

# 熱間圧延とオーステンパー処理による 低合金 TRIP 鋼の高強度高延性化

茨城大学 工学部 機械システム工学科  
講師 小林 純也

(2018 年度 一般研究開発助成 AF-2018014-B2)

キーワード：低合金 TRIP 鋼，加工熱処理，残留オーステナイト，ベイニティックフェライト，引張特性

## 1. 研究の目的と背景

2050 年のカーボンニュートラル実現に向け，輸送機器の構造部材や各種部品に用いられる先進高強度鋼 (Advanced High Strength Steel; AHSS) に関する研究が盛んに行われている。鉄鋼材料の高強度化にはマルテンサイト強化や予加工を施すことによる転位強化等が多く利用されている。それら AHSS の中でも，残留オーステナイト ( $\gamma$ ) の変態誘起塑性による高強度・高延性を有する低合金 TRIP 鋼は次世代自動車用高強度鋼板として注目されている。これまでに杉本らは，鋼の母相組織をベイニティックフェライトとした TRIP 型ベイニティックフェライト鋼 (TBF 鋼) や，母相をマルテンサイトとした TRIP 型マルテンサイト鋼 (TM 鋼) を開発し，種々の研究報告を行ってきた。これら研究において，熱間圧延あるいは冷間圧延まま材を  $\gamma$  域加熱後にオーステンパー処理 (恒温保持) を施し低合金 TRIP 鋼が作製されてきた。近年になり杉本らは，その残留  $\gamma$  量の増加と残留  $\gamma$  を母相に微細分散化させることを目的として，製造過程への熱間鍛造の導入した結果を報告している<sup>2)</sup>。これは低合金 TRIP 鋼製造過程において，オーステンパー処理前の塑性加工が低合金 TRIP 鋼の機械的特性向上に有効であることを示している。

本研究では，低合金 TRIP 鋼板の機械的特性向上を目的として，残留  $\gamma$  量増加や微細分散化のための加工熱処理方法に熱間圧延を選択し，加工熱処理を施した低合金 TRIP 鋼の引張特性と微細組織を調査した。本報告では，オーステンパー処理前に熱間圧延を施した加工熱処理 TBF 鋼板の種々の結果を報告する<sup>3-5)</sup>。

## 2. 実験方法

### 2.1 試料および加工熱処理方法

本研究では表 1 に示す化学組成を有する供試材 (マルテンサイト変態温度  $M_s$ : 346°C，板厚 2.5 mm，熱間圧延まま材) を用いた。この供試材に図 1 に示す加工熱処理を施した。まず，供試材から短冊状に加工採取した圧延用試料を塩浴内で  $\gamma$  域 950°C で 1800 s 間加熱した。その後塩浴炉から取り出した直後に圧延機で各圧下率 40~90% で 1 パスでの圧延を施した。この圧延の際，圧延ローラーはガスバーナーで 30 分以上加熱している。圧延後の試料を直ちに 400°C の塩浴炉に入れ，1000 s 間の恒温保持を施した。この圧延と恒温保持処理による加工熱処理工程を以降は

条件 A と呼ぶことにする。また，比較材として熱間圧延実施せずに 400°C で 1000 s 間の恒温保持のみを施した従来の TBF 鋼も作製した。この熱間圧延を施さない熱処理のみの工程を条件 B と呼ぶことにする。

表 1 供試材の化学組成 (mass%)

C	Si	Mn	Nb	Mo	Al	Fe
0.40	1.5	1.5	0.05	0.20	<0.005	Bal.

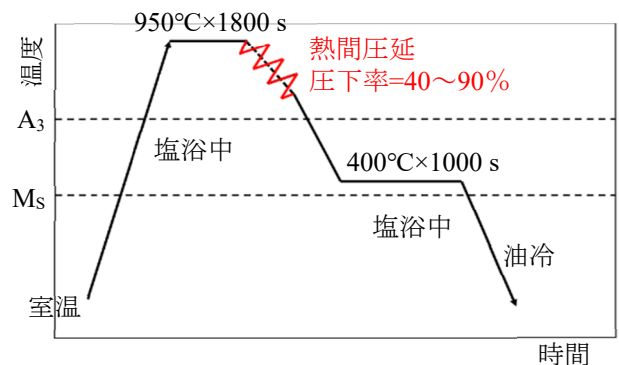


図 1 加工熱処理線図。条件 A：熱間圧延と恒温保持処理 (黒線+赤線)，条件 B：熱処理のみ (黒線)

### 2.2 ビッカース硬さ試験

圧延した各試料の硬さをビッカース硬さ試験で評価した。熱処理後の試料からビッカース硬さ試験片を採取し，圧延板面 (L-LT 面) を湿式研磨した後，ビッカース硬さ試験機 (AVK-C1) を用いて荷重 98N，保持時間 10 s の条件のもと硬さ試験を行った。なお，硬さ値は 7 回の平均値とした。

### 2.3 微細組織観察

微細組織観察には走査型電子顕微鏡 (SEM, S-3400N, HITACHI) を用いた。各熱処理後の試料から観察用試験片を採取し，その試験片を樹脂埋めした後に湿式研磨 (#80, #400, #800, #1500, #2000) を行った。その後にパフ研磨機で鏡面仕上げを施し，表面にナイタール (5% 硝酸+エタノール) 腐食を施し観察した。観察面は板厚断面 (L-ST 面) を主として観察した。また，SEM (SU5000, HITACHI) - 後方散乱電子回折 (EBSD) 解析により，加工熱処理を施した試料の組織解析を行った。

## 2・4 残留オーステナイト評価

熱処理後の試料中に残存する残留  $\gamma$  量と残留  $\gamma$  の炭素濃度を評価するため、各熱処理を施した試料から 10 mm 四方の試験片を採取し、湿式研磨および電解研磨を施した後に X 線回折装置にて残留  $\gamma$  の評価を行った。

## 2・5 引張試験

引張試験は、熱処理後の試料から標点距離 20 mm、平行部幅 5 mm を有する引張試験片をそれぞれ 2 本ずつ採取し、試験環境温度を 25°C、ひずみ速度を  $8.3 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  として行った。

## 3. 実験結果および考察

### 3・1 熱間圧延と恒温保持処理の加工熱処理試験

図 2 に、本研究の予備試験として 0.4C-1.5Si-1.5Mn-0.5Al-0.05Nb (mass%) 鋼板を用いて図 1 中の条件 A (圧下率 60%) と同様に、熱間圧延した直後に 400°C で恒温保持処理を施した試料の外観を示す。加工熱処理前の試料寸法は長さ 90 mm、幅 40 mm である。加工熱処理を施した結果、圧延された試料の耳割れや部分的な破断などは生じなかった。また、試料表面は大きな粗さは無く、その形状も概ね均一な厚さと幅が得られた。本研究で用いた供試材は、予備試験で用いた鋼板よりも焼入れ性が高いが、予備試験同様に耳割れの無い、均一な板厚を有する試料が加工熱処理により得られた。



図 2 圧下率 60% で熱間圧延した直後に 400°C で恒温保持処理を施した試料の外観<sup>○</sup>。

### 3・2 ビッカース硬さ

図 3 に条件 A の各圧下率で加工熱処理を施した試料のビッカース硬さ試験結果を示す。図 3 より、圧下率 40% において HV289 となり、圧下率が高くなるとともに HV353 まで増加傾向を示した。一方で、熱処理のみの条件 B のビッカース硬さは HV379 となり、条件 A のビッカース硬さよりも高い結果となった。これは、後述の条件 A における残留  $\gamma$  体積率の増加と関係していると考えられる。

加工熱処理を施すと熱処理のみの場合に比べてわずかにビッカース硬さが低くなるが、圧下率 50% 程度以上で熱間圧延した後にオーステンパー処理を施すことで、高いビッカース硬さが得られることが分かった。

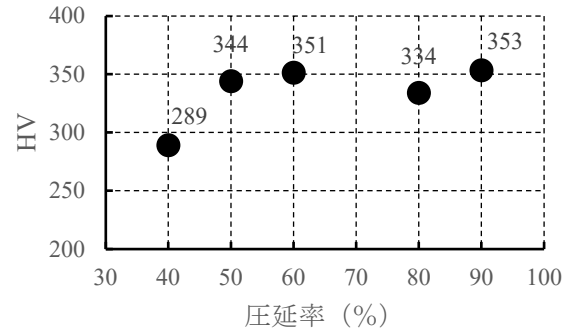


図 3 各圧下率で加工熱処理した試料のビッカース硬さ試験結果。条件 B の試料硬さ：HV379

### 3・3 微細組織

図 4 に条件 A (圧下率 50%) の加工熱処理を施した試料と条件 B の熱処理のみを施した試料の SEM 観察像を示す。図 4 (b) では旧  $\gamma$  粒界内にいくつかのパケット境界が観察され、そのパケット内に比較的大きなベイニティックフェライトブロックが存在していた。一方で、図 4 (a) の加工熱処理が施された試料では、旧  $\gamma$  粒界やパケット境界は不明瞭であり、組織が圧延加工によりパンケーキ状に押しつぶされた/伸長したように見られる。また、条件 A のベイニティックフェライト組織は条件 B よりも微細になっているようにも見える。

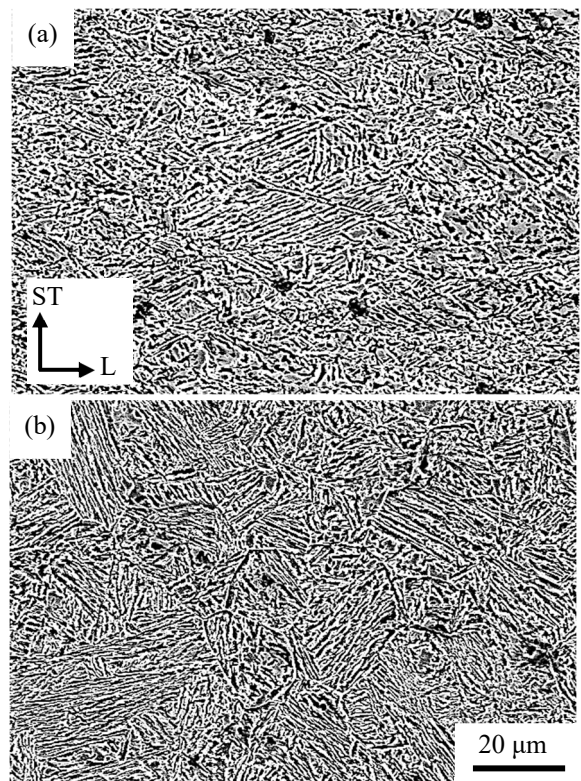


図 4 (a) 条件 A (圧下率 50%) の加工熱処理を施した試料と (b) 条件 B の熱処理を施した試料の SEM 観察像。

ベイニティックフェライトと残留 $\gamma$ の相分率や相分布状態等を詳細に調査するため EBSD 解析を実施した. その結果を図 5 に示す.

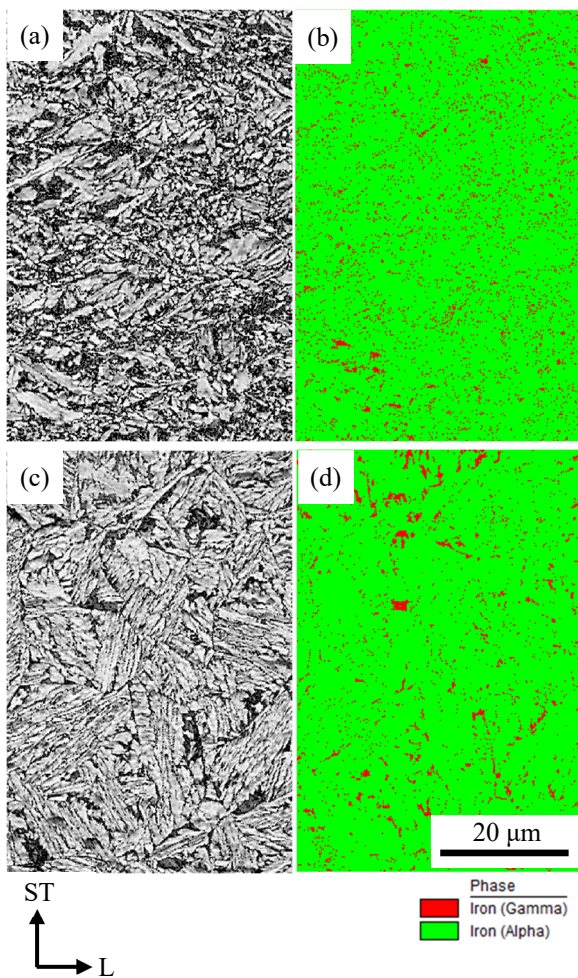


図 5 (a, b) 条件 A (圧下率 50%) の加工熱処理を施した試料と (c, d) 条件 B の熱処理を施した試料の SEM-EBSD 像. (a) および (c) は Image Quality (IQ) マップを, (b) および (d) は Phase マップを示す.

図 5 (a) および図 5 (b) より, 条件 A の加工熱処理を施した試料のベイニティックフェライト組織は, 図 4 の結果同様に, 条件 B の組織よりも微細化されていた. また, 条件 A の試料では IQ 値の低い微細な組織が存在しており, 微細なベイニティックフェライト組織は圧延による塑性加工の影響を受けていると考えられる. 図 5 (b) および図 5 (d) の Phase マップを見ると, 条件 B では比較的粗大な残留 $\gamma$ がパケット境界に点在し, 微細な残留 $\gamma$ はベイニティックフェライトブロック境界に残存していた. それに対し, 条件 A では微細な残留 $\gamma$ が試料全体に均一に分散されている状態であることが分かった. 条件 A の試料の残留 $\gamma$ の存在位置は, 組織の境界が不明瞭ではあるが, パケット境界やベイニティックフェライトブロック間であると考えられ, より詳細な検討は透過型電子顕微鏡を用

いての観察が必要である.

図 4 および図 5 より, 本研究の加工熱処理による供試材の微細組織変化は図 6 のようになると考えられる. まず $\gamma$ 域加熱時に供試材の組織が $\gamma$ 単相になり (図 6 (a)), その状態から熱間圧延が施される (図 6 (b)). このとき, 加熱され等軸粒となった旧 $\gamma$ 粒は圧延によりパンケーキ状になり粒内に变形帯が導入されると考えられる (断定はできないが, 再結晶も生じると考えられる). その後, オーステンパー処理を施すことで, 圧延の影響を受け微細になった加工 $\gamma$ 粒内に微細ベイニティックフェライトが形成され, パケット境界やベイニティックフェライトブロック間に残留 $\gamma$ が残留する. 母相組織が微細になったことで, オーステンパー処理時の未変態 $\gamma$ も領域が狭まり, 最終的に微細残留 $\gamma$ が残存する状態となった.

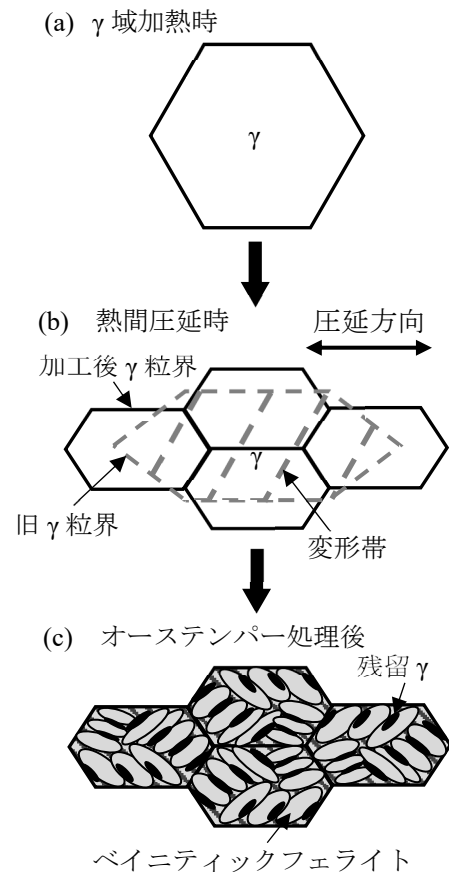


図 6 条件 A の加工熱処理工程中における組織変化の模式図.

### 3・4 残留オーステナイト体積率と炭素濃度

表 3 に条件 A (圧下率 50%) の加工熱処理を施した試料と条件 B の熱処理を施した試料の残留 $\gamma$ 体積率および残留 $\gamma$ 炭素濃度を示す. これらの数値は X 線回折装置を用いて評価しており, 測定に用いた各試験片は加工熱処理/熱処理のまま試料を用いている. 表 3 から, 加工熱処理を施した条件 A の残留 $\gamma$ 体積率は 24.7 vol% となり, 条件 B に比べ残留 $\gamma$ 体積率が 5 割程度増加した. この残留 $\gamma$ 体積

率の増加が、前述 3・1 のビッカース硬さの減少を招いたと考えられる。一方で、条件 A の残留  $\gamma$  炭素濃度は 1.13 mass% となり、条件 B の残留  $\gamma$  炭素濃度よりもわずかに低くなった。これらの結果は、前述 3・3 の微細残留  $\gamma$  に起因しており、加工熱処理によって微細な残留  $\gamma$  が増加する一方で、オーステンパー処理時に残留  $\gamma$  に濃化する炭素が分散されたために、残留  $\gamma$  炭素濃度がわずかに減少したと考えられる。ただし、一般的に 1.0 mass% を超える炭素濃度を有する残留  $\gamma$  は、変形に対して十分な安定性を有していることから、本研究によって得られた残留  $\gamma$  も十分な安定性を有している。

表 2 条件 A (圧下率 50%) の加工熱処理を施した試料と条件 B の熱処理を施した試料の残留  $\gamma$  体積率と残留  $\gamma$  炭素濃度

試料	残留 $\gamma$ 体積率 (vol%)	残留 $\gamma$ 炭素濃度 (mass%)
条件 A (圧下率 50%)	24.7	1.13
条件 B	16.6	1.30

### 3・5 引張特性

図 7 に条件 A (圧下率 50%) の加工熱処理を施した試料と条件 B の熱処理を施した試料の公称応力-公称ひずみ線図を示す。条件 A 試料の降伏応力 (0.2% 耐力) は 830MPa となり、条件 B では 980MPa となった。加工熱処理を施すことによって降伏応力は 150 MPa 程度低下した。一方で、引張強さは条件 A と条件 B とともに 1150 MPa 程度となった。これらより、条件 A の降伏比が条件 B よりも低くなったことから、条件 A の加工熱処理を施した試料はプレス成形に有意な特性を有していることが分かった。

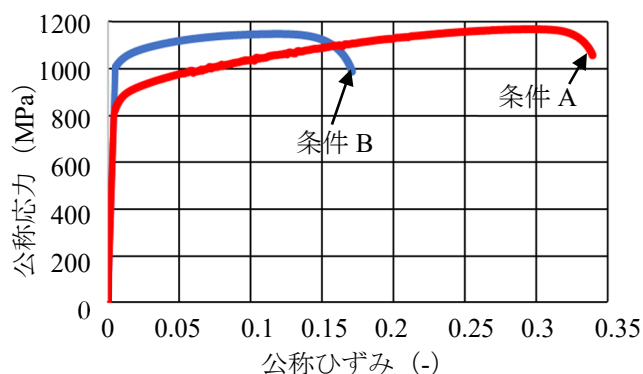


図 7 条件 A (圧下率 50%) および条件 B の試料の公称応力-公称ひずみ線図。

一様伸びは条件 A が 28%、条件 B では 12% となり、加工熱処理により一様伸びが著しく増加した。条件 A の引張強さと全伸びのバランスは 38.3 GPa・%、条件 B では 21.1 GPa・% となり、条件 B に比べ条件 A の強度・延性バランスが 15 GPa% 以上高くなった。熱間圧延とオーステン

パー処理を組み合わせた加工熱処理を施し作製した TBF 鋼板は高い強度・延性バランスを有した。

加工熱処理により作製した TBF 鋼板の高い引張特性は、熱間圧延とその後のオーステンパー処理によって得られた微細なベイニティックフェライト組織と微細かつ均一に分散された残留  $\gamma$  の体積率増加に起因していると考えられる。条件 B の様に熱処理のみで作製した TBF 鋼板の残留  $\gamma$  は形状にバラツキがあり、引張変形時に不均一に加工誘起マルテンサイト変態が生じる（とくに、粗大な残留  $\gamma$  から加工誘起マルテンサイト変態が生じる）と考えられる。一方で、条件 A では微細かつ均一に鋼中に残留  $\gamma$  が分散されることで、引張変形時に均一な加工誘起マルテンサイト変態が生じ、高い一様伸びが得られた。

引張変形中の残留  $\gamma$  の加工誘起変態状況や加工熱処理により得られた残留  $\gamma$  の結晶方位と引張変形挙動との関係については検討中である。また、同加工熱処理条件で作製した TBF 鋼板の穴広げ特性と張出特性を評価するための成形試験を現在実施中である。得られた結果は各学協会の講演大会および論文にて公表予定である。

## 4. まとめ

低合金 TRIP 鋼板の製造において、オーステンパー処理前に熱間圧延を施すことにより、微細なベイニティックフェライト母相組織と微細かつ均一に分散された準安定残留  $\gamma$  を有する TRIP 型ベイニティックフェライト鋼板が得られた。この加工熱処理 TBF 鋼板は 1150MPa 程度の引張強さと 30% 程度の全伸びを有する高強度・高延性な加工熱処理鋼板であることが分かった。

## 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 (AF-2018014-B2) の支援により実施した研究に基づいている。ここに記して深甚なる謝意を表します。また、本研究を実施するにあたりご指導いただいた東北大学金属材料研究所 北條智彦先生、実験遂行に多大なご協力をいただいた茨城大学大学院理工学研究科学生 木村太一さん、工藤瞬さん、小島元太さんに厚く御礼申し上げます。

## 参考文献

- 1) 杉本公一・小林純也・北條智彦: 鉄と鋼, 103 (2017), 1-11.
- 2) K. Sugimoto・J. Kobayashi・Y. Nakajima: Mater. Sci. Forum, 783-786 (2013), 1015-1020.
- 3) J. Kobayashi・H. Sawayama・N. Kakefuda・G. Itoh・S. Kuramoto・T. Hojo: Mater. Sci. Forum, 1016 (2021), 732-737.
- 4) 木村太一・工藤瞬・小林純也・倉本繁・伊藤吾朗・北條智彦: CAMP-ISIJ, 35 (2022), 288.
- 5) 工藤瞬・木村太一・小林純也・倉本繁・伊藤吾朗・北條智彦: CAMP-ISIJ, 35 (2022), 204.