

超高強度 TRIP 型マルテンサイト鋼のホットスタンプ技術の開発

信州大学 工学部 機械システム工学科

教授 杉本公一

(平成 23 年度一般研究開発助成 AF-2011012)

キーワード：超高強度 TRIP 鋼，ホットスタンプ，残留オーステナイト

1. 研究の背景と目的

EV (Electric Vehicle) や HV (Hybrid Vehicle) を含む乗用車の車体軽量化と衝突安全性を確保するため、現在、980MPa 級以上の超高強度鋼板の使用量が増加傾向にある。このような超高強度鋼板では、コールドスタンプが難しいため、ホットスタンプの適用が増加している¹⁾が、ホットスタンプ技術をさらに普及し、かつ引張強さが 2.0GPa 級の超々高強度の鋼板にも適用するためには、ホットスタンプ成形品の変形能 (延性や靱性) の改善が効果的である。

本研究では、超高強度鋼板のホットスタンプ成形後の変形能を改善するため、①残留オーステナイト(γ)の TRIP 効果²⁾を利用できるマルテンサイト鋼板 (TRIP 型マルテンサイト鋼板; TM 鋼板) を開発する。また、②TM 鋼板のホットスタンプを可能とする金型と温度・冷却速度の制御を可能とするホットスタンプシステムを構築する。さらに、③ホットスタンプにより、局部的に強度と変形能を変化させる技術を開発する。本報では、②を構築するための基礎的データを収集するために実施した「微細組織、 γ_R 特性および機械的性質 (せん断変形特性) に及ぼすホットスタンプ後の冷却速度の影響」について述べる。

2. 実験方法

本研究では、著者ら³⁾がコールドスタンプ用に開発した 0.21% C-1.49% Si-1.50% Mn-1.0% Cr-0.05% Nb の化学組成を有する直径 13 mm の熱間圧延丸棒鋼を用いた (100kg のインゴットを真空溶解で製造した後、1250°C で均質化処理)。この丸棒鋼を直径 12mm、高

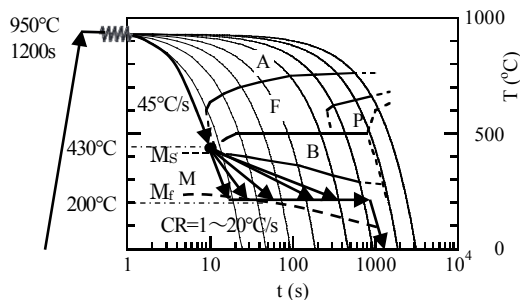


図1 供試鋼の連続冷却変態曲線と熱処理線図。430°Cまで45°C/sで急冷し、その後、CR=1~20°C/sで25°Cまで冷却。

さ 12mm の円柱状試験片に加工後、熱間加工再現試験装置 (富士電波工機製サーメックマスターZ) を用いて、以下の2種類の加工熱処理を施した (図1)。

(a) IT 処理 (Isothermal Transformation Process; 等温変態処理): 950°C, 1000s の γ 域焼鈍後、熱間加工を施さず、マルテンサイト変態開始温度直上 (430°C) まで急冷後、CR=1~20°C/s で 200°C まで冷却を行い、その温度 (T_{IT}) で IT 処理を施した。430°C から IT 処理終了時の時間は $t_{IT}=500s$ とした。

(b) HIT 処理 (Hot-IT Process): 950°C に加熱後、その温度で、ひずみ速度 50%/s、圧下率 50% で熱間加工を施した後、(a) と同じ条件で IT 処理を施した。

以降では、IT 処理、HIT 処理によって製造された鋼をそれぞれ "IT 処理材"、"HIT 処理材" と呼ぶ。製造された IT 処理材と HIT 処理材から、加工方向に平行に厚さ 1 mm のサンプルを切り出した後、組織観察とせん断試験を行った。観察位置は加工材の半径の 1/2 の部分とした。

組織観察は電界放射型走査電子顕微鏡 (FE-SEM, 日本電子社製 JSM-7000F)、電子線後方散乱回折装置 (EBSD, テクセムラボラトリー社製 OIM システム) および透過電子顕微鏡 (TEM; JEOL Ltd., JEM-2010) を用いて行った。FE-SEM 観察では、試料をバフ研磨後にナイタール腐食を施した。EBSD 解析で得られる Image quality (IQ) 値は試料の表面状態に大きく影響されるため、IQ 値を比較する試料は同一の樹脂に埋め込んだ後、順にエメリー、ダイヤモンド、コロイダルシリカ研磨を施した。炭化物体積率の測定は、カーボン抽出レプリカ法によって行った。

γ_R の体積率 (f_{γ}) は Cu-K α 線によって測定された (200) α , (211) α , (200) γ , (222) γ , (311) γ 回折ピークの積分強度より計算した⁴⁾。また、 γ_R の炭素濃度 (C_{γ} , mass%) は Cu-K α 線によって測定された (200) γ , (220) γ , (311) γ 回折ピーク角度から求めた格子定数 a_{γ} ($\times 10^{-10}m$) を Dyson と Holmes の式⁵⁾に代入して求めた。

せん断変形特性はスモールパンチ法によって評価した。せん断試験片の厚さは 0.3 mm とし、穴径 3 mm、パンチ直径 2.9 mm (クリアランス 5%) のダイセットを用い、インストロン型万能試験機を使用してスモールパンチせん断試験を行った。試験温度は室温 (25°C) とし、クロスヘッド速度 (パンチ速度) は 0.1 mm/min とした。

3. 実験結果

3.1. 微細組織と γ_R 特性

図2にIT処理材とHIT処理材のEBSD解析結果を示す。図2において、1°C/sまたは20°C/sで冷却したときの燈色の領域はimage quality index (IQ値)が高いので、母相はそれぞれベイニティックフェライト(α_{bf})、軟質マルテンサイト(α_m)に

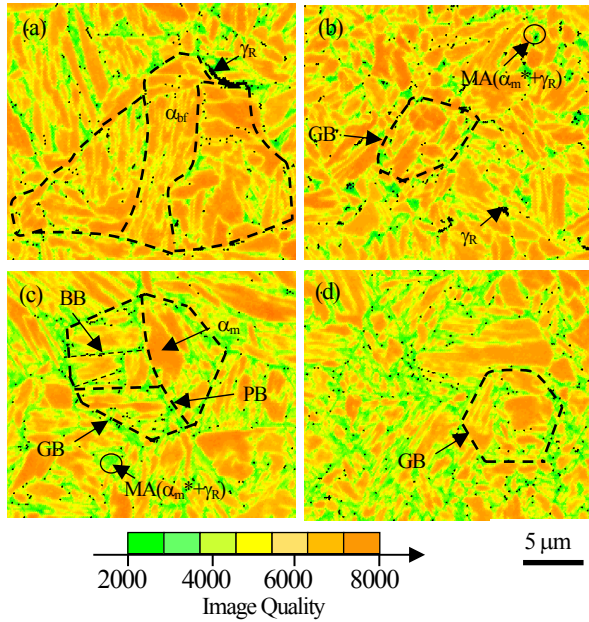


図2 (a, c) IT処理材と(b, d) HIT処理材の母相組織のIQ分布マップ, (a, b): CR=1°C/s, (c, d): CR=20°C/s. α_{bf} : ベイニティックフェライト, α_m : 軟質マルテンサイト, α_m^* : 硬質マルテンサイト, γ_R : 残留オーステナイト, GB: 旧オーステナイト粒界, PB: パケット境界, BB: ブロック境界

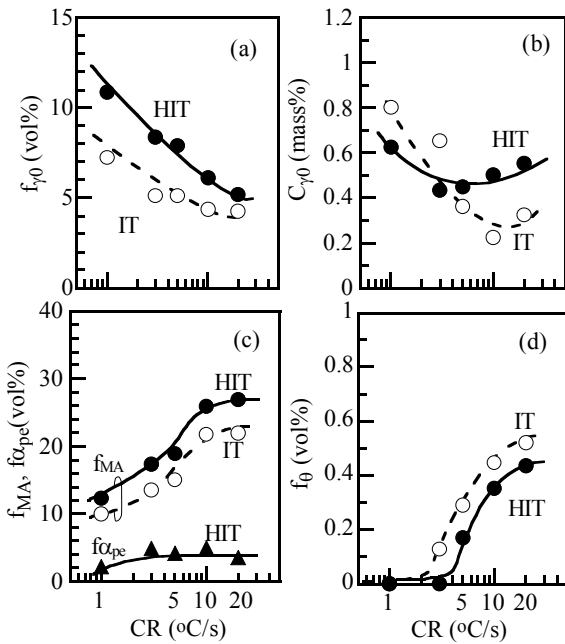


図3 IT処理材とHIT処理材の残留オーステナイト体積率(f_{γ_0})と炭素濃度(C_{γ_0}), MA相体積率(f_{MA}), 炭化物体積率(f_0)の冷却速度(CR)依存性

応ずる。一方, IQ値が低い黄緑色の相は硬質マルテンサイト(α_m^*)であり, 黒色の相は γ_R である。 γ_R は単独相としてラス状ベイニティックフェライト境界に存在する場合(図2(a))と黄緑色の相中に複合相として存在する場合がある。硬質マルテンサイトとの複合相は一般のベイナイト鋼に存在するMA constituent (MA相)に対応すると思われる。MA相は旧オーステナイト粒界だけでなく, パケット境界やブロック境界にも存在し(図2(c)), その結果, MA相は微細均一に分布した。ベイニティックフェライト相中には炭化物は存在しないが, 軟質マルテンサイト中にはオートテンパリングによって生じた炭化物(セメントライト)が観察された。冷却速度が1°C/sと20°C/sの間で冷却された時, 母相組織はベイニティックフェライトと軟質マルテンサイトの混合組織となり, 冷却速度が遅いほどベイニティックフェライトの体積率が増加していた。

図3にIT処理材の γ_R の初期体積率と炭素濃度, MA相体積率, 炭化物体積率の430°Cからの冷却速度依存性を示す。初期 γ_R の体積率は冷却速度の低下に伴い増加し, 1°C/sで冷却したとき20°C/sで冷却したときの体積率のほぼ2倍となった。初期 γ_R の炭素濃度も冷却速度の低下にともない大幅に増加した。MA相と炭化物の体積率はともに冷却速度の低下にともない減少した。とくに, 1°C/sと3°C/sの冷却速度の場合, 炭化物体積率は0となった。

熱間加工を施すことによって, 組織は微細化されたが, 少量の初析フェライトが析出した。HIT処理材の γ_R の初期体積率の冷却速度依存性はIT処理材と類似したが, その体積率はIT処理材より全体に増加した。また, 冷却速度が1~3°C/sの場合を除き, γ_R の炭素濃度も高くなった。MA相と炭化物体積率の冷却速度依存性はIT処理材と同様であったが, IT処理材に比較してMA相体積率は増加し, 炭化物体積率は低下した。

3.2. せん断変形特性

図4にIT処理材とHIT処理材をスモールパンチ試験したときのせん断応力-変位(τ - δ)曲線の代表例とせん断特性の定義の模式図を示す。図5にIT処理材とHIT処理材のせん断変形特性を示す。比例せん断応力(τ_0)および最大せん断応力(τ_{max})は

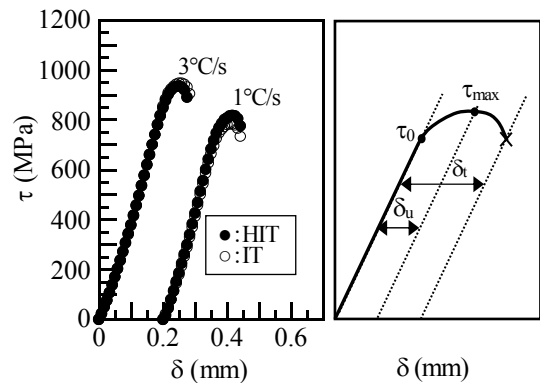


図4 IT処理材とHIT処理材のせん断応力-変位(τ - δ)曲線の代表例とせん断特性の定義

IT 処理材, HIT 処理材いずれも冷却速度の増加に伴い増加し, 冷却速度が 10°C/s のとき, 最も高くなった. 一様せん断変位量 (δ_u) と全せん断変位量 (δ_t) は冷却速度の増加に伴い減少した. HIT 処理材の τ_0 と τ_{max} はともに IT 処理材より高かったが, δ_u と δ_t はわずかに減少した. IT 処理材と HIT 処理材において τ_{max} と δ_t の積 ($\tau_{max} \times \delta_t$, 最大せん断応力-全変形量バランス) を比較したとき, IT 処理材において, より高い値を示した (図 6). また, τ_{max} と δ_t の積は冷却速度が 5~10°C/s の範囲で最大となった.

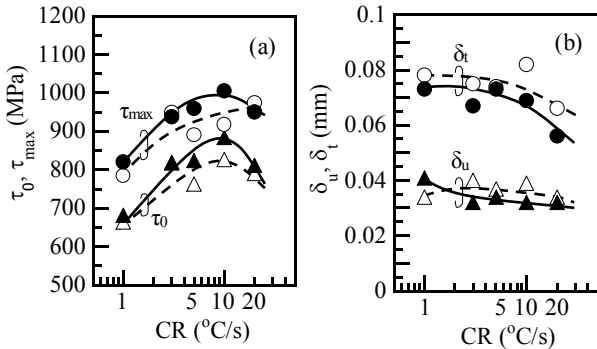


図 5 IT 処理材と HIT 処理材の比例せん断応力 (τ_0), 最大せん断応力 (τ_{max}), 一様変形量 (δ_u), 全変形量 (δ_t) の冷却速度 (CR) 依存性. ●▲: HIT 処理材, ○△: IT 処理材.

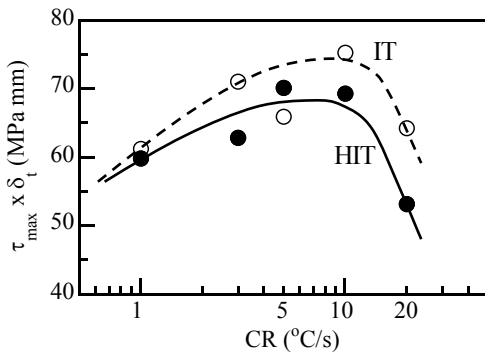


図 6 IT 処理材と HIT 処理材の最大せん断応力-全変形量バランス ($\tau_{max} \times \delta$).

4. 考察

4.1. 微細組織と γ_R 特性に及ぼす熱間加工とその後冷却速度の影響

HIT 処理材では, 冷却速度によらず初析フェライトが生じ, 旧オーステナイト (γ) 粒と母相組織も微細化した. 冷却速度を 1°C/s に低下させた場合, γ_R の体積率は増加したが, その炭素濃度は少し低下した. MA 相と炭化物の体積率は減少した (図 3). また, 母相中にベイニティックフェライトが比較的少量に混在した. Kobayashi⁶⁾ らによると, 熱間加工は TM 鋼のラスマルテンサイト母相組織を大幅に微細化させ, かつ MA 相体積率を増加させる. また, Sugimoto⁷⁾ らによると, マルテンサイト変態開始温度 (M_s) 以上の温度にて等温変態保持処理を行った場合, ベイナイト変態が生じ, γ_R の大部分はベイニティックフェライトラズ間に存在する. 図 1 より, オーステナイト化後に 1°C/s で冷却したとき, フェライトノーズをかすめており, 熱間加工による結晶粒微細化によりフェライトノーズが短時間側にシフトして, マルテンサイト変態に先だってフェライト変態が生ずることが予想できる. これらの報告と本研究の結果より, 熱間加工の付与とその後の冷却速度の低下による HIT 処理材の微細組織の変化は図 7 のように模式化できる.

- (1) 熱間加工により, 旧 γ 粒は押しつぶされ, 粒内には多数の変形帯が形成される (Fig. 7(b)). 同時に, 変形帯を核生成サイトとして γ 相には静的もしくは動的再結晶が生ずる.
- (2) この後, 430°C まで冷却する途中で, 初析フェライトが形成される (Fig. 7(c)). これによって, γ 中の炭素濃度が少し増加する.
- (3) その後の冷却の初期段階において, ベイナイト変態ノーズにぶつかりベイナイト変態が開始する. 冷却速度が低いほどベイナイト (ベイニティックフェライト) 変態が進み, ベイナイト体積率が増加する. また, この時に生成したベイニティックフェライトから未変態 γ 相への炭素の濃化が生じ, 未変態 γ 相のマルテンサイト変態開始温度が低下する (Fig. 7(d)).
- (4) さらに冷却が進行するとマルテンサイト変態が開始し, 未変態 γ 相に炭素を過飽和に固溶する粗大 (軟質) なラスマル

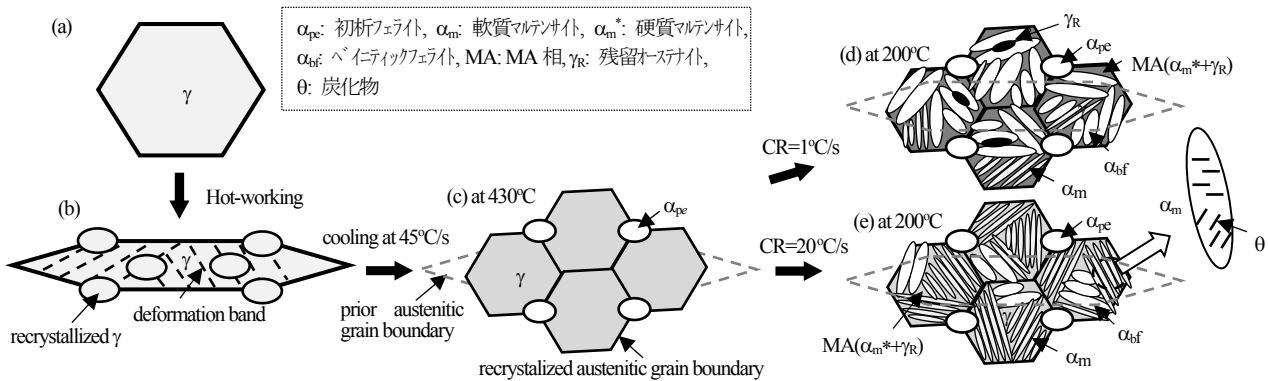


図 7 組織変化に及ぼす熱間加工と冷却速度の影響の模式図

テンサイトが生成する。この時、粗大なラスマルテンサイト中では、オートテンパーにより炭化物が析出する。炭素は未変態 γ 相中にも拡散しつつ、未変態 γ の多くは微細（硬質）なラスマルテンサイトに変態し、MA 相を形成する。MA 相の多くは主に旧 γ 粒界、パケット境界およびブロック境界に存在する。また、未変態 γ_R は単独相または MA 相中の微細ラスマルテンサイト境界に存在する。この微細ラスマルテンサイト中には炭素が濃化されている (M_s 温度が大きく低下する) ため、オートテンパーリングは生じにくく、炭化物は存在しない。

(5) その後、等温変態処理を施すことにより、粗大および微細ラスマルテンサイト内の過飽和な炭素が未変態 γ 相 (γ_R) にさらに濃化し、未変態 γ 相の炭素濃度がさらに高くなり、 γ_R として存在する。このとき、粗大ラスマルテンサイト内の炭化物のサイズと体積率の増加は無視できるほどに小さい。

これらの模式図より、冷却速度が低い場合に得られた高い γ_R 体積率は主に、まず炭化物フリーのベイナイト変態が優先的に生じ、未変態 γ への炭素の濃化が促進されたためと考えられる。このとき、未変態 γ 相への炭素の濃化は MA 相と炭化物の体積率の低下をもたらせたと考えられる。

一方、冷却速度が速い場合 (20°C/s)、430°C からの冷却中にベイニティックフェライト変態がかなり抑制されるため、未変態 γ への炭素の濃化が進まない状況で粗大マルテンサイト変態が起こる。このとき、かつオートテンパーリングによる炭化物析出も起こりやすくなる。結果的に未変態 γ の M_s 点の低下は小さく、未変態 γ の体積率も高いため、MA 相体積率が相対的に増加したためと考えられる。20°C/s を含む冷却速度が 3°C/s 以上の時、 γ_R 中の炭素濃度が高くなったが、これは γ_R 体積率の減少からもたらされたものと考えられる。

4.2. 最大せん断応力-全せん断変形量バランスに及ぼす熱間加工とその後冷却速度の影響

図 6 に示されたように、IT 処理材と HIT 処理材の最大せん断応力-全変形量バランス ($\tau_{\max} \times \delta_t$) は、 $CR = 5 \sim 10^\circ\text{C/s}$ でほぼ最大となった。図 2 より、冷却速度の低下に伴い、母相の軟質ラスマルテンサイト体積率は低下し、ベイニティックフェライト体積率が増加した。また、図 3(a), (c) より、冷却速度の低下に伴い、 γ_R 初期体積率が増加し、硬質相である MA 相体積率が減少した。このように、冷却速度の低下により、母相組織の軟質化に加えて、硬質な第 2 相の体積率が減少した (変形応力が低下した) ことがせん断応力の減少を招いたと考えられる。 $CR = 1^\circ\text{C/s}$ の場合、単独相として存在する γ_R は相対的に多くなり、その TRIP 効果によりせん断変形量は大きくなることが予想されたが、実際は γ_R の TRIP 効果は小さく、結果的に $\tau_{\max} \times \delta_t$ が大きく減少したと考えられる。

図 6 において、IT 処理材、HIT 処理材ともに、 $CR = 10^\circ\text{C/s}$ の場合に最も高い $\tau_{\max} \times \delta_t$ が得られたが、これは主に母相組織が軟質ラスマルテンサイト組織であり、かつ MA 相体積率の増加が抑制されたためと考えられる。

図 6 において、熱間加工により、 $\tau_{\max} \times \delta_t$ は IT 処理材に比較してわずかに減少した。これは最大せん断応力の増加に対して全せん断変形量の減少が相対的に大きかったためであろう。

5. まとめ

コールドスタンプ用に開発した 0.2C-1.5Si-1.5Mn-1.0Cr-0.05Nb (mass%) TM 鋼をホットスタンプ用 TM 鋼に適用するため、その微細組織、 γ_R 特性及び機械的性質 (せん断変形特性) に及ぼす熱間加工とその後の冷却速度の影響を調査した。また、せん断変形特性と金属学的組織因子との関係について検討した。得られた主な結果を以下にまとめる。

(1) 950°C での熱間加工は、冷却中に少量の初析フェライトを形成したが、母相組織と MA 組織を微細化した。また、 γ_R 体積率と MA 体積率を増加させ、軟質マルテンサイト中の炭化物体積率を減少させた。さらに、一部を除き、 γ_R の炭素濃度を高くした。熱間加工後の冷却速度を低くすることによって母相のベイニティックフェライト体積率を増加させ、 γ_R の初期体積率を増加させるとともに、MA 相体積率と炭化物体積率を減少させた。

(2) 熱間加工により、比例せん断応力と最大せん断応力は増加し、一様せん断変形量と全せん断変形量はわずかに低下した。一方、加工後の冷却速度を低くすることにより、比例せん断応力と最大せん断応力は減少し、一様せん断変形量と全せん断変形量は増加した。前者は、母相組織の微細化、および MA 相の体積率増加と微細分散に起因したと考えられる。一方、後者は主に、母相組織のベイニティックフェライト体積率の増加および MA 相体積率の減少に起因したと考えられる。

今後は、試作したホットスタンプ用金型装置を用いて、TM 鋼のホットスタンプ技術を早期に確立することを目指したい。

謝辞

本研究は公益財団法人天田財団の一般研究開発助成によって行われた。ここに、深謝いたします。

参考文献

- 1) 小嶋啓達: ホットスタンプ用鋼板の熱処理特性、塑性と加工, 54 (2013), 586-590.
- 2) V.F. Zackay, E.R. Parker, D. Fahr and R. Busch: The Enhancement of Ductility in High-strength Steels *Trans. ASM*, **60** (1967), 252-259.
- 3) ファムバンドック, 小林純也, 杉本公一: 超高強度 TRIP 型マルテンサイト鋼の成形性に及ぼす合金元素の影響, 鉄と鋼, 99 (2013), 659-668.
- 4) H. Maniyama: X-ray Measurement of Retained Austenite, *J. Jpn. Soc. Heat Treat.*, 17 (1977), 198-204.
- 5) D.J. Dyson and B. Holmes: Effect of Alloying Additions on the Lattice Parameter of Austenite, *J. Iron Steel Inst.*, **208** (1970), 469-474.
- 6) J. Kobayashi, K. Sugimoto and G. Arai: Effects of Hot-Forging Process on Combination of Strength and Toughness in Ultra High-Strength TRIP-Aided Martensitic Steels, *Adv. Mat. Res.*, **409** (2012), 696-701.
- 7) K. Sugimoto, T. Iida, J. Sakaguchi and T. Kashima: Retained Austenite Characteristics and Tensile Properties in a TRIP Type Bainitic Sheet Steel, *ISIJ Int.*, **40** (2000), 902-908.