自動車用ダイクエンチ鋼板の微細組織、 硬度および磁気ヒステリシス特性に与える焼入効果

Effect of quenching conditions on microstructures, hardness and magnetic hysteresis properties in die-quenched steel plates for automobile components

鎌田 康寛^{*1}(正員), 増田 竣亮^{*1}(学生員), 高橋 智史^{*1}, 村上 武^{*1}
妹尾 武^{*2}, 岩瀬 義孝^{*2}, 張 鐘植^{*2}

Yasuhiro KAMADA (Mem.), Shunsuke MASUDA (Stu. Mem.), Tomofumi TAKAHASHI, Takeshi MURAKAMI
Takeshi SEO, Yoshitaka IWASE, Zhong-Zhi ZHANG

Hardness and magnetic hysteresis loop measurements were performed in a partially die-quenched (DQ) steel plate, and the small steel pieces of specimen with different cooling rate. The change in microstructure of the specimens were quantitatively characterised by electron backscattering diffraction (EBSD) measurement. A good correlation between hardness and coercivity was confirmed in both series of specimens, which is related to the formation of martensite. This study demonstrates the plausibility of magnetic nondestructive evaluation of the hardness in DQ products, which improves the quality assurance of automobile components.

Keywords: nondestructive evaluation, hardness, magnetic hysteresis loop, martensite, die-quenching.

(2015 年 10 月 15 日受付)

1 緒言

現在の自動車市場では走行性能や燃費性能が重要視されており、そのために車の剛性向上、軽量化が進められている。その材料となる鋼板にはより高い強度を持つ高張力鋼が求められている。高張力鋼板の製造方法の一つにダイクエンチ(DQ)工法が挙げられる。これは加熱した鋼板をプレスする(ホットスタンピング)と同時に急冷して焼入する方法で、組織をマルテンサイト化することで強度が大幅に向上する[1]。これらの製品の品質評価では破壊検査(製品抜き取り、切断、樹脂埋込、研磨、断面ビッカース硬度測定)が実施されている。この方法では、出荷製品そのものの検査ができない。また、検査に時間を要するため、不良が判明した時点では無駄に多数の不良品を製造している可能性が高い。製品の全量検査が原理的に可能で高度な製品管理を実現できる、非破壊検査法の開発が望まれる。

マルテンサイトは、微細な階層組織(パケット、ブロック、ラス組織)、高転位密度、高濃度の固溶炭素などの組織的特徴を持ち、それらにより転位の移動が妨げられ硬くなる[2]。一般に、それらの組織・欠陥は磁

壁の移動を妨げる要因にもなるため磁気的に硬くなり、磁気ヒステリシス曲線の保磁力が増大する[3]。このように硬度と保磁力に相関がある場合、磁気計測による硬度の非破壊評価が可能となる。DQ 鋼製品に対する適用可能性を考える上で、この材料における相関の有無の確認と、詳細な組織観察に基づく相関機構の解明が必要となる。そのために、本研究では以下の2つの実験を行った。第一に、加熱温度に分布をつけた鋼板を金型急冷し、もとの母材の状態から焼入状態まで組織を大きく変えた試験体を用意し、組織と硬度および保磁力の関係を調べて磁気計測法の有用性確認した。ここで、現場での実際の品質検査への応用を念頭におくと、金型との僅かな接触不足による冷却条件の違いが問題になると予想され、冷却速度の低下による焼入不良の微妙な違いを判定する必要がある。そのため、第二の実験として、冷却速度を系統的に変えた試験体を用意し、それらの組織と硬度・保磁力の関係を調べ、非破壊硬度評価の可能性を検討した。

2 加熱温度を変えた DQ 鋼板の組織・硬度・磁気特性

2.1 実験方法

本実験で用いた試験体は、引張強度 1500MPa 級のダイクエンチ素材である。Table 1 にその化学組成を示す。

連絡先: 鎌田 康寛, 〒020-8551 盛岡市上田 4-3-5 岩手大学理工学部 物理・材料理工学科
e-mail: kamada@iwate-u.ac.jp

^{*1}岩手大学, ^{*2}アイシン高丘

厚さ 1.6mm の鋼板の両端を電極で挟み、通電加熱により試料中央部がオーステナイト領域の 910℃に達するまで加熱した。この時電極下では 100℃程度までしか温度が上がらない。加熱後すぐに平型金型でプレス冷却することで、焼入部と焼入不良部の領域が共存する試験体を作製した。この鋼板から、電極下部と鋼板中央部付近を含む約 13 cm 角の広さの板状試験体を切り出した。Fig. 1 に使用した試験体の写真を示す。ここで、左側の電極部（焼入不良部）から中央部（完全焼入部）に向け、1cm 間隔で印をつけた各位置を P1 から P12 と呼ぶことにする。

組織観察では、Fig. 1 上側の点線で囲んだ P2, P4, P12 の 3 か所から小片を切り出して光学顕微鏡 (OM) 観察を行った。また、P1, P4, P10 で小片を切り出し、電子線後方散乱回折分析装置 (オックスフォード・インスツルメンツ社 Aztec EBSD) をつけた電界放出型走査電子顕微鏡 (JEOL JSM-7001F) で、EBSD 測定を実施した。光顕観察では機械研磨した試料をナイトルで腐食し、EBSD 測定には電解研磨した試料を用いた。

EBSD 測定とは試料に電子線を照射し、菊池パターンを観測して方位解析することで、各点の結晶方位情報を得る実験手法である。菊池パターンのバンドコントラスト (BC) マップや、方位解析から得られる逆極点図方位マップ、局所領域での方位のずれを可視化した局所方位差マップなど、光顕観察では判別できない有益な組織情報を得ることができる[4]。

硬度測定は、位置 P1 から P10 について別試験片を切り出し、樹脂に埋め込んだ後に機械研磨し、断面中央部をビッカース硬度計 (荷重 1kg 重) で調べた。

磁気測定では、P1 から P10 まで 5 mm 間隔で B - H ループを測定した。Fig. 2 に磁気計測システムの模式図を示す。純鉄の U 字ヨークに励磁コイルを $N_1 = 120$ 巻、検出コイルを $N_2 = 40$ 巻した磁気プローブを使用した。励磁コイルには、バイポーラ電源から 1 Hz の三角波電流 I を流し、検出コイルに発生した電圧 V_B をアンプ (500 倍) とフィルター (40Hz ローパスフィルタ) を通し、AD 変換器 (16 ビット) を経由して PC に取り込んだ。PC 上で自作の LabVIEW プログラムを用いて、次式により磁束密度 B と磁場 H を算出し、磁気ヒステリシス曲線 (B - H ループ) を求めた。

$$B = (1/N_2 S) \cdot \int V_B dt \quad (1)$$

$$H = (N_1/L) \cdot I \quad (2)$$

Table 1 Chemical composition (wt.%)

C	Si	Mn	Fe
0.21	0.25	1.2	bal.

Fig. 1 Picture of the plate specimen.

Fig. 2 Schematic drawing of MHL measurement setup.

ここで磁路長 $L = 28.55$ mm, ヨーク断面積 $S = 8.64$ mm² である。なお、DQ 工程は大気中で行っており、鋼板表面には酸化被膜が形成している。本実験では酸化被膜が鋼板についた状態で磁気測定を実施した。

2.2 組織観察

Fig. 3 に光顕観察の結果を示す。Fig. 3 (a), (b) の焼入不良部は、パーライト (黒い領域) を含んだ、フェライト-パーライト組織となっている。一方、(c) の完全焼入部は、非常に微細な組織が見られマルテンサイトが形成していると考えられる。Fig. 4 に EBSD 測定の結果を示す。Fig. 4 の左側は方位マップ、右側は BC マップである。(a)と(b)には左右に細長い結晶粒が確認でき、鋼板製造時の圧延組織の特徴が残っている。(a)と(c)は、(b)と異なりバンドコントラストが一樣でない。

暗い領域は菊池パターンが不明瞭であることを示し、転位密度が高く結晶が歪んでいると考えられる[4]。

以上より Fig. 4 の各試料は、次のような組織になっていると考えられる。P1 では加熱時の温度上昇が小さいため、DQ 工程後も工程前のフェライト-パーライトの圧延組織を保持している。P4 では P1 より温度上昇したもののオーステナイト温度域まで達せず、フェライト-パーライト組織のまま、転位の再配列による亜結晶粒の形成や転位密度の低下が生じ、圧延組織の回復が生じている[5]。一方、P10 は高温のオーステナイト安定域まで温度上昇して急冷されマルテンサイト化し、高転位密度の微細な組織となっている。

Fig. 3 OM images of the DQ steel plate at P2, P4 and P12.

Fig. 4 EBSD maps of the DQ steel plate at P1, P4 and P10.

2.3 硬度と保磁力の相関

Fig. 5 に試験体の硬度の位置依存性を示す。位置 P1-P3 付近では HV250 であるが、P4 では HV180 まで軟化し、P5 で硬化して、P6 から P10 では約 HV500 と高い。P1-P3 の硬度は転位密度の高い圧延組織を反映していると考えられる。P4 では圧延組織の回復により軟化し、P6-P10 では完全焼入されてマルテンサイト化して硬化したと考えられる。

Fig. 6 に位置 P1, P4, P10 の $B-H$ ループを、挿入図に保磁力付近の拡大図を示す。P10 のループが最も傾き磁化困難になっており、ループ幅の半分を示す保磁力が大きい。これは結晶組織が微細で高転位密度のマルテンサイトの特徴を反映している。Fig. 7 に 5 mm 間隔で測定した保磁力の位置依存性を示す。硬度と同様に一旦減少後に増加している。P4 付近の小さな保磁力は回復組織による転位密度の低下を、P7 から P10 の大きな保磁力はマルテンサイト化を反映している。

Fig. 8 に保磁力と硬度の関係を示す。保磁力と硬度は正の相関を示しており、保磁力の計測からおよその硬度を推定できることが確認できた。

Fig. 5 Hardness variation as a function of distance.

Fig. 6 $B-H$ loops of the DQ steel plate at P1, P4 and P10.

Fig. 7 Coercivity variation as a function of distance.

Fig. 8 Correlation between hardness and coercivity.

3 冷却速度を変えた DQ 鋼板の組織・硬度・磁気特性

3.1 実験方法

試料は SPC20C-B (1500 MPa 級材) の平板試験片を使用し、加熱条件を 2 分 30 秒, 950°C に固定し、冷却速度をそれぞれ 3, 10, 17, 60°C/sec に変えた 4 種類の試料を用意した。この鋼種の CCT 曲線から、冷却速度が最も速い 60°C/sec ではマルテンサイト形成が予想されるが、速度が遅くなるとベイナイト領域を通るため、組織中にベイナイトが形成される可能性がある。

平板試験片からそれぞれの小片を切り出し、機械研磨、電解研磨を行い、磁気測定と EBSD による組織観察を実施した。硬度、磁気、EBSD 測定の詳細は 2-1 と同様である。

EBSD 測定では、逆極点図方位マップと BC マップ

の他に、局所方位差マップを求めた。局所方位差とは測定点近傍の方位差の平均を表し、転位密度と関係づけができるとされている[6]。ここでは Fig. 8 の位置 p_0 での局所方位差を(3)式で定義して測定した。なお、本実験での測定ステップは $0.15 \mu\text{m}$ とした。

$$M_L(p_0) = \frac{1}{8} \sum_{i=1}^8 \beta(p_0, p_i) \quad (3)$$

3.2 組織観察

Fig. 9 に、冷却速度 60°C/s の試料の EBSD 測定結果を示す。Fig. 9(a) の逆極点図方位マップ、(b)の BC マップより組織が非常に微細であることがわかる。Fig. 9(c) は局所方位差マップで、Fig. 9(d)は(c)の四角の領域を拡大した SEM 像である。SEM 像から炭化物が有る領域と無い領域の 2 領域が混在していることがわかる。前者はベイナイト、後者はマルテンサイトと考えられる。Fig. 9(c) の局所方位差マップと対応させたところ、ベイナイト領域では局所方位差が小さく、マルテンサイト領域では大きい。このことから、局所方位差分布からマルテンサイトとベイナイトのおおよその割合を見積もることができると考えられる。

Fig. 8 Schematic representation of local misorientation.

Fig. 9 EBSD mappings of the specimen with quenching rate of 60°C/sec.

Fig. 10 に、冷却速度の異なる 4 種類の試験体の局所方位差マップを示す。冷却速度が遅くなると局所方位差の小さい領域が増えている。これらの局所方位差の分布を Fig. 11 に示す。分布ピークの方位差は、冷却速度 3°C/sec の試料で最も小さくなっている。そして冷却速度が速いほど、ピーク位置が右側にずれ、全体的に局所方位差が大きくなっている。この挙動を定量化して硬度・保磁力と比較するため、平均値を求めた。ここでは局所方位差分布が対数正規分布に従うと考えると次式で定義される平均値を計算し[6]、その結果を Table 2 にまとめた。冷却速度が速いほど局所方位差の平均値が増大することがわかった。

$$M_{ave} = \exp \left[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \ln \{ M_L(p_i) \} \right] \quad (4)$$

Fig. 10 Local misorientation mapping of the DQ plates with different cooling rate.

Fig. 11 Distribution function of local misorientation.

Table 2 Average of local misorientation of the DQ steels with different cooling rate.

	3°C/sec	10°C/sec	17°C/sec	60°C/sec
M_{ave} (deg.)	0.55	0.76	0.88	1.02

3.3 硬度と保磁力の相関

次に、磁気計測の結果に移る。Fig. 12 に 4 種類の試験体のヒステリシス測定の結果を示す。挿入図は保磁力付近の拡大図である。冷却速度が増加すると、徐々に $B-H$ ループが傾き、保磁力が増加している。並行して、別に切り出した小片のビッカース硬度を測定した。Table 3 に保磁力とビッカース硬度の結果とまとめた。冷却速度の増加と対応して、保磁力と硬度がともに増加していることがわかる。

Fig. 13 に、EBSD 測定から得られた局所方位差の平均値と、保磁力と硬度の関係をまとめた。局所方位差の平均値の増加とともに、硬度と保磁力は増加している。局所方位差の増加は転位密度が高いマルテンサイト相の割合が増えたことを意味しており、同時に転位と磁壁が移動しにくくなり、硬度と保磁力が増加したと説明できる。Fig. 13 の挿入図に 4 種類の試験体の硬度と保磁力の相関関係を示す。両者には正の相関があることから、保磁力の測定により冷却速度の異なる DQ 鋼板の硬度を推定できると考えられる。

Fig. 12 $B-H$ curves of the DQ steels with different cooling rate.

Table 3 Coercivity and hardness of the DQ steels with different cooling rate.

	3°C/sec	10°C/sec	17°C/sec	60°C/sec
H_c (A/m)	389	517	628	688
HV	200	350	444	462

Fig. 13 Coersivity and hardness as a function of the average of local misorientation.

本研究により、磁気プローブを用いて磁気ヒステリシス曲線の保磁力を計測することで自動車用 DQ 鋼板の硬度を非破壊評価できる可能性があることがわかった。実際に製造現場での品質検査に応用するためには、鋼板の焼入状態以外の影響因子も考慮する必要がある。例えば製品の表面が湾曲している場合、磁気プローブと試験体との間に隙間ができるため反磁界効果が生じ、見かけのヒステリシス特性が変わると考えられる。これらの課題について今後検討が必要であるが、製品の平坦部に対して小さなプローブを用いて磁気計測を行うことで、自動車用ダイクエンチ鋼製品の品質検査を非破壊にできる可能性を見出すことができた。

4 結言

加熱温度に分布を持つ自動車用鋼板をダイクエンチし、加熱不良部と完全焼入部を含む試験体の微細組織、硬度と保磁力を調べた。硬度と保磁力はともに焼入部で大きくなり、硬度と保磁力の間に良い相関が見られた。冷却速度を系統的に変化させた自動車用鋼板の試験体を作製して諸特性を調べた結果、冷却速度の増加とともに局所方位差、硬度、保磁力が増加した。EBSD 測定から得た局所方位差に着目して、焼入れ組織の違いを定量化し、硬度および保磁力との対応関係を整理して、両者の相関を確認した。本研究により、磁気ヒステリシス計測に基づく自動車用 DQ 鋼板の硬度の非破壊評価の可能性を見出した。

参考文献

- [1] 森謙一郎, ホットスタンピング入門 自動車軽量化に向けた超高強度鋼部材成形法, 日刊工業新聞社, 2015.
- [2] G. Krauss, Martensite in steel: strength and structure, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 273-275, pp.40-57, 1999.
- [3] M. K. Devine, The magnetic detection of material properties, *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, Vol.44, pp.24-30, 1992.
- [4] D. Stojakovic, Electron backscatter diffraction in materials characterization, *Processing and Application of Ceramics*, Vol.6, pp.1-13, 2012.
- [5] A. Martinez-de-Guerenu, F. Arizti, M. Diaz-Fuentes, and I. Gutierrez, Recovery during annealing in a cold rolled low carbon steel. Part I: Kinetics and microstructural characterization, *Acta Materialia*, Vol. 52, pp.3657-3664, 2004.
- [6] M. Kamaya, Assessment of local deformation using EBSD: Quantification of accuracy of measurement and definition of local gradient, *Ultramicroscopy*, Vol. 111, pp.1189-1199, 2011.