

競合現象に着目した鉄鋼材料の マイクロ組織解析

小川 登志男*

板のマイクロ組織を解析し得られた成果について述べる。

1. はじめに

鉄鋼材料の機械的性質は、構成相や結晶粒径といったマイクロ組織形態に大きく依存する。したがって、鉄鋼材料の機械的性質を適切に制御するためには、製造工程におけるマイクロ組織形成機構の正しい理解が極めて重要である。

自動車用鋼板を例にとると、骨格構造部品や足回り部品に使用される鋼板は年々高強度化が進んでいるが⁽¹⁾、これら高強度鋼板のマイクロ組織は極めて複雑かつ微細であり、そのマイクロ組織解析は容易ではない。しかしながら、上述したように、マイクロ組織形成機構の正しい理解は、高強度鋼板の機械的性質を制御するためには必要不可欠である。そこで著者らは、高強度鋼板のマイクロ組織解析に取り組むにあたり、焼鈍中に再結晶や相変態といった複数の現象が競合している点に着目した。

高強度鋼板に限らず多くの薄鋼板は、通常焼鈍中にフェライト単相域において再結晶を完了させた上でフェライトとオーステナイトの二相域で加熱される。一方で、近年の高強度鋼板においては、結晶粒の微細化を図るため Nb や Ti といったマイクロアロイ(微量元素)が添加される場合がある。この場合、マイクロアロイによる再結晶抑制効果が働き、焼鈍中に再結晶が完了する前に二相域に加熱されることがある⁽²⁾⁻⁽⁴⁾。つまり、二相域焼鈍中には、回復、再結晶、相変態、マイクロアロイの炭窒化物の析出および溶解といった複数の冶金現象が競合し得る。しかしながら、焼鈍中に複数の冶金現象が競合する場合のマイクロ組織形成機構については、依然として未解明な部分が多いのが現状である。

本稿では、上述した焼鈍中の競合現象に着目し、高強度鋼

2. 再結晶と逆変態の競合現象⁽⁵⁾

上述したように、競合現象にはいくつかのパターンが想定されるが、本章では焼鈍中の再結晶とフェライトからオーステナイトへの逆変態(以下逆変態と称する)の競合現象について解析し得られた成果について述べる。

供試鋼の化学成分は 0.1C-2.0Mn(mass%)とした。再結晶挙動におよぼす逆変態の影響を調査するため、再結晶抑制元素である Nb や Ti といったマイクロアロイは添加していない。真空溶解炉を用いて溶製した鋼塊を、粗圧延にて厚さ 30 mm とした後、加熱温度を 1250°C、熱間圧延終了温度を 900°C(オーステナイト単相域)、仕上板厚を 3.0 mm として仕上熱間圧延を施し、400°Cまで水冷した後、炉冷により室温まで冷却した(熱延板のマイクロ組織はベイナイト単相組織)。熱延板組織にパーライトを含む場合、焼鈍前のセメントタイト分布に粗密が生じることで、焼鈍後のマイクロ組織解析が困難となるため、セメントタイト分布が比較的均一なベイナイト組織を選択した。その後、67%の圧下率で 1.0 mm まで冷間圧延を施した。

冷間圧延後は、昇温速度 30°C/s で 650°C(フェライト単相域)および 750°C(フェライト+オーステナイト二相域)まで昇温した。昇温後、各温度で一定時間等温保持した後に、ガス冷却によって冷却速度 50°C/s で室温まで冷却した。等温保持中の再結晶挙動を調査するため、昇温中に極力再結晶が進行しないように昇温速度を速めに設定した。また、等温保持中に形成されたオーステナイト相は、急冷によりマルテンサイトへと変態した。

* 名古屋大学大学院工学研究科材料デザイン工学専攻; 助教(〒464-8603 名古屋市中種区不老町)
Microstructure Analysis in Steels Focusing on Competitive Phenomena; Toshio Ogawa(Department of Materials Design Innovation Engineering, Graduate School of Engineering, Nagoya University, Nagoya)
Keywords: low carbon steel, recovery, recrystallization, phase transformation, precipitation
2018年10月26日受理[doi:10.2320/materia.58.150]

フェライト単相域である650°Cで100 s等温保持, フェライト+オーステナイト二相域である750°Cで100, 1000および10000 s等温保持した試料のマイクロ組織を光学顕微鏡で観察した結果を図1に示す. フェライト単相域焼鈍では, 100 sの等温保持で再結晶は完了したのに対し(図1(a)), フェライト+オーステナイト二相域で100 s等温保持した場合, 再結晶の進行が明らかに遅延しているのが分かる(図1(b)). フェライト+オーステナイト二相域で焼鈍した試料のマイクロ組織は, 再結晶フェライト粒, 未再結晶フェライト粒およびマルテンサイトから構成されており, 等温保持時間を1000 sまで延ばしてもマイクロ組織の変化はほとんど見られなかった(図1(c)). 等温保持時間が10000 sに達すると, 再結晶フェライト粒と未再結晶フェライト粒の区別が困難になり, フェライト相はほぼ全面均一な結晶粒となった(図1(d)).

750°Cでの等温保持時間と再結晶率の関係を図2に示す. 焼鈍初期段階(~100 s)では, 等温保持時間と共に再結晶率

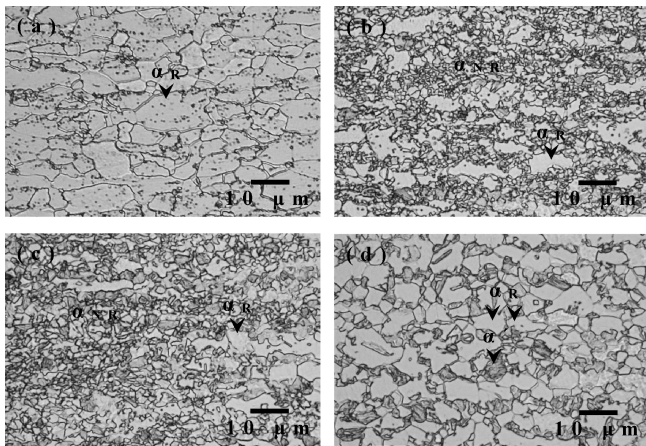


図1 (a) 650°Cで100 s, 750°Cで(b) 100 s, (c) 1000 sおよび(d) 10000 s等温保持した試料のマイクロ組織(α_R : 再結晶フェライト粒, α_{NR} : 未再結晶フェライト粒, α' : マルテンサイト).

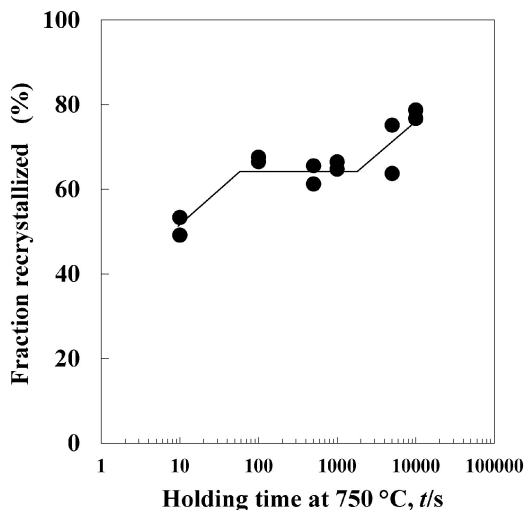


図2 750°Cでの等温保持時間と再結晶率の関係.

も増加し, 保持時間が100 sを超えると再結晶率の変化が見られなくなるものの, 1000 s以上の等温保持によって再び再結晶率は増加するという傾向が見られた. この結果は, フェライト+オーステナイト二相域焼鈍中の再結晶挙動が, フェライト単相域焼鈍の場合⁽⁶⁾⁻⁽⁸⁾と比べて大きく異なることを示している.

750°Cで100および1000 s等温保持した試料のマルテンサイト(焼鈍中のオーステナイト相)を透過型電子顕微鏡で観察した結果を図3に示す. 再結晶フェライト粒と未再結晶フェライト粒の界面および未再結晶フェライト粒内のサブグレイン界面に形成されているオーステナイト相のサイズは, それぞれおよそ2 μm および1 μm であった(図3(a)). 再結晶フェライト/未再結晶フェライト界面に形成されたオーステナイト相は等温保持時間と共に成長し, 等温保持時間が1000 sに達するとおよそ3 μm にまで成長した(図3(b)). さらに, 未再結晶フェライト粒内のサブグレイン界面に形成された微細なオーステナイト相は, 等温保持時間が1000 sを超えると徐々に消失していく様子が観察された(図3(c)).

以上のことから, フェライト+オーステナイト二相域焼鈍中のマイクロ組織形成挙動は, 図4に示すように焼鈍初期・中期・後期の3段階に大別できる. 焼鈍初期段階においては, オーステナイト分率が低く逆変態による影響がほとんどないため, 等温保持時間と共に再結晶が進行したと考えられる. また, 等温保持時間が100 sを超えると, 再結晶の進行が著しく遅延した. これは, 再結晶フェライト/未再結晶フェライト界面や未再結晶フェライト粒内のサブグレイン界面に形成されたオーステナイト相の存在により, 再結晶フェライト粒やサブグレインの成長が抑制されたためと推察される. さらに, 等温保持時間が1000 sを超えると, 再度再結晶の進行が認められた. これは, サブグレインの成長を抑制していた微細なオーステナイト相が長時間等温保持中にオストワルド成長により消失したことで, サブグレインの成長に

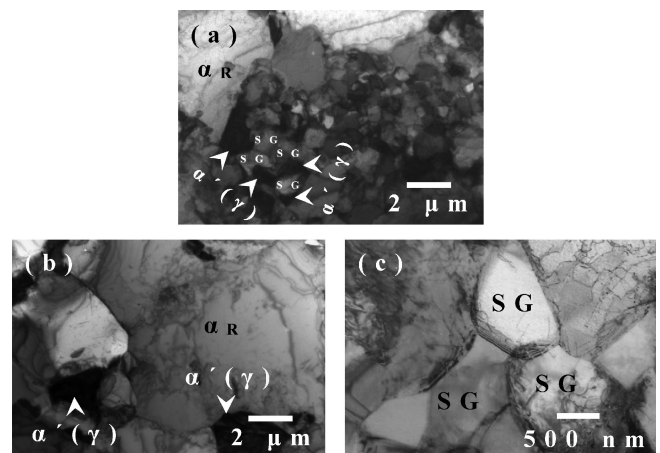


図3 750°Cで(a) 100 sおよび(b, c) 1000 s等温保持した試料のマイクロ組織(α_R : 再結晶フェライト粒, SG: サブグレイン, α' : マルテンサイト, γ : オーステナイト).

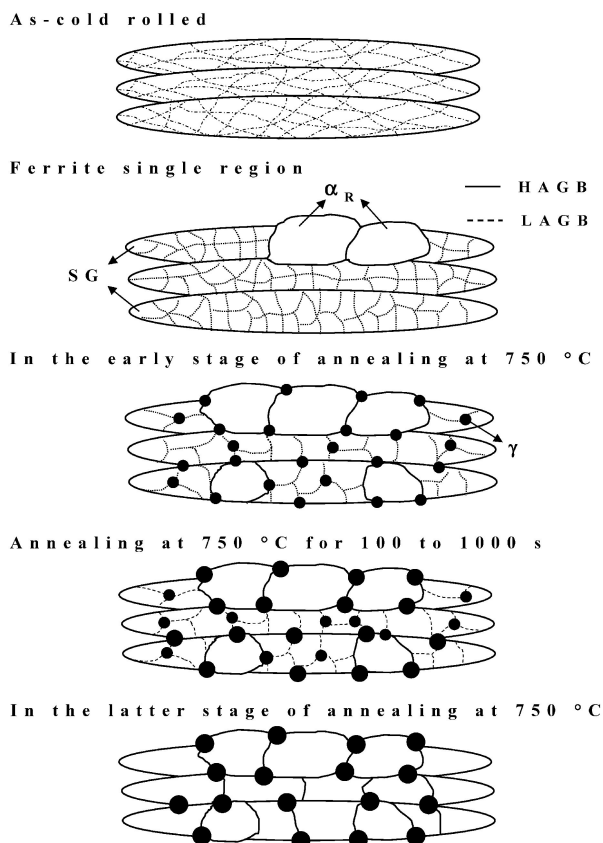


図4 焼鈍中におけるマイクロ組織形成挙動の模式図 (α_R : 再結晶フェライト粒, SG: サブグレイン, HAGB: 大角粒界, LAGB: 低角粒界, γ : オーステナイト).

より再結晶が進行したと考えられる。

Nb や Ti といったマイクロアロイの添加により、焼鈍中の再結晶の進行が抑制されることは従来良く知られている⁽⁹⁾。本研究では、焼鈍中に再結晶と逆変態が競合する場合、オーステナイト相の存在により再結晶の進行が著しく抑制されることを明らかにした。これは、複数の冶金現象が競合する場合、単独の現象のみに焦点を当ててマイクロ組織を解析するのではなく、各現象の相互作用を正しく理解した上でマイクロ組織を解析する必要があることを示している。

3. 再結晶、逆変態および析出の競合現象⁽¹⁰⁾

本章では、再結晶と逆変態に加えて、炭窒化物の析出も競合する場合のマイクロ組織形成機構について解析し得られた成果について述べる。

供試鋼の化学成分は、第2章と同様に0.1C-2.0Mn (mass%)をベース(以下Nbレス材と称する)とし、マイクロアロイとしてNbを添加し、その添加量を変化させた2種類の供試鋼を作製した(以下0.02Nb材および0.05Nb材と称する)。真空溶解炉を用いて溶製した鋼塊を、粗圧延にて厚さ30mmとした後、加熱温度を1250°C、熱間圧延終了温度を900°C、仕上板厚を3.0mmとして仕上熱間圧延を施し、

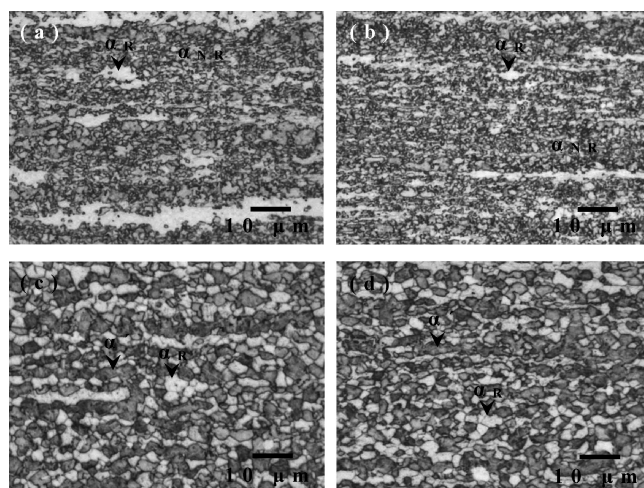


図5 750°Cで100 s等温保持した(a)0.02Nb および(b) 0.05Nb 材, 750°Cで10000 s等温保持した(c) 0.02Nb および(d) 0.05Nb 材のマイクロ組織(α_R : 再結晶フェライト粒, α_{NR} : 未再結晶フェライト粒, α' : マルテンサイト).

400°Cまで水冷した後、炉冷により室温まで冷却した(熱延板のマイクロ組織はベイナイト単相組織)。その後、67%の圧下率で1.0mmまで冷間圧延を施した。

冷間圧延後は、昇温速度30°C/sで750°C(フェライト+オーステナイト二相域)まで昇温した。昇温後、750°Cで一定時間等温保持した後に、ガス冷却によって冷却速度50°C/sで室温まで冷却した。

750°Cで100および10000 s等温保持した試料のマイクロ組織を光学顕微鏡で観察した結果を図5に示す。750°Cで100 s等温保持した0.02Nb および0.05Nb 材のマイクロ組織は、マルテンサイトに加えて再結晶フェライト粒および未再結晶フェライト粒を含んでいることから、全体的に不均一であった(図5(a)および(b))。さらに、750°Cで10000 s等温保持すると、いずれの試料のマイクロ組織も再結晶フェライト粒およびマルテンサイトから構成され、未再結晶フェライト粒はほとんど観察されなかった(図5(c)および(d))。

750°Cでの等温保持時間と再結晶率の関係を図6に示す。Nbレス材では等温保持時間が100 sを超えると再結晶の進行の著しい遅延が見られたのに対し、Nb添加材では750°Cでの等温保持時間と共に再結晶率は増加した。また、Nb添加量の増加に伴って再結晶の進行は遅延した。

750°Cでの等温保持時間とオーステナイト分率の関係を図7に示す。750°Cに到達した時点でのオーステナイト分率は、いずれの試料においてもおよそ30%であった。また、Nbレス材では等温保持中に増加したオーステナイト分率はわずかであったのに対し、Nb添加材では200 sの等温保持によりオーステナイト分率はおよそ37%まで増加した。750°Cでの等温保持中における逆変態挙動は、Nb添加の有無によって異なるものの、Nb添加量による影響はほとんど認められなかった。また、等温保持時間が200 sを超えても、オーステナイト分率のさらなる増加は見られなかった。

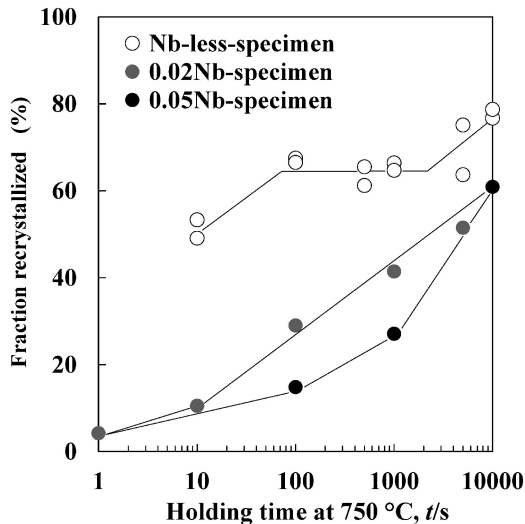


図6 750°Cでの等温保持時間と再結晶率の関係.

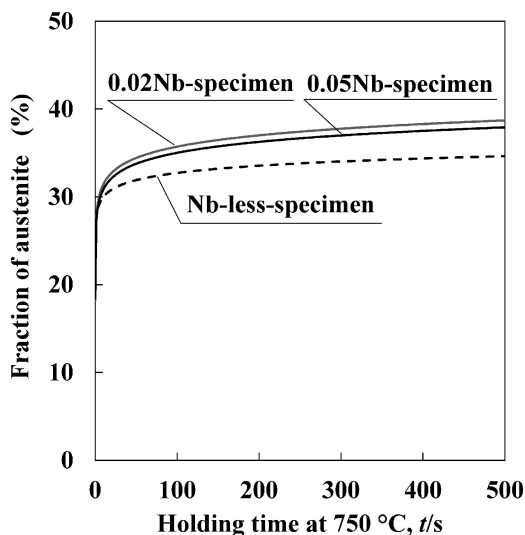


図7 750°Cでの等温保持時間とオーステナイト分率の関係.

以上のことから、Nb 添加によってフェライト+オーステナイト二相域焼鈍中における再結晶および逆変態挙動が大きく変化したことは明らかである。上述したように、Nb や Ti といったマイクロアロイの添加により、焼鈍中の再結晶の進行が抑制されることは従来良く知られている。本研究においても、Nb 添加量の増加に伴って再結晶の進行は遅延した(図6)。著者らは、焼鈍中における再結晶と析出の競合現象について解析し、Nb 添加型高強度鋼板を焼鈍した場合、焼鈍中に形成された Nb-C クラスタが再結晶の進行を著しく遅延させる主因子であることを明らかにした⁽¹¹⁾。したがって、本研究における Nb 添加による再結晶抑制効果も、主に焼鈍中に形成された Nb-C クラスタに起因していると推察される。また、Nb 添加材の場合、フェライト単相域においてほとんど再結晶が進行しないままフェライト+オーステナイト二相域に加熱されているため、二相域焼鈍中は基本的に

サブグレインの成長により再結晶が進行していると考えられる。

一方、逆変態挙動に着目すると、Nb 添加によってフェライト+オーステナイト二相域焼鈍中におけるオーステナイト分率は増加した(図7)。Song ら⁽¹²⁾は、Nb を添加しても焼鈍中のオーステナイト相形成の開始温度は変化しないことを報告している。本研究においても、Nb 添加によって使用した供試鋼の Ac_1 変態温度はほとんど変化しなかったことから、鋼中における Nb の存在がオーステナイト相の形成を促進している可能性は低い。また、第2章において、オーステナイト相の核生成サイトは、主に再結晶フェライト/未再結晶フェライト界面や未再結晶フェライト粒内のサブグレイン界面であることを示した。つまり、オーステナイト相の核生成サイトの1つである未再結晶フェライト分率の増加によって、フェライト+オーステナイト二相域焼鈍中におけるオーステナイト分率は増加すると考えられる。したがって、フェライト単相域焼鈍中における再結晶の進行の遅延が、フェライト+オーステナイト二相域焼鈍中におけるオーステナイト相の核生成サイトの増加に寄与すると推察される。

上述したように、フェライト単相域では再結晶と析出、フェライト+オーステナイト二相域では再結晶と相変態が競合し、極めて複雑なマイクロ組織形成挙動を示した。マイクロアロイを添加した高強度鋼板をフェライト+オーステナイト二相域で焼鈍する場合、最適なマイクロアロイの存在状態とオーステナイト相の分率や分布状態をそれぞれ想定した上で、焼鈍中の再結晶挙動を適切に制御し、再結晶挙動が引張強度や全伸びといった機械的性質に与える影響まで考慮する必要がある。

4. おわりに

本稿では、焼鈍中の再結晶、逆変態および析出の競合現象に着目し、高強度鋼板における焼鈍中のマイクロ組織形成機構を解析し得られた知見について述べた。特に、再結晶と逆変態が競合することにより再結晶の進行が著しく抑制されることは、従来の材料設計上全く考慮されていない現象である。したがって、今後の高強度鋼板の材料設計においては、フェライト単相域においてどの程度再結晶を進行させた上で二相域へ加熱するのかという点も極めて重要であり、その点を考慮して添加元素や製造条件を検討する必要がある。

本稿で述べた研究を遂行するにあたり、日鉄住金総研株式会社・潮田浩作博士、新日鐵住金株式会社・吉永直樹博士、丸山直紀博士、杉浦夏子博士には、懇切なるご指導、ご鞭撻をいただいた。また、木更津工業高等専門学校・丸岡邦明博士、段野下宙志氏には、多大なるご支援、ご協力をいただいた。関係各位に感謝の意を表す。

文 献

- (1) M. Takahashi: Tetsu-to-Hagané, **100**(2014), 82-93.
- (2) S. Hayami, T. Furukawa, H. Gondoh and H. Takachi: Formable HSLA and Dual-Phase Steels, ed. by A. T. Davenport, AIME, New York, (1979), 167-180.
- (3) C. I. Garcia, K. Cho, Y. Gong, T. R. Chen and A. J. Deardo: Mater. Sci. Tech., **2**(2005), 77-86.
- (4) S. R. Goodman: Conf. Proc. of Int. Conf. On Technology and Applications of HSLA steels, ASM, TMS-AIME, Ohio, (1981), 239-252.
- (5) T. Ogawa, N. Maruyama, N. Sugiura and N. Yoshinaga: ISIJ Int., **50**(2010), 469-475.
- (6) W. Ye, R. L. Gall and G. Saindrenan: Mater. Sci. Eng. A, **332**(2002), 41-46.
- (7) D. Z. Yang, E. L. Brown, D. K. Matlock and G. Krauss: Metall. Trans. A, **16**(1985), 1385-1392.
- (8) M. Ferry, D. Muljono and D. P. Dunne: ISIJ Int., **41**(2001), 1053-1060.
- (9) T. Suzuki: Tetsu-to-Hagané, **70**(1984), 1888-1897.
- (10) T. Ogawa, K. Sato, H. Dannoshita, K. Maruoka and K. Ushioda: ISIJ Int., **56**(2016), 2290-2297.
- (11) T. Ogawa, N. Sugiura, N. Maruyama and N. Yoshinaga: Mater. Sci. Eng. A, **564**(2013), 42-45.
- (12) R. Song, N. Fonstein, H. J. Jun, N. Pottore, D. Bhattacharya and S. Jansto: Metallogr. Microstruct. Anal., **3**(2014), 174-184.



小川登志男

★★
2013年4月 木更津工業高等専門学校機械工学科助教
2017年3月 金沢大学大学院自然科学研究科博士後期課程修了
2018年10月- 現職
専門分野：材料組織学，材料強度学
◎鉄鋼材料のマイクロ組織形成機構に関する研究に従事。
★★