAE. Newfoundland, 1999, ASME
- 43) Asahi, H., Hara, T., Sugiyama, M., Maruyama, N., Terada, Y., Tamehiro, H., Koyama, K., Ohkita, S., Morimoto, H., Tomioka, K., Doi, N., Murata, M., Ayukawa, N., Akasaki, H., Fairchild, D.P., Macia, M.L., Petersen, C.W., Koo, J.Y., Bangaru, N.V., Luton, M.J.: Proceedings of the 13th International Offshore and Polar Engineering Conference. Honolulu, Hawaii, USA, 2003, ISOPE
- 44) Morimoto, H., Shinada, T., Koyama, K., Asahi, H., Sugiyama, M., Terada, Y., Hara, T., Ayukawa, N., Doi, N., Miyazaki, H., Yoshida, T., Terasawa, T., Murata, M.: Book of abstracts of International Conference on Pipeline Technology. 2009, p.149
- 45) 大北茂: 最近の厚鋼板溶接部の組織と特性. (社)日本鉄鋼協会西山記念講座. 2005, p.123



高橋 学 Manabu TAKAHASHI
フェロー
技術開発本部 鉄鋼研究所 薄板材料研究部長
Ph.D.
千葉県富津市新富 20-1 〒293-8511



杉浦夏子 Natsuko SUGIURA
君津技術研究部 主任研究員
工博



牛神義行 Yoshiyuki USHIGAMI
八幡技術研究部 主幹研究員
工博



原 卓也 Takuya HARA
君津技術研究部 主幹研究員
工博



植森龍治 Ryuji UEMORI
鉄鋼研究所 厚板・鋼管・形鋼研究部長
工博



白幡浩幸 Hiroyuki SHIRAHATA
鉄鋼研究所 厚板・鋼管・形鋼研究部
主任研究員



溝口昌毅 Masaki MIZOGUCHI
鉄鋼研究所 厚板・鋼管・形鋼研究部
研究員



上西朗弘 Akihiro UENISHI
鉄鋼研究所 加工技術研究開発センター
主任研究員
博士



児嶋一浩 Kazuhiro KOJIMA
鉄鋼研究所 接合研究センター
主任研究員