© 1989 ISIJ

/////////
 論 文
 ///////////

冷延鋼板の残留オーステナイト形成および 機械的性質に及ぼす熱延組織の影響

陳 煌淙*・友清憲治*²・恵良秀則*³・清水峯男*³

Effect of Microstructure in Hot Rolled Steel on the Formation of Retained Austenite and Mechanical Properties in Cold Rolled and Annealed Steel Sheet

Hung Chuan CHEN, Kenji TOMOKIYO, Hidenori ERA and Mineo SHIMIZU

Synopsis:

The carbide distribution prior to cold rolling was studied to know its effect on mechanical properties with respect to retained austenite (γ_R) in 0.2%C-1.4%Si-1.0%Mn-0.05%P steel cold rolled and intercritically annealed and isothermally held at bainitic transformation temperature. The microstructures after final heat-treatment were of ferrite, γ_R , bainite and/or martensite. In general, the steel with prior ferrite/pearlite structure (FP steel) gave more amount of γ_R and better mechanical properties such as strength, elongation, etc. than that with prior ferrite/cementite one (FC steel). The excellent mechanical properties in FP steel were based on a large amount of γ_R which transforms to martensite during deformation, giving rise to a high work hardening rate. The experimental results also showed that an increase in intercritical annealing temperature and/or time brought about a similar amount of γ_R in FC steel as in FP steel. However, FP steel still exhibited a superior elongation compared with FC steel. The reason for this is that the former contained a relatively large amount of small (about 2 μ m) γ_R with stacking fault which would originate from fine cementites prior to cold rolling. It was concluded that the mechanical properties were strongly affected not only by the amount of γ_R but also by the γ_R size and configuration.

Key words: strength and ductility; retained austenite; steel sheet carbide distribution; work hardening rate; mechanical stability.

1. 緒 言

近年、残留オーステナイト (γ_R) を含む高強度高延性複合組織型の冷延鋼板が注目されている¹⁾。この種の鋼板は鋼中 γ_R の変態誘起塑性 (TRIP) 効果により強度～延性バランスが著しく優れていることに特徴がある。鋼板の機械的性質を改善するためには鋼中に比較的多くの γ_R が存在することが望ましい。鋼成分系として中低炭素範囲で Si, Mn, Ni, P, Cu などの元素が γ_R 形成に有効であることが報告されている^{2)~5)}。また冷延後の熱処理条件、すなわち 2 相域焼鈍温度・時間、冷却速度、ベイナイト恒温変態処理温度・時間などの因子も γ_R 形成に大きな影響を与えることが示されている⁶⁾⁷⁾。しかし、冷延前の組織 (たとえば結晶粒径、炭化物分布

状況など) の γ_R 形成への役割は明らかでなく、また γ_R の形態と機械的性質の関係についてはまだ十分な検討がなされていない。そこで本研究では熱延板を (冷延前に) 種々の温度で熱処理し、炭化物の分布状況を変化させ、 γ_R 形成および機械的性質に及ぼす熱延板組織の影響について検討した。

2. 実験方法

試料は真空溶解法により作製した。その化学成分および ANDREW⁸⁾ による実験式から求めた A_{c1} , A_{c3} 温度を Table 1 に示す。Fig. 1 に示すように溶解した試料は 1523 K で 30 min 均熱後 1223 K で熱延空冷し、3.2 mm 厚の板とした。一部の試料は 773 K, 893 K および 973 K でそれぞれ 24 h 保持し炉冷した。その後 75% の

昭和 62 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 63 年 7 月 11 日受付 (Received July 11, 1988)

* 中国鋼鐵股份有限公司研究發展處 (Research Laboratories, China Steel Corp.)

*² 九州大学大学院 (Graduate School, Kyushu University)

*³ 九州大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, Kyushu University, 6-10-1 Hakozaki Higashi-ku Fukuoka 812)

Table 1. Chemical compositions of the steel (wt%) and calculated A_{c1} and A_{c3} temperatures⁸⁾.

C	Si	Mn	P	S	A_{c1} (K)	A_{c3} (K)
0.20	1.42	0.98	0.05	0.006	1027	1149

Fig. 1. Schematic illustration of heat-treatments to produce multiphase structures.

冷延を施し2相域加熱後(昇温速度: 700 K/min) 713 K に保持し空冷した。

γ_R の測定は集合組織の影響を極力少なくするため、試料を試料板面内で回転させる(57.7 r. p. m.) とともに試料面と X 線ビームの交線を軸として揺動(30 往復/min, $\pm 60^\circ$) させる測定器具を用い, Mo-K α 特性 X 線で行った。 γ_R 量(V_R) は次式により求めた⁹⁾¹⁰⁾。

$$V_R = 1.4 I_\gamma / (I_\alpha + 1.4 I_\gamma) \dots\dots\dots (1)$$

ここで I_γ はオーステナイト(γ) の (220) および (311) 面からの積分反射強度の平均値であり, I_α はフェライトの (211) 面からの積分反射強度である。

熱延板, 冷延板および最終熱処理後の試料における微細組織は光顕, 走査電顕および透過電顕により観察した。なお, 第2相体積率の決定には X 線法のほかに点計数法も利用した。

最終熱処理後の機械的性質はゲージ長 50 mm の引張試験片を用いインストロン型の引張試験機(引張速度: 1 mm/min)により求めた。

3. 実験結果

熱延板の炭化物分布状況を変化させるため, 熱延空冷後の試料について種々の熱処理(冷延前処理)を施した。Photo. 1 に冷延前および 75% 冷延後の組織を示す。熱延板(冷延前)のフェライト粒径は冷延前処理によってほとんど変化しないが, 炭化物は冷延前処理温度が高くなるにしたがってパーライト組織(Photo. 1(a), (b))からセメンタイト組織(Photo. 1(c), (d))へと変化した。これらの熱延板を冷延すると低温前処理材(Photo. 1(e), (f))では伸展したパーライト領域に微細なセメンタイトが分散するのに対し, 高温前処理材(Photo. 1(g), (h))では伸展したフェライト粒界に沿って比較的大きなセメンタイトが存在する。

Fig. 2 は2相域焼鈍後ベイナイト変態域に保持した最終熱処理材の γ_R 量および機械的性質を示したものである。冷延前処理を施さない試料および 773 K 前処理材では γ_R は 12% 程度を示し, 冷延前処理温度が高く

Photo. 1. Scanning electron micrographs of the steels (a) unpreaged, (b) preaged at 773 K, (c) preaged at 893 K, and (d) preaged at 973 K, respectively, for 24 h after hot rolling, and subsequently cold rolled ((e)-(h)).

Fig. 2. Effect of preaging temperature on the amount of γ_R and mechanical properties in the steels annealed at 1073 K for 5 min followed by isothermal holding at 713 K for 2 min.

なると (893 K 以上) γ_R 量は減少した。また、 γ_R 量が多い低温前処理材では引張強度および伸びは高い値を示し、したがって強度～延性バランスに優れている。さらに降伏強度も低温前処理材の方が低い。以上のことから γ_R を増加させ優れた機械的性質を得るには、熱延板において炭化物を比較的大きなセメンタイトとして存在させるよりもパーライト組織が得られるよう制御することが重要であると考えられる。

熱延板における炭化物分布の影響を詳細に検討するため、代表的なフェライト+パーライト組織を有する冷延前処理無し材 (以下 FP 鋼と呼ぶ) および代表的なフェライト+セメンタイト組織を有する 973 K 前処理材 (以下 FC 鋼と呼ぶ) を用いて冷延後の熱処理条件を変化させた。

Fig. 3 に FP 鋼および FC 鋼の γ_R 量および機械的性質に及ぼす焼鈍温度の影響を示す。FP 鋼において γ_R 量は焼鈍温度 1073 K でピークを示し、この温度以上ではやや低下する。強度は焼鈍温度によらずほぼ一定であるが、伸びは γ_R のもつとも多い 1073 K で高い値を示し、したがって強度～延性バランスは 1073 K でもつとも優れている。一方、FC 鋼では焼鈍温度 1073 K まで比較的急激に増加し、この温度以上では緩やかに増加す

Fig. 3. Effect of annealing temperature on the amount of γ_R and mechanical properties in the steels annealed at temperature for 5 min followed by isothermal holding at 713 K for 30 s.

Fig. 4. Effect of annealing time on the amount of γ_R and mechanical properties in the steels annealed at 1073 K for various times followed by isothermal holding at 713 K for 30 s.

る。強度、伸びおよび強度～延性バランスは γ_R 量とは対応し、焼鈍温度の上昇とともに増加する。高温焼鈍 (1133 K) の場合、両鋼の γ_R 量はほぼ同じ値となるが、

Fig. 5. Effect of bainitic transformation time on the amount of γ_R and mechanical properties in the steels annealed at 1073 K for 5 min followed by isothermal holding at 713 K.

全体的に FP 鋼は FC 鋼より γ_R は多く機械的性質に優れていることがわかる。Fig. 4 に焼鈍時間の影響を示す。FP 鋼における γ_R 量および強度は焼鈍時間とともにいつたん増加するが、5 min 以上ではあまり変化しない。一方、FC 鋼の場合 γ_R 量および強度は焼鈍時間とともに増加するが、全伸びおよび強度～延性バランスは 2.5 min の短時間焼鈍のときやや高い値を示す。なお、長時間焼鈍 (15 min) の場合、両鋼の γ_R 量はほぼ同じ値を示すが、全体的に FP 鋼は FC 鋼より γ_R は多く機械的性質も優れていることは Fig. 3 の結果と同様である。Fig. 5 に 2 相域焼鈍後のベイナイト変態域処理時間の影響を示す。両鋼とも処理時間とともに γ_R 量、強度、伸びおよび強度～延性バランスは低下するが、この場合も全体的に FP 鋼は FC 鋼より γ_R が多く機械的性質に優れていることがわかる。

4. 考 察

4.1 γ_R の形成

本実験結果から FP 鋼は FC 鋼に比べて γ_R が多く得られ、また機械的性質が優れているのは明らかである。しかし 2 相域高温焼鈍あるいは長時間焼鈍を行った場合、FP 鋼と FC 鋼の γ_R 量は同程度であるにもかかわらず FP 鋼の方が機械的性質に優れており (Fig. 3, Fig. 4), 両鋼の機械的性質は γ_R の体積率だけでなく

Table 2. Volume fraction of the phases and grain size in steels annealed at 1073 K for 5 min followed by isothermal holding at 713 K for 2 min.

Steel	γ (%)	γ_R (%)	Trans. F (%)	B/M (%)	Total F (%)	G. S. (μm)
FP	50	12	29	9	79	4
FC	40	8	22	10	82	5

γ : Austenite just after annealing γ_R : Retained austenite Trans. F: Transformed ferrite B/M: Bainite or martensite Total F: Ferrite after final heat-treatment G. S.: Grain size of ferrite

Fig. 6. Relationship between volume fraction of γ just after intercritical annealing and annealing time in the steels annealed at 1073 K.

γ_R の分布状況あるいは引張変形時の変態挙動などに大きく左右されることが考えられる。

一般に γ_R 量は 2 相域焼鈍時の γ 相の体積率と溶質元素濃度から決められる (2 相域焼鈍後の熱処理条件を一定とする)。すなわち γ 相の体積率が高すぎると相対的に γ 中の C などの溶質元素濃度が希薄になり、結果的には多くの γ_R が得られない。また γ 相の体積率が低すぎる場合も γ 相の絶対量が少ないため結果的には γ_R の体積率も低下する。したがって多量の γ_R を得るためには 2 相域焼鈍時において適切な量の γ が必要であると考えられる。FP 鋼および FC 鋼における第 2 相の体積率を Table 2 に示す (γ 相の体積率は 2 相域焼鈍後焼入れた鋼のマルテンサイト量が 2 相域焼鈍後の γ 量と等しいとして求めた)。ここで注目されるのは 2 相域焼鈍条件が一定でも、冷延前の炭化物がセメンタイトとして存在する FC 鋼は FP 鋼より γ の体積率が低く、結果的には γ_R が少ないことである。これは FC 鋼において 5 min 程度の焼鈍ではセメンタイトが完全には溶解しないことによると考えられる。Fig. 6 に示すように FP 鋼では 5 min 程度で、FC 鋼では 15 min 程度で約 50% の γ が得られるが、FC 鋼におけるセメンタイトの溶解には 1073 K 焼鈍の場合少なくとも 15 min の時間が必要であることがわかる。Fig. 7 に 2 相域焼鈍直後の γ 量と最終熱処理後の γ_R 量との関係を示す。 γ 量の増加

Fig. 7. Relationship of volume fractions between γ just after intercritical annealing and γ_R after final heat-treatment.

とともに γ_R 量は増加し, γ 量約 50% 以上ではやや低下する. したがって本鋼種において多量の γ_R を得るためには γ の体積率を 50% 程度にする必要があると言える.

γ_R 量は 2 相域焼鈍時の γ 相の体積率だけでなく, その後の冷却速度およびベイナイト変態域処理条件にも大きく影響を受ける¹⁶⁾⁷⁾. 焼鈍後の冷却途中に一部の γ がフェライト (初析フェライト) に変態しつつ溶質元素 (主に C) が γ 相へ放出され γ 相に濃縮する. またベイナイト変態処理時には一部の未変態 γ がベイナイトに変態する. Photo. 2 にベイナイト変態処理後の透過電顕像の例を示すが, γ_R の形態には二つのタイプが見られる. 一つはフェライト中に存在する $1\mu\text{m}$ 以下の γ_R 粒である (矢印で示す). もう一つはベイナイトと隣接する γ_R であり, ラス状のベイナイト中には炭化物はわずかに観察されるのみである. Si および P は炭化物形成を抑制する作用があり^{11)~14)}, ベイナイト変態時にラス状ベイナイト中の C は析出しにくく γ 相へいつそう濃縮するものと考えられる. しかし, Fig. 5 に示したようにベイナイト変態処理時間とともに γ_R が減少することは, C などの溶質元素濃縮のみでなく γ 相の適切な体積率と溶質元素濃縮の競合によつて最終的な γ_R 量が決定されることを示している.

4.2 γ_R と機械的性質

一般に鋼中の γ_R が多いほど強度~延性バランスが向上し機械的性質に優れることは良く知られている¹²⁾¹⁵⁾. 本研究においてもほとんど同様な結果が得られたが, γ_R がほぼ同体積率であつても冷延前の炭化物分布状況が異なると最終的には機械的性質が変化することはすでに示した. 2 相域焼鈍時に γ はセメンタイトとフェライトの界面から核生成し, セメンタイトの溶解と同時に C などの溶質元素が拡散しながら成長するので¹⁶⁾¹⁷⁾,

a : Bright field image b : Diffraction pattern of selected area indicated by the circle in a c : Indexed result

Photo. 2. Transmission electron micrograph of FC steel annealed at 1073 K for 15 min followed by isothermal holding at 713 K 30 s.

セメンタイトの分布状況は後の γ_R の形態および性質, したがって機械的性質に大きな影響を与えられ考える.

Fig. 8 に FP 鋼と FC 鋼の引張変形による真応力と加工硬化率変化を示す. FP 鋼の加工硬化率は真ひずみ約 5% 以上で FC 鋼より高い値を示し, しかも真ひずみ増加にともなう加工硬化率の減少割合は FC 鋼より小さい. 加工硬化率が高いほど, また加工硬化率の減少割合が少ないほどネッキング開始条件 ($d\sigma/d\epsilon = \sigma$) が高ひずみ側にずれ, 延性が向上する¹⁸⁾¹⁹⁾. FP 鋼が FC 鋼より延性が優れているのは変形中に多くの γ_R がマルテンサイトに変態する, いわゆる TRIP 効果によると解釈される.

TRIP 効果を有効に発揮させ高い加工硬化率を付与せしめるには変形中に多くの γ_R がマルテンサイトに変態しなければならない¹⁸⁾²⁰⁾²¹⁾. Fig. 9 に変形による γ_R の減少割合を示すが, FP 鋼の方が γ_R の減少割合が大きく γ_R が有効にマルテンサイトに変態することを示している. すなわち, たとえ γ_R 量が同程度であつても FC 鋼の γ_R は機械的安定性¹⁹⁾を示し TRIP 効果の寄与は

Fig. 8. True stress and work hardening rate of the steels during tensile deformation as a function of true strain. The steels were annealed at 1 073 K for 5 min followed by isothermal holding at 713 K for 2 min.

Fig. 9. Effect of tensile strain on the normalized amount of γ_R in the steels annealed at 1 073 K for 15 min followed by isothermal holding at 713 K for 30 s.

FP 鋼に比べて小さいと考えられる。Photo. 3 に FP 鋼における γ_R の例を示す。約 $2\mu\text{m}$ の γ_R がフェライトマトリックス中に存在し、しかも積層欠陥が非常にしばしば観察される。この積層欠陥は変態時に γ_R からマルテンサイトへ変態する核として作用し¹⁸⁾²⁰⁾、変形の比較的初期に変態し高い加工硬化率を維持できるものと考えられる。一方、Photo. 2 に示したように FC 鋼の γ_R は少なくとも二つのタイプがある。一つは $1\mu\text{m}$ 以下の γ_R であり、この種の γ_R はそのサイズが小さいため厳しい変形を受けてもマルテンサイトに変態せず機械的安定性を示す¹⁹⁾。もう一つはベイナイトと隣接する γ_R である。マルテンサイトと隣接する γ_R は固いマルテンサイトの束縛によって、大きな変形を受けてもほとんど変態しないと言われているが²²⁾、ベイナイトの場

a : Bright field image b : Diffraction pattern c : Indexed result
SF : Stacking fault GL : Growth ledge

Photo. 3. Transmission electron micrograph of FP steel annealed at 1 073 K for 5 min followed by isothermal holding at 713 K for 30 s.

合 γ_R はある程度の変形まで安定であると考えられる。以上総合すると少なくとも次の三つのタイプの γ_R が存在する。

- I ベイナイトと隣接する γ_R
- II 積層欠陥を有する $2\mu\text{m}$ 前後の γ_R
- III 機械的安定性を示す $1\mu\text{m}$ 以下の γ_R

本研究では両鋼ともにタイプ I の γ_R が大半を占め、およそその機械的性質はこのタイプ I の γ_R で決定される。そしてタイプ I の γ_R はもちろん TRIP 効果を示し機械的性質を向上させるが、FP 鋼に見られるようにタイプ II の γ_R が混在すると変形の比較的初期でタイプ II γ_R がマルテンサイトに変態し加工硬化率の減少を緩和できる。さらに変形後期では先に変態したマルテンサイト粒のまわりからの転位の増殖が起こり¹⁸⁾、またタイプ I の γ_R もマルテンサイトに変態するようになるので、結果的には高い加工硬化率を維持し延性の著しい向上につながると思われる。FP 鋼におけるタイプ II の γ_R は主に冷延時に碎かれたパーライト領域のセメントタイトから生成し、FC 鋼に比べて低温短時間焼鈍で TRIP 効果を発揮するに適切なサイズの γ_R になると解

Photo. 4. Scanning electron micrographs of (a) FP steel and (b) FC steel annealed at 1073 K for 15 min followed by isothermal holding at 713 K for 30 s. Arrows show small γ_R in sub-micron size.

積される。一方、 $1\mu\text{m}$ 前後のセメンタイトを有する FC 鋼では FP 鋼に比べて高温長時間焼鈍を適用しないとセメンタイトが十分溶解せず多くの γ_R が得られない。そして、このセメンタイトから生成すると考えられるタイプⅢの γ_R は FP 鋼よりも FC 鋼の方が多く (Photo. 4)、このタイプの γ_R は変形時には機械的安定性を示し、延性にはほとんど影響を与えないと考えられる。したがってたとえ γ_R の体積率が同程度であつても FC 鋼は FP 鋼ほどの優れた機械的性質を示さないと考えられる。

以上のことから優れた機械的性質を得るためには γ_R の体積率だけでなく、 γ_R の形態も重要な要因であると結論される。

5. 結 言

0.2% C-1.4% Si-1.0% Mn-0.05% P 鋼を用い、冷延前に種々の温度で熱処理を施しフェライト+パーライト組織 (FP 鋼) およびフェライト+セメンタイト組織 (FC 鋼) をもつ熱延板を得た。冷延後 2 相域焼鈍にひきつづきベイナイト恒温変態処理を行い、 γ_R の形成および機械的性質に及ぼす熱延板組織の影響を検討した。

(1) 一般に FP 鋼は FC 鋼より γ_R が多く生成し引張強度および伸びが高い値を示す。優れた機械的性質を得るには熱延板における炭化物をセメンタイトとして存在させるよりパーライト組織が得られるよう制御することが重要である。

(2) セメンタイトを有する FC 鋼において、より高温あるいは長時間の 2 相域焼鈍を行うと、低温短時間の FP 鋼とほぼ同量の γ_R が得られることから、 γ_R 量はセメンタイトの溶解の難易度によつて決定されと考えられる。なお、多量の γ_R を得るためには、2 相域焼鈍時

の γ 相の体積率として 50% 程度が望ましい。

(3) FP 鋼と FC 鋼の γ_R 体積率がほとんど等しい場合でも FP 鋼の方が機械的性質に優れる。これは FP 鋼と FC 鋼において分布状況の異なるセメンタイトから生成した γ_R のサイズおよび形態の相違によると考えられる。

(4) 変態誘起塑性 (TRIP) 効果に基づく機械的性質の向上には γ_R 体積率の他、変形途中においてマルテンサイト変態の核となる積層欠陥などを有した $2\mu\text{m}$ 前後の γ_R の分散が重要であると考えられる。

文 献

- 1) O. MATSUMURA, Y. SAKUMA and H. TAKECHI: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 27 (1987), p. 570
- 2) 澤井 巖, 内田尚志, 神坂栄治: 鉄と鋼, 71 (1985), S1292
- 3) H. C. CHEN, H. ERA and M. SHIMIZU: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 27 (1987), B-23, Metall. Trans. A (1989), 印刷中
- 4) 陳 煌源, 恵良秀則, 清水峯男: 鉄と鋼, 72 (1986), S1383
- 5) 友清憲治, 恵良秀則, 清水峯男: 鉄と鋼, 73 (1987), S1262
- 6) 佐久間康治, 松村 理, 武智 弘, 坂東誠志郎, 岡本正幸: 鉄と鋼, 72 (1986), S1405
- 7) 内田尚志, 澤井 巖, 神坂栄治: 鉄と鋼, 72 (1986), S1406
- 8) K. W. ANDREW: J. Iron Steel Inst., 203 (1965), p. 721
- 9) R. L. MILLER: Trans. ASM, 57 (1964), p. 892
- 10) R. L. MILLER: Trans. ASM, 61 (1968), p. 592
- 11) W. S. DWEN: Trans. ASM, 46 (1954), p. 812
- 12) W. C. LESLIE and G. C. RAUCH: Metall. Trans. A, 9 (1978), p. 343
- 13) S. K. RAY, S. MISHIRA and O. N. MOHANTY: Scripta Metall., 15 (1981), p. 971
- 14) S. K. RAY, S. MISHIRA and O. N. MOHANTY: Scripta Metall., 16 (1982), p. 43
- 15) 田村今男: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 429
- 16) G. R. SPEICH and A. SZIRMAE: Trans. TMS-AIME, 25 (1969), p. 1063

-
- 17) G. R. SPEICH, V. A. DEMAREST and R. L. MILLER: Metall. Trans. A, 12 (1981), p. 1419
- 18) J. M. RIGSBEE and P. J. VANDER AREND: Formable HSLA and Dual-Phase Steels, ed. by A. T. DARVENPORT, TMS-AIME, Warrendale, PA (1979), p. 56
- 19) B. V. N. RAO and M. S. RASHID: Metallography, 16 (1983), p. 19
- 20) N. V. BANGARU and A. K. SACHDEV: Metall. Trans. A, 13 (1982), p. 1899
- 21) A. K. SACHDEV: Acta Metall. 31 (1983), p. 2037
- 22) J. J. YI, K. J. YU, I. S. KIM and S. J. KIM: Metall. Trans. A, 14 (1983), p. 1497
-