



TRIP現象活用低炭素鋼における残留オーステナイトの生成に及ぼす微視的組織の影響

中垣内 達也*・清水 哲雄*・古君 修*・坂田 敬*

The Effect of Microstructure on the Formation of Retained Austenite in TRIP Assisted Steel

Tatsuya NAKAGAITO, Tetsuo SHIMIZU, Osamu FURUKIMI and Kei SAKATA

Synopsis : The effects of the isothermal austempering conditions were investigated to clarify the mechanism of retained austenite formation in C-Mn-Si steel. The volume fraction of retained austenite increases with increases in the carbon content in the austenite and the volume fraction of austenite during austempering treatment. As the bainite transformation progresses, the carbon content of the austenite increases along with it, while the fraction of austenite that has not been transformed to bainite decreases. As a result, the volume fraction of retained austenite peaks during the austempering treatment. A high austempering temperature and large initial austenite grain size enhance bainite transformation, and the austempering time decreases when the volume fraction of the retained austenite peaks. A small initial austenite grain size leads to increases in the volume fraction of the retained austenite at the same level of the solute carbon content.

Key words: retained austenite; bainite; martensite; phase transformation; TRIP; transformation induced plasticity; grain size.

1. 緒言

最近、自動車の衝突安全性向上への要求の高まりと、自動車から排出されるCO₂による環境問題の観点から、自動車用鋼板の高張力化が急速に進められてきている。

鋼板の強化方法として挙げられる固溶強化、析出強化および加工強化は、いずれも延性の低下を伴う。フェライト(以下 α とする)とマルテンサイトからなるDual-Phase(DP)鋼は延性の低下が少なく強度が増加し、衝撃吸収能にも優れる¹⁾。しかし、現在、DP鋼でも成形困難な難成形部品に高張力鋼板の使用が検討されており、さらに優れた延性を有する自動車用高張力鋼板が求められてきている。

そのような要求を満たす鋼板としてTRIP(Transformation Induced Plasticity)鋼が注目されている。TRIP鋼は残留オーステナイト(以下 γ_R とする)を活用した鋼板である。材料の変形が進行し、くびれが発生し応力集中が起こると、応力集中部において γ_R が応力誘起(あるいはひずみ誘起)によりマルテンサイト変態を起こす。このためくびれ部分が硬化され、くびれの進行を抑制し非常に大きな均一伸びを示す^{2,3)}。

冷延TRIP鋼では冷延・焼鈍後、ベイナイト変態域で等温保持(以下この等温保持をオーステンパー処理とする)を行うことによりオーステナイト(以下 γ とする)の一部がベイナイト変態を起こし、未変態の γ へCを排出し γ 中のC濃度が増加する^{4,7)}。通常、ベイナイトは炭化物を含む場合が多いが、TRIP鋼においてはSiやAlを多量に添加

してベイナイト中の炭化物の生成を抑制するため^{8,9)}、有效地に γ へのCの濃化が行われる。

ベイナイト変態の進行に伴って γ 中の固溶C濃度が増加すると、マルテンサイト変態開始温度(Ms点)が室温以下に低下し、室温でも安定した γ (γ_R)が残る。しかし、ベイナイト変態の進行によって、オーステンパー処理中の γ 量は減少する。したがって、 γ_R 量はベイナイト変態の進行に伴う γ へのCの濃化と、減少するオーステンパー処理中の γ 量とのバランスにより変化する¹⁰⁾。

つまり、ベイナイト変態速度はオーステンパー処理条件により変化し、それに伴い γ_R 量も変化することになる。また、ベイナイト変態速度に及ぼすベイナイト変態前の γ 粒径の影響については諸説があり¹¹⁻¹³⁾詳細は不明確である。

本報告ではTRIP鋼について、焼鈍後、種々の温度でオーステンパー処理を行い、 γ_R の生成挙動に及ぼすオーステンパー処理温度、時間およびオーステンパー処理開始時の γ 粒径(以下初期 γ 粒径とする)の影響について研究した結果について述べる。

2. 実験方法

供試材としてTable 1に示す組成の鋼を用いた。オーステンパー処理後、水冷したときの γ_R 量に及ぼすオーステンパー処理温度と初期 γ 粒径の影響を調べるために、板厚1.4 mmの供試材に通電加熱方式の熱処理炉でFig. 1に示す

平成15年1月31日受付 平成15年4月22日受理 (Received on Jan. 31, 2003; Accepted on Apr. 22, 2003)

* JFEスチール(株)スチール研究所 (Steel Research Laboratory, JFE Steel Corp., 1 Kawasaki-dori Mizushima Kurashiki 712-8511)

熱処理を施した。

熱処理(a)では γ 単相域に加熱後、 $\alpha+\gamma$ 2相域に保持し α を生成させ、その後急冷して種々の温度でオーステンパー処理を施した後、水冷した。ここで、初期 γ 粒径を変化させるために γ 単相域での保持温度を変えた。さらに熱処理(b)は直接2相域に加熱することで熱処理(a)の低温で保持した場合よりさらに微細な組織を得ることを目的とした。Fig. 2に各熱処理においてオーステンパー処理開始直前に水冷したときの光学顕微鏡写真を示す。各熱処理における平均初期 γ 粒径は、(a)の1150°C加熱材で約15 μm , 950°C加熱材で約8 μm , (b)の2相域加熱材では約2 μm であった。すべての条件において α の体積率を約80%と等しくなるように $\alpha-\gamma$ 2相域での保持時間を調節した。 α の体積率はSEM写真を用いて画像解析により求めた。オーステンパー処理は、温度を350~450°C, 時間を0~10.8 ksの範囲で行った。

得られた試料の組織観察を光学顕微鏡と走査型顕微鏡(SEM)を用いて行った。腐食液として光学顕微鏡観察には

Table 1. Chemical composition of steel used. (mass%)

C	Si	Mn	Cr	Al
0.14	1.50	0.99	0.33	0.03

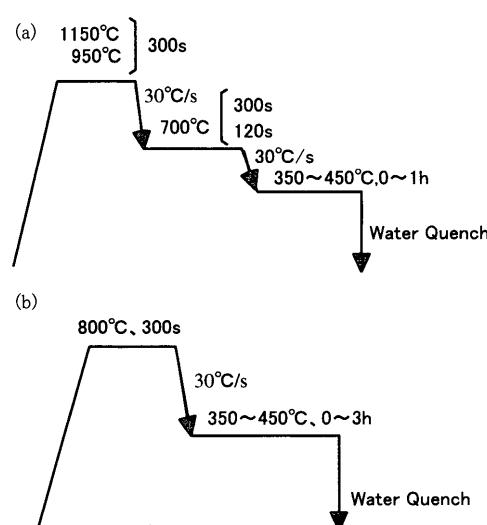


Fig. 1. Heat treatment conditions.

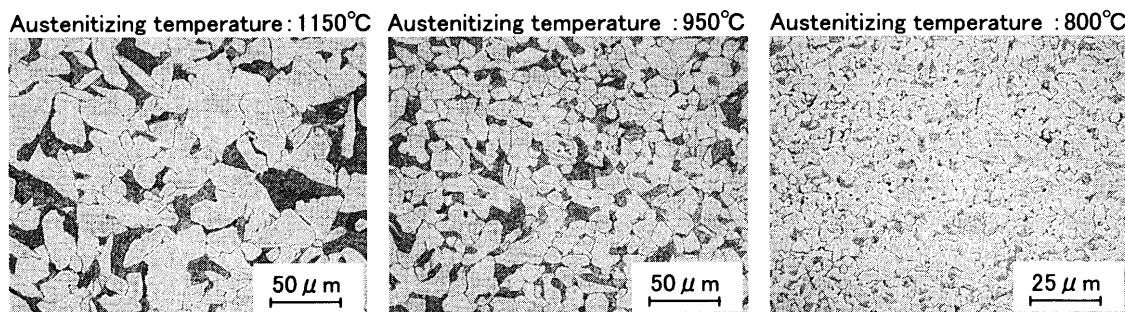


Fig. 2. Optical micrographs of the steel after quenching without austempering treatment.

ナイタル(3%硝酸+エタノール)とピクリン酸溶液(ピクリン酸+Na₂S₂O₈)¹⁴⁾を用い、SEM観察にはナイタルを用いた。ピクリン酸溶液での腐食により光学顕微鏡観察においてマルテンサイトと γ_R がそれ以外の部分と識別できる。

γ_R 量はX線回折法を用い、板厚の1/4位置における回折線積分強度(Mo-K α)より求めた。また、{311} $_{\gamma}$ 面の面間隔から算出される格子定数を用い、Zwellらの式¹⁵⁾に基づいて γ_R 中の固溶C濃度を計算した。このとき、SiとMnは α および第2相中に均一に固溶していると仮定した。

3. 実験結果

3.1 γ_R の生成に及ぼすオーステンパー処理温度および保持時間の影響

ここでは初期 γ 粒径を一定としたときの、 γ_R の生成挙動に及ぼすオーステンパー処理温度の影響を調べた。

供試鋼を950°Cで300s保持後、700°Cで120s保持した後オーステンパー処理を行った。各オーステンパー処理温度における保持時間による γ_R 量の変化をFig. 3に示す。

γ_R 量の変化は保持時間に対して極大を示し、極大を示す保持時間はオーステンパー処理温度が低くなるほど長時間側に移行する。350°C保持では本実験の保持時間の範囲内において明瞭な極大を示していないが、さらに長時間の保持を行うことにより γ_R 量が減少し、その変化は極大を示すと考えられる。

保持時間の増加に伴う γ_R 中の固溶C濃度の変化をFig. 4に示す。 γ_R 中の固溶C濃度の変化も γ_R 量の変化と同様に保持時間に対して極大を示し、極大を示す時間はオーステンパー処理温度が低くなるほど長時間側に移行する。また、 γ_R 中の固溶C濃度の変化の極大値は、オーステンパー処理温度の低下に伴い増加する。オーステンパー処理時の γ 中の固溶C濃度が臨界の値を超えると炭化物の析出が起こり、固溶C濃度が減少することが報告されている^{4,16)}。本実験での長時間保持による γ_R 中の固溶C濃度の減少は、上記の報告と一致する。

Fig. 5に400°Cで0s, 60s, 900s, 1800s, 3600sのオーステンパー処理後、水冷したときの光学顕微鏡写真と第2相の

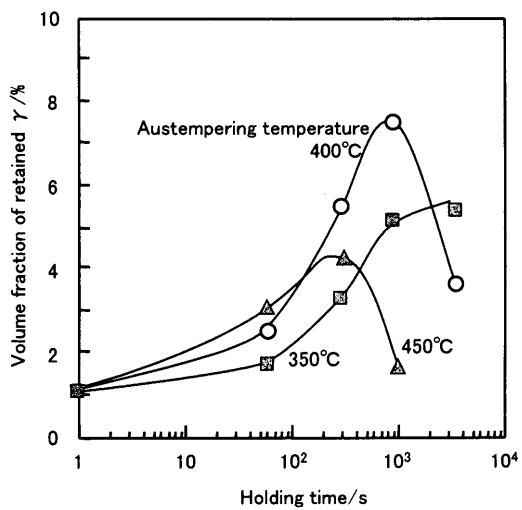


Fig. 3. Change in the volume fraction of retained γ with isothermal austempering. (Initial γ grain diameter: 8 μm)

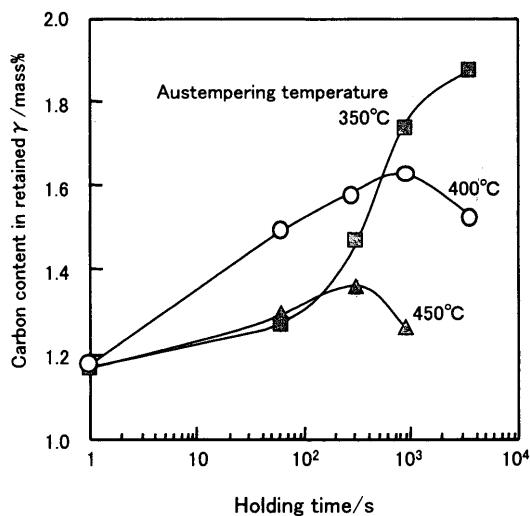
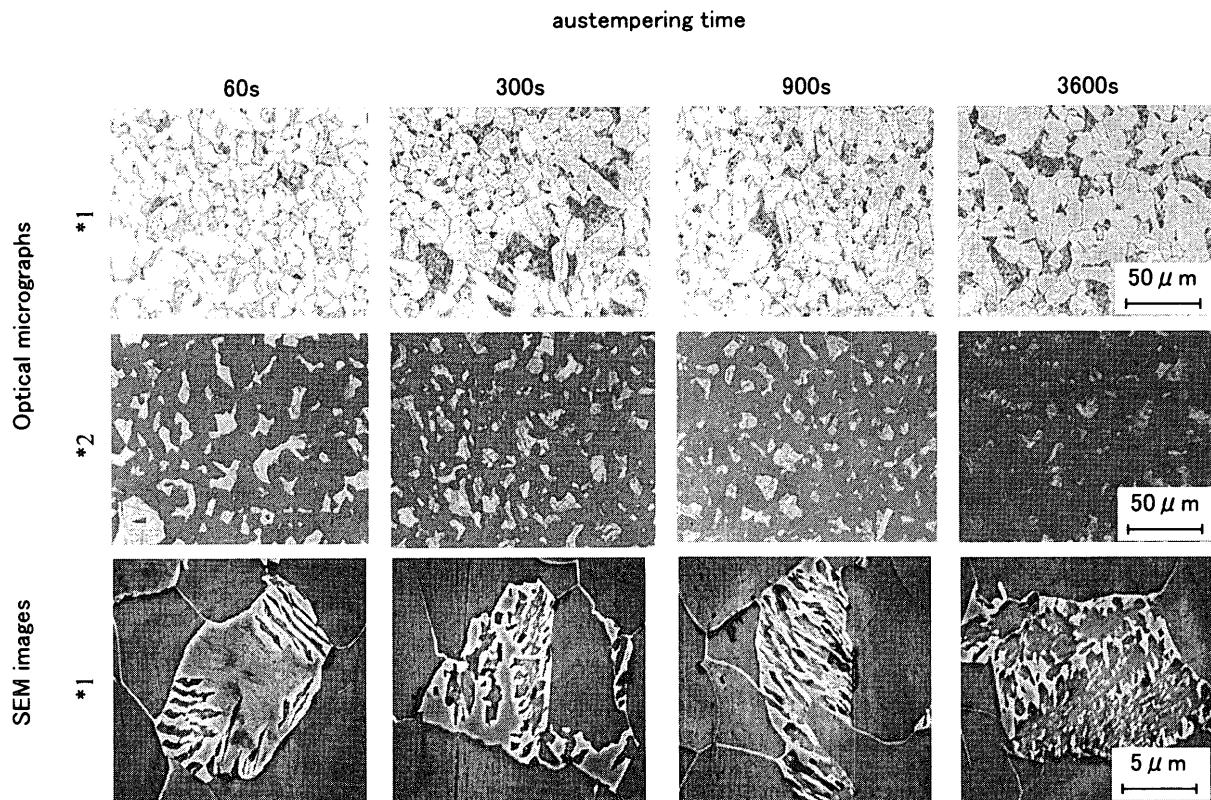


Fig. 4. Change in the carbon content in retained γ with isothermal austempering. (Initial γ grain diameter: 8 μm)



*1 Etched by nital (nitric acid + ethanol).
*2 Etched by Picric acid + $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$.

Fig. 5. Optical micrographs and SEM images at various austempering time at 400°C.

SEM写真を示す。ピクリン酸溶液でエッチングした光学顕微鏡写真の白い部分がマルテンサイトまたは γ_R で、黒い部分は α またはベイナイトである。保持時間の増加に伴いベイナイト変態が進行していることを示している。

前述したように、Siはベイナイト中の炭化物の析出を抑制するため、ベイナイト変態の進行に伴い、未変態の γ 中

にCが濃化する。保持時間に対する γ_R 量の増加は、このようなベイナイト変態の進行による γ へのC濃化により起こると考えられる。そこで、SEM写真を画像解析することにより測定した、各オーステンパー処理温度における保持時間の増加に伴う第2相中のベイナイト面積率の変化をFig. 6に示す。350~450°Cの温度範囲において、オーステ

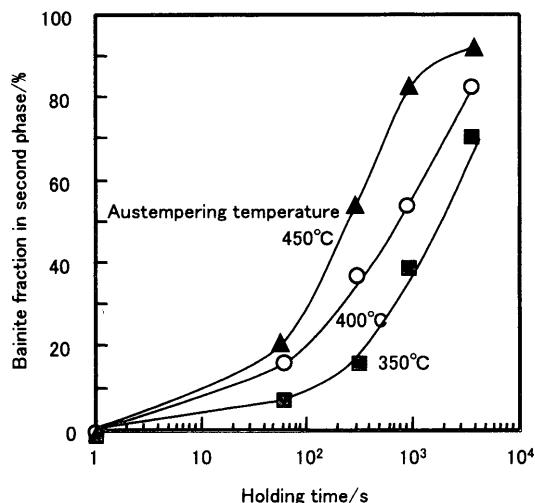


Fig. 6. Isothermal transformation curves of bainite at each temperature. (Initial γ grain diameter: 8 μm)

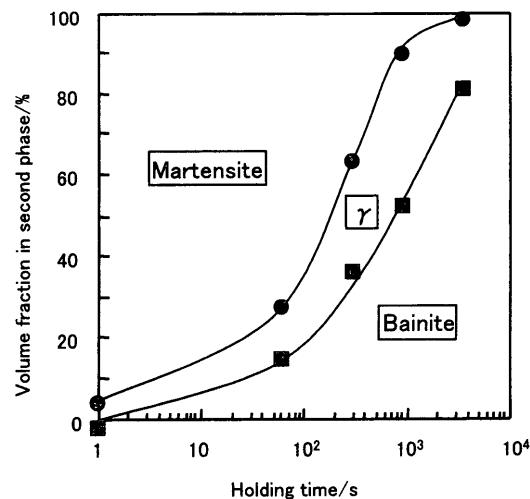


Fig. 7. Changes in the volume fraction of bainite, retained γ and martensite in second phase with isothermal austempering. (Austempering temperature: 400°C, Initial γ grain diameter: 8 μm)

ンパー処理温度が高温になるほど、ベイナイト変態は促進する。

第2相分率が約20%であるから、 γ_R が第2相中にのみ存在すると仮定すると、 γ_R が第2相中に占める比率は鋼全体に占める γ_R の比率の約5倍と算出できる。一例として、400°Cで保持したときの第2相中に占めるベイナイト、 γ_R およびマルテンサイトの比率の保持時間の増加に伴う変化をFig. 7に示す。第2相中のベイナイト以外の部分は、オーステンパー処理時にはすべて γ である。それを室温まで水冷することにより、同じ γ 中でもC濃度の低い部分でマルテンサイト変態が起こり、C濃度が高くMs点が室温以下の部分では γ_R となる⁴⁾。したがって、ベイナイト変態の進行に伴う γ へのC濃化により、冷却前の γ が室温においてマルテンサイト変態せずに γ_R となる割合が増加し、さらに冷却前の γ の平均C濃度がある値以上になるとすべ

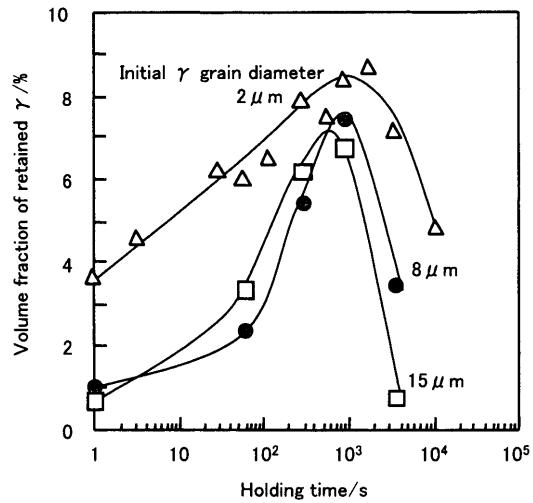


Fig. 8. Effect of initial grain diameter and holding time on the volume fraction of retained γ . (Austempering temperature: 400°C)

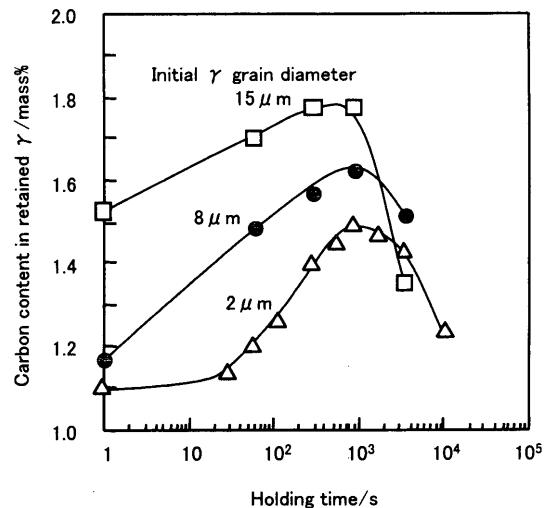


Fig. 9. Effect of initial γ grain diameter and holding time on the carbon content in retained γ . (Austempering temperature: 400°C)

て γ_R となる。しかし一方で、ベイナイト変態が進行すると冷却前の γ の絶対量が減少し、その結果、 γ_R の絶対量も減少する。したがって、 γ_R 量の変化は保持時間に対して極大を示して増減する。

以上のようにオーステンパー処理後、水冷したときの γ_R 量は、ベイナイト変態の進行に伴う γ へのCの濃化と、オーステンパー処理中の未変態の γ 量とのバランスにより決定される。

3・2 γ_R の生成に及ぼす初期 γ 粒径の影響

γ_R の生成挙動に影響を及ぼす因子として、オーステンパー処理温度の他に初期 γ 粒径が考えられる。ここではオーステンパー処理温度を一定としたときの、 γ_R の生成挙動に及ぼす初期 γ 粒径の影響について調べた。オーステンパー処理温度が400°Cのときの各初期 γ 粒径における保持時間の増加に伴う γ_R 量の変化をFig. 8に示す。さらに保

持時間の増加に伴う γ_R 中の固溶C濃度の変化をFig. 9に示す。初期 γ 粒径が小さいほど γ_R 量の変化および γ_R 中の固溶C濃度の変化が極大を示す保持時間が長時間側に移行する。さらに、 γ_R 量の変化の極大値は初期 γ 粒径が小さいほど増加するが、 γ_R 中の固溶C濃度の極大値は逆に減少する。また、初期 γ 粒径2μmでは等温保持時間が短くても多くの γ_R が得られる。

Fig.10に保持時間の増加に伴う第2相中のベイナイト面積率の変化を示す。初期 γ 粒径が小さいほどベイナイト変態は遅延する。いずれの初期 γ 粒径の場合も第2相分率はほぼ20%と等しいので、オーステンパー処理開始前の γ 中のC濃度も等しいと考えられる。また、初期 γ 粒径を変化させるために、オーステンパー処理前の熱処理を変えており、SiやMnなどの合金元素のオーステンパー処理前の γ への濃化度が変わり、その影響が現れることが懸念される。しかし、そのような合金元素の分配が起こる α - γ 2相域におけるMnやSiの拡散距離は α や第2相の粒径に比べて非常に小さい。実際にEPMAでMn, Siの分布の調査を行った結果、 α へのSiの濃化と第2相へのMnの濃化が若干観察されたが、濃化部と非濃化部での濃度の割合は1.1倍以下と小さかった。 γ 中のMn濃度の増加によりベイナイト変態は遅延するが、上記のようなわずかな濃度差では

Fig.10に示すようなベイナイト変態の遅延は説明し難い。したがって、このベイナイト変態の遅延は初期 γ 粒の微細化の影響によるところが大きいと結論できる。

以上のように、初期 γ 粒径が小さくなるほどベイナイト変態が遅延し、その結果、 γ_R 量の変化が極大を示す保持時間が長時間側に移行することが明らかとなった。

4. 考察

4・1 ベイナイト変態速度に及ぼす初期 γ 粒径の影響

ベイナイト変態速度に及ぼす温度の影響については数多く報告されているが¹⁷⁻¹⁹、ベイナイト変態前の γ 粒径の影響についての研究報告は少ない。

梅本ら¹¹⁾は初期 γ 粒径が小さくなるに伴いベイナイト変態は促進すると報告しているが、一方でGrahamら¹²⁾は逆に遅延すると報告している。Bhadeshia¹³⁾はベイナイト変態の駆動力の大きさによりベイナイト変態速度に及ぼすべきベイナイト変態前の γ 粒径の影響が変わるものではないかとしているが、その理由については詳しく述べていない。そこで、以下にベイナイト変態速度に及ぼす初期 γ 粒径の影響について考察する。

ベイナイト変態の駆動力が小さいと、ベイナイト変態の進行は γ 粒界での核生成が支配的となる²⁰⁾。その結果、初期 γ 粒径が小さいほど γ 粒界面積が増加し核生成サイトが増えるので、変態が促進する。逆にベイナイト変態の駆動力が大きいと、核生成は γ 粒界の他に粒内においても起こるようになる²⁰⁾。その結果、初期 γ 粒径による核生成速度の変化は小さくなり、ベイナイト変態速度の差はベイナイトの成長速度の差となって現れる。ベイナイト変態の駆動力の大きさは γ と α の自由エネルギーの差により決まる。本供試鋼においてはベイナイト中の炭化物の析出を抑えるために多量のSiを添加している。Siは α 安定化元素で、Si添加により α の自由エネルギーが低下し²¹⁾、 γ と α の自由エネルギー差は大きくなる。その結果ベイナイト変態の駆動力は大きくなる。したがって、本供試鋼においてはベイナイト変態の駆動力が大きいため、初期 γ 粒径が小さくなることによるベイナイト変態の遅延は、ベイナイトの成長速度の低下により起こると考えられる。そこで初期 γ 粒径

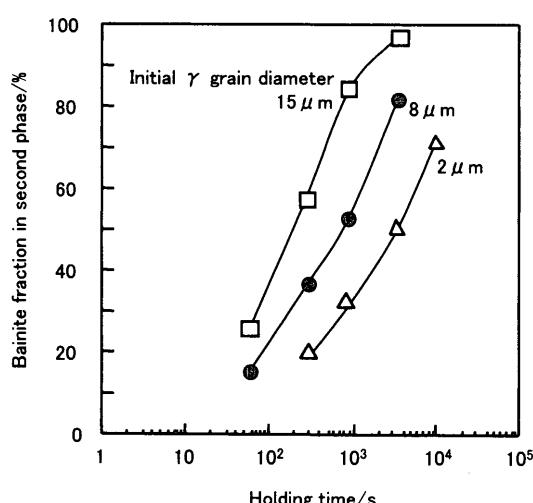


Fig. 10. Effect of initial γ grain diameter on the isothermal transformation curves of bainite at 400°C. (Austempering temperature: 400°C)

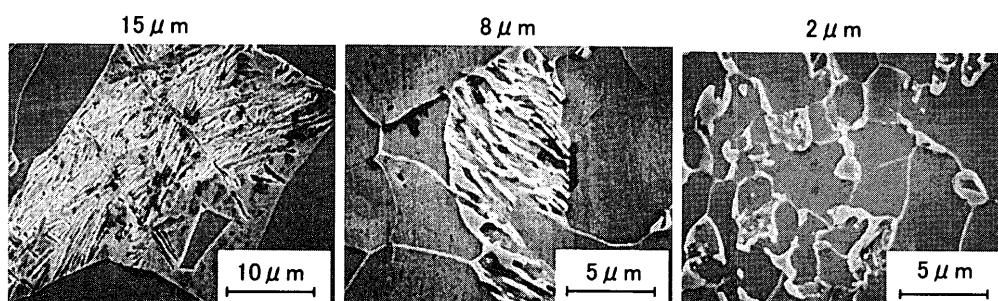


Fig. 11. SEM images of second phase transformed to bainite.

の大きさがベイナイトの成長に及ぼす影響について検討する。

Fig.11に初期 γ 粒径が異なる条件において、ベイナイト変態が進行したときの第2相のSEM写真を示す。初期 γ 粒径15 μm ではラス状のベイナイトが観察され、その成長方向が複数存在する。それに対して、初期 γ 粒径8 μm では、同一第2相粒内において成長方向が1方向のみとなっている。さらに初期 γ 粒径2 μm では、ラスを形成するベイナイトは少なくなり、等方的なベイナイトが多くなる。

ベイナイト変態においては[110] $_{\gamma}$ 方向が優先成長方位である²²⁾。初期 γ 粒径が大きいと、粒界や周りの α 相からの拘束を受けにくく、ベイナイトが優先成長方位に成長できるが、初期 γ 粒径が小さいと、これらの拘束を受けやすくなり、ベイナイトの成長方位が制限されると考えられる。さらに、初期 γ 粒径が2 μm 程度まで小さくなると、ベイナイトはラス状に成長するより、等方的に成長してベイナイト- γ の界面エネルギーを小さくする方がトータルのエネルギーが小さくなる。

以上のように初期 γ 粒径が小さくなるほど、ベイナイトの成長に必要なエネルギーが大きくなり、ベイナイトの成長が抑制される。その結果、本成分鋼では初期 γ 粒径が小さくなるほどベイナイト変態は遅延する。

4・2 γ_R の生成に及ぼす初期 γ 粒径の影響

γ の安定性に対して γ 中の合金元素濃度の他に γ の形状も影響を及ぼすことが報告されている²³⁻²⁵⁾。したがって、初期 γ 粒径はベイナイト変態速度の他に、 γ_R の生成にも影響を及ぼすことが類推できる。

400°Cで保持したときの各初期 γ 粒径における γ_R 中の固溶C濃度と γ_R 量の関係をFig.12に示す。 γ_R 中の固溶C濃度が高いほど γ_R 量は多くなる。そして、 γ_R 中の固溶C濃度が同量の場合、初期 γ 粒径が小さいほど γ_R 量は多くなる。

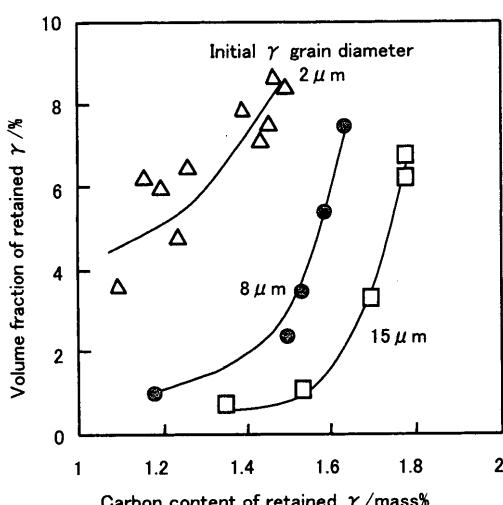


Fig. 12. Effect of the carbon content in retained γ and initial γ grain diameter on the volume fraction of retained γ . (Austempering temperature: 400°C)

これは前述した γ の安定性に及ぼす形状の効果によると考えられる。

γ の安定性に及ぼす形状の効果として、マルテンサイト変態前の γ 粒径が小さいほど、Ms点が低下することが報告されている²³⁻²⁵⁾。西山は、マルテンサイト変態は拡散を伴わない無拡散変態であるが、変態の初期には γ 粒内の積層欠陥などを核生成サイトとして変態が進行するため、 γ 粒径が小さいと核生成サイトが少くなりMs点が低下するとしている。したがって、同じC濃度の γ でも粒径が小さいほどMs点が低下するため、オーステンパー処理後、冷却前の γ が室温においてマルテンサイト変態せずに γ_R となる割合が増加する。

このように、初期 γ 粒径が小さいほど、等温保持時間が短く γ へのCの濃化が少なくても γ_R が多く得られ、さらにベイナイト変態が遅延するため長時間保持によっても γ_R 量の減少が起きにくい。

5. 結言

0.14%C-1.5%Si-0.99%Mn-0.33%Cr-0.03%AlのTRIP鋼のベイナイト変態挙動およびそれに伴う γ_R の生成挙動について調べた。その結果、以下のことが明らかとなった。

(1) オーステンパー処理後、水冷したときの γ_R 量の変化は保持時間に対して極大を示し、オーステンパー処理温度が低くなるほど極大を示す時間は長時間側に移行し、極大値が大きくなる。

(2) 初期 γ 粒径を微細にすることによりベイナイトの成長方位が制限され、その成長速度が低下し、ベイナイト変態が遅延する。

(3) 初期 γ 粒径を微細にすることにより、短時間の等温保持で多くの γ_R が得られ、またベイナイト変態の遅延により長時間保持によっても γ_R 量の減少が起きにくい。

(4) γ_R 中の平均固溶C量が同じとき、初期 γ 粒径が小さいほど γ_R 量は多くなる。

文 献

- 1) K.Miura, S.Takagi, T.Hira and O.Furukimi: *SAE Tech. Pap.*, No. 980952, (1998).
- 2) V.F.Zackay, E.R.Parker, D.Fahr and R.Buch: *Trans. Am. Soc. Met.*, **60** (1967), 252.
- 3) I.Tamura: *Tetsu-to-Hagané*, **56** (1970), 61.
- 4) R.L.Houillier, G.Begin and A.Dube: *Metall. Trans.*, **2** (1971), 2645.
- 5) B.P.J.Sandvik: *Metall. Trans. A*, **13** (1982), 777.
- 6) T.Minote, S.Torizuka, A.Ogawa and M.Niikura: *Tetsu-to-Hagané*, **81** (1995), 50.
- 7) O.Matsumura, Y.Sakuma and H.Takechi: *Tetsu-to-Hagané*, **77** (1991), 92.
- 8) W.C.Leslie著、幸田成康、熊井 浩、野田龍彦訳：レスリー鉄鋼材料学、丸善、東京、(1985), 149.
- 9) K.Tsuzaki, J.Inada, K.Matsumoto and T.Maki: *CAMP-ISIJ*, **1** (1988), 1855.
- 10) I.Sawai and S.Uchida: *Netsu Shori*, **30** (1990), 27.
- 11) M.Umemoto: *Tetsu-to-Hagané*, **66** (1980), 400.

- 12) L.W.Graham and H.J.Axonon: *J. Iron Steel Inst.*, **191** (1959), 361.
- 13) H.K.D.H.Bhadeshia: Bainite in Steels, The Institute of Materials, London, (1992), 173.
- 14) F.S.LePera: *J. Met.*, **32** (1980) Mar., 38.
- 15) R.C.Ruhl and M.Cohen: *Trans. Metall. Soc., AIME*, **245** (1969), 241.
- 16) B.P.J.Sandvik: *Metall. Trans. A*, **13** (1982), 789.
- 17) C.Zener: *Trans. AIME*, **167** (1946), 550.
- 18) T.Minote, S.Torizuka, A.Ogawa and M.Niikura: *Tetsu-to-Hagané*, **81** (1995), 50.
- 19) H.K.D.H.Bhadeshia: Bainite in Steels, The Institute of Materials, London, (1992), 124.
- 20) I.Tamura: *Tetsu-to-Hagané*, **74** (1988), 18.
- 21) T.Nishizawa: *Materia Jpn.*, **12** (1973), 189.
- 22) G.V.Kurdjumov著, 江南和幸訳: 鉄鋼の相変態, 西山善次監修, アグネ技術センター, 東京, (1983), 231.
- 23) 西山善次: マルテンサイト変態基礎編, 丸善, 東京, (1971), 204.
- 24) G.N.Haidemenopoulos, M.Grujicic, G.B.Olson and M.Cohen: *J. Alloys Compounds*, **220** (1995), 142.
- 25) N.Murai and T.Tsumura: *Tetsu-to-Hagané*, **84** (1998), 48.