

残留オーステナイトを含む 複合組織鋼板の変形と変態過程

鄭 鎮煥*・張 栄遠*²

Deformation and Transformation Processes of a Multi-phase Sheet Steel Containing Retained Austenite

Jin Hwan CHUNG and Young Won CHANG

Synopsis: The deformation and transformation processes of an Fe-0.28%C-1.41%Si-1.50%Mn steel subjected to various annealing conditions were investigated using in-situ TEM and SEM straining techniques. The retained austenite (γ_R) was observed in three distinctly different morphological forms, i. e., a film type located between bainite laths, an island type isolated in relatively large ferrite grains, and a granular type located at grain boundaries especially triple junction points. When stress was applied on the steel, the ferrite matrix was found to deform first piling-up dislocations at ferrite- γ_R boundaries. The internal stress fields generated by these piled-up dislocations seem to act as the driving force for the deformation induced transformation of γ_R . As the plastic deformation proceeded, fracture began with void formation at ferrite-second phase interfaces leading into subsequent void growth and coalescence until a final failure. The in-situ TEM observation showed that the transformation of γ_R is accomplished in the two different paths, i. e., $\gamma_R \rightarrow \text{twin} \rightarrow \alpha'$ and $\gamma_R \rightarrow \alpha'$. The orientation change resulting from a $\gamma_R \rightarrow \alpha'$ transformation can be described by the Kurdjumov-Sachs relationship.

Key words: multi-phase steel; annealing; deformation induced transformation; retained austenite; transformation induced plasticity; deformation process.

1. 諸言

近年、高強度鋼板の延性向上を目的として、残留オーステナイト(γ_R)を含む新しいタイプの複合組織鋼板の研究が盛んに行われている^{1)~3)}。この種の鋼板は変形中に鋼中の γ_R の変態誘起塑性(Transformation Induced Plasticity: TRIP)効果⁴⁾により強度~延性バランスが従来の高強度鋼板に比べて著しく優れる特徴がある。この鋼板の機械的性質は γ_R の体積率、分布状態、寸法および安定度などの組織因子に大きく影響されるので、より多くてなおかつ安定度の高い γ_R を鋼中に分布させるような合金設計や熱処理方法の工夫に関する研究が数多くなされてきた^{1)~3)5)~7)}。

γ_R 含有鋼の延性向上機構としては γ_R の加工誘起変態による高い加工硬化率($d\sigma/d\varepsilon$)に起因し、 $d\sigma/d\varepsilon$ の増加がネッキングを抑制して均一伸びを増加させることが認められている。またTRIP効果を有効に発揮させ高い延性を得るためには変形中にマルテンサイトに変態する γ_R の量のみならず変態時期も重要であり、ひずみの増加とともに次第に変態が起こる必要がある。Goelら⁸⁾⁹⁾は γ_R 量の異なる複合組織鋼板

を用いた変形挙動の理論計算で変態時期(主に γ_R の安定度に依存する)が鋼板の延性を大きく支配することを導いた。彼らは鋼中に含まれている γ_R が加工誘起変態を起こす前には母相のフェライトと同様に伸びるという仮定を用いた。杉本ら¹⁰⁾も加工誘起変態に先んじて γ_R の塑性変形が生ずることを報告したが、 γ_R の変形に関する直接的な実験証拠は提示されていない。

一方、加工誘起マルテンサイトの変態過程についてはステンレス鋼や高合金鋼のようなオーステナイト単相組織鋼を対象にした研究が数多くなされてきた^{11)~17)}。複合組織鋼板の変態過程については、dual phase鋼板に少量含まれている γ_R の変態に関するB.V.N.Raoら¹⁸⁾の研究があるだけで、比較的多量の γ_R を含むTRIP型鋼板を対象にした研究は見当たらない。

本研究では、二相域焼鈍と恒温変態処理との組合わせて鋼中の γ_R 量を変化させた試料を用いて、引張変形中の各相の変形挙動と γ_R の変態過程について電子顕微鏡のその場観察により微細組織的検討を行った。

平成4年6月22日受付 平成5年3月5日受理 (Received on June 22, 1992; Accepted on Mar. 5, 1993)

* 産業科学技術研究所 (Research Institute of Industrial Science & Technology, Mt.32 Hyoja-Dong, Pohang City, Kyungbuk, Korea)

* 2 浦項工科大学 (Pohang Institute of Science & Technology)

2. 実験方法

試料は真空溶解法により作製した0.28%C-1.41%Si-1.50%Mn鋼(wt.%)を用いた。Fig. 1 に示すように溶解した試料は熱間鍛造により30mm厚のスラブにした後1250℃で1時間加熱後3パースの熱間圧延で4.0mm厚の板とした。その後70%の冷間圧延を施し810℃にて5 min加熱後種々の温度でベイナイト変態処理を施した。

γ_R の測定はX-線回折装置を用いてMo-K α の特性X-線で行い、 γ_R 量(V_R)は次式より求めた¹⁹⁾²⁰⁾。

$$V_R = 1.4I\gamma / (I\alpha + 1.4I\gamma)$$

ここで $I\gamma$ はオーステナイトの(220) γ および(311) γ 面からの積分反射強度の平均値であり、 $I\alpha$ はフェライトの(211) α 面からの積分反射強度値である。

引張試験はインストロン型引張試験機を用い、室温、ひずみ速度 3.33×10^{-3} /sで行った。

試料の微細組織は走査型電子顕微鏡(SEM)および透過型

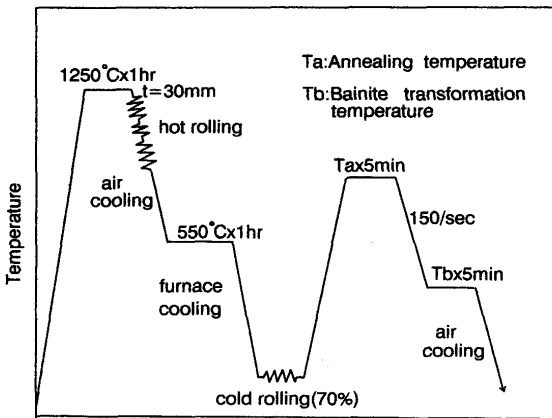


Fig.1. Schematic illustration of specimen preparation.

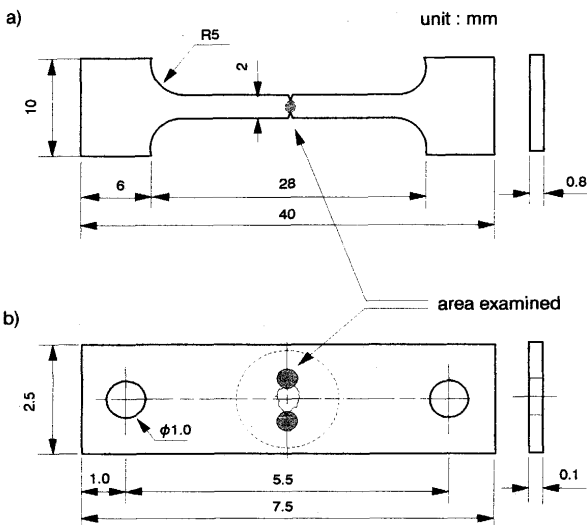


Fig.2. Configurations of (a) in-situ SEM and (b) in-situ TEM straining specimen.

電子顕微鏡(TEM: JEM200CX)により観察し、変形および変態過程は電子顕微鏡のその場観察を行った。Fig. 2 に電顕その場観察用試験片の形状と寸法を示した。SEMその場観察用試験片は表面から1/4厚まで研磨した後ナイタルエッチングで作成し、TEMその場観察用試験片は放電加工によりFig. 2 (b)に示す寸法にした後、機械研磨および電解研磨で作成した。研磨液は酢酸と過塩素酸の体積比が9 : 1の混合液を使用した。

3. 実験結果および考察

3・1 初期組織と機械的性質

鋼板の構成組織を変化させるため、810℃で5min加熱後種々の温度にて5minの恒温変態処理を施した。

Fig. 3 は恒温変態処理温度の異なる試料の断面組織である。写真で黒色はフェライトを、白色は第2相(γ_R , ベイナイトおよびパーライトの単相あるいは混合組織)を表す。変態温度の低いT2鋼では針状の第2相が多く分布しているが、温度の上昇とともに針状組織は少なくなりT5鋼では多量の第2相が層状のパーライトに変態することがわかる。

Table 1 に恒温変態処理温度の異なる試料についてX-線回折法で測定した γ_R 量と引張試験により得た機械的性質を示す。 γ_R 量は変態処理温度によってかなり異なり、鋼板の機械的性質は構成組織の影響を直接に受けている。すなわち二相域焼鈍後に焼入れしたT1鋼は強度が極めて高いのに対し伸びが低く、恒温変態処理温度の高いT5鋼は強度と伸び両方とも低いが、T2～T4鋼は強度～延性バランス(引張強度×延伸率)が相対的に優れている。このような結果は熱処理材の構成組織から十分予想できる。すなわちT1鋼は極少量の γ_R を含むdual phase鋼であり、T5鋼は γ_R が12%と比較的少なくパーライトが多量に含まれている組織となるためである。それに対してT2～T4鋼は γ_R 量が多くて強度

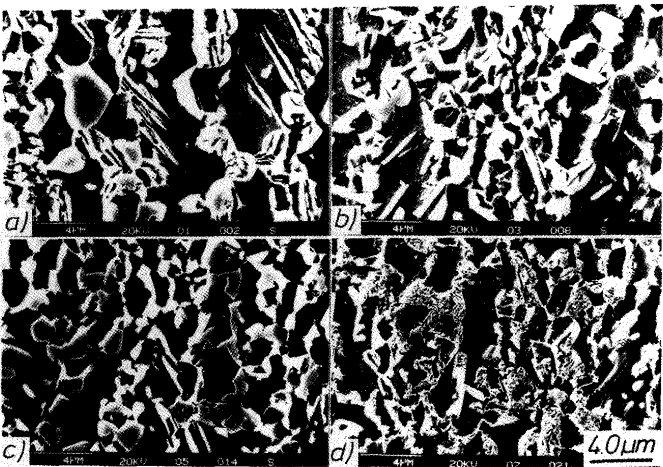


Fig.3. Scanning electron micrographs showing microstructural change with isothermal transformation temperature; (a) T2, (b) T3, (c) T4, and (d) T5.

Table 1. Mechanical properties and microstructures of the specimens.

steel	transformation temperature (°C)	amount of γ_R (%)	yield strength (MPa)	tensile strength (MPa)	total elongation (%)	tensile strength $\times$ elongation (MPa $\cdot$ %)	*micro-structures
T1	W.Q	—	394	1407	9.7	13648	$\alpha + \alpha'$
T2	350	10.9	413	1036	20.5	21238	$\alpha + B + \gamma_R$
T3	400	24.1	505	874	34.6	30240	$\alpha + B + \gamma_R$
T4	450	29.0	458	950	28.3	26885	$\alpha + B + \gamma_R$
T5	500	12.1	462	948	13.1	12419	$\alpha + B + \gamma_R + P$

* α : ferrite, α' : martensite, γ_R : retained anstelite
B: bainite, P: pearlite

～延性バランスも優れているが、 γ_R の量と強度～延性バランスがかならずしも比例するのではない。 γ_R 量の最も多いT4鋼($\gamma_R=29\%$)がT3鋼($\gamma_R=24\%$)よりも強度 $\times$ 延性の値と伸びが低い。このような結果はこの種の鋼板の機械的性質が γ_R の量のみならず分布状態、寸法および安定度等にも依存する⁹⁾ことを示唆している。

3・2 γ_R 含有鋼の変形過程

γ_R を含む複合組織鋼板の変形と破壊過程を調べるため、Fig. 2に示した電顕その場変形試験片を用いて変形途中の組織観察を行った。

実験鋼で観察される代表的な γ_R の形態はFig. 4に示すように三つのタイプに分けることができ、次のような特徴がある。

(1) フィルム状(Film type): ベイナイト又はマルテンサイトのラス間に細長く存在する γ_R

(2) 島状(Island type): 比較的大きいフェライト結晶粒内

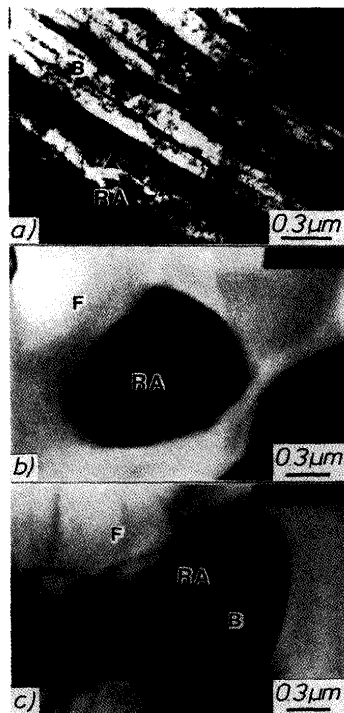


Fig.4. Transmission electron micrographs showing three types of retained austenite; (a) film type, (b) island type, and (c) granular type.

に単独で孤立して存在する1 μ m以下の小さい γ_R

(3) 塊状(Granular type): フェライト結晶粒界、特に三重点に沿って存在する2 μ m前後の γ_R

この三つのタイプについて初期変形過程をTEMその場観察を行った。フィルム状の変形過程はTEMでは観察できなかった。このタイプの γ_R は硬質第2相によって変形が拘束されるため⁷⁾、低ひずみ域では変形し難く、後述するように高ひずみ域で変形することが確認された(Fig. 7)。

Fig. 5は島状の γ_R を含むフェライト結晶粒の初期変形過程を示す。フェライト結晶粒の変形と同時に γ_R 粒の周りに転位のループが形成されているが、 γ_R 粒自身の変形や変態は起こらなかった。寸法の小さいこのタイプの γ_R は焼鈍前にフェライト粒内に存在する炭化物を中心に形成されたオーステナイトが恒温変態処理時に安定化したもので⁶⁾、外力を受けても寸法効果¹⁸⁾²¹⁾のためにマルテンサイトへの変態が起こり難く、鋼中では析出物と同様な役割をすると考えられる。

Fig. 6は塊状の γ_R を含む試料の初期変形過程を示す。変形前の初期状態(Fig. 6(a))の試料ではベイナイト変態時に生じた転位が存在している。それに応力を加えるとフェライト粒がすべり変形を起こしながら γ_R との境界に転位が堆積することがわかる(Fig. 6(b), (c))。

以上のTEMその場変形実験は薄膜試料に限られる制限があり、また薄膜試料の作製時に各相間の厚みの差が生じて薄い相が優先的に変形する可能性もある。そこで本実験ではバルク試料のマクロ的な変形過程を確認するため、SEMその場変形実験を行った。

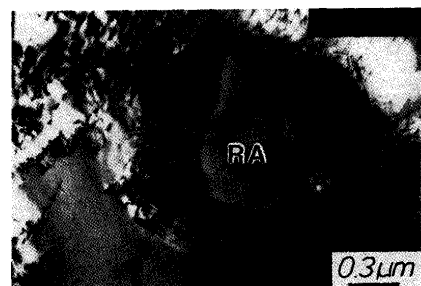


Fig.5. Transmission electron micrograph during in-situ straining of an island type of retained austenite.

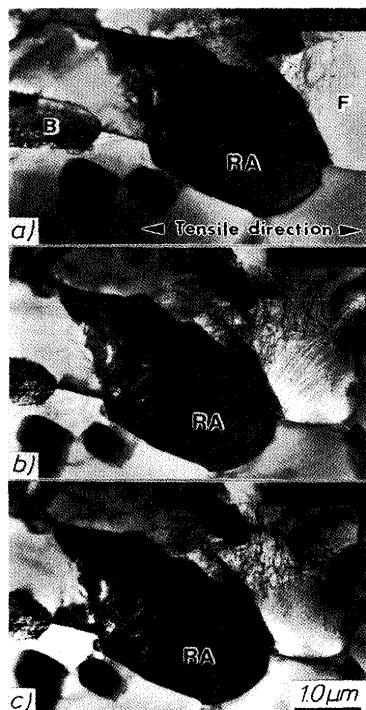


Fig.6. In-situ transmission electron micrographs showing three successive stages of straining for a granular type of retained austenite.

Fig. 7 は T 3 鋼の変形と破壊過程を SEM その場変形実験で観察した一連の写真である。Fig. 7 (a) は変形前の試料状態を示し、Fig. 4 で述べた三つのタイプの γ_R を含んでいる。写真中の A は島状の γ_R を含むフェライト結晶粒を、B はフィルム状の γ_R を、C は塊状の γ_R を表す。変形の初期段階 (Fig. 7 (b)) ではフェライト結晶粒内にすべり線の筋が見られ、フェライト結晶粒 A も 10% 程度伸びているが、 γ_R の変形は認められない。 γ_R の形態別の変化を見ると、A 粒中の島状と C の塊状は破断直前 (Fig. 7 (d)) までほとんど変形しないことがわかる。一方、フィルム状の γ_R (写真中の B) は変形量の増加に伴って引張方向へ向って回転し、変形末期では大きく伸びている。

Fig. 8 は引張試験で破断した試料のネッキング部の断面組織である。フェライトと第 2 相の境界でボイドが見られ、第 2 相は引張方向と平行に配向することがわかる。この結果は Fig. 7 の SEM その場観察結果とよく一致するもので、この種の鋼板の破壊は dual phase 鋼板の破壊挙動²²⁾²³⁾と同様にフェライトと第 2 相との界面から生成したボイドが成長して破断に至ると考えられる。

以上の TEM によるミクロ的観察と SEM によるマクロ的観察結果から、 γ_R を含む複合組織鋼板の変形は次のような過程を経ると考えられる。フェライト、ベイナイトおよび γ_R から構成される試料に引張応力を加えるとまずベイナイト変態時に生じた転位が隣のフェライト粒内で動き始める。続いて変形を進めると γ_R の周りに転位が堆積されることにより内部ひずみエネルギーが生じて変態に必要な駆動力に

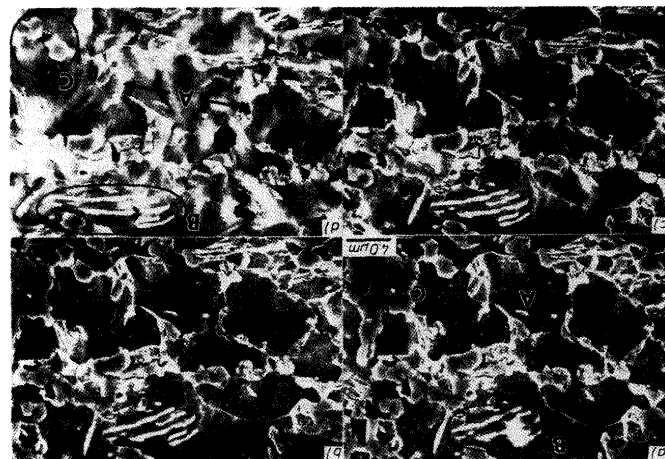


Fig.7. In-situ scanning electron micrographs showing four successive stages of straining. Tensile direction is horizontal to the micrograph.



Fig.8. Scanning electron micrograph showing void formation and preferred particles orientation in necked portion of tensile specimen. Tensile direction is vertical to the micrograph.

なると考えられる。また、この種の鋼板の破壊は第 2 相との界面から核生成したボイドが成長・合体して破断に至ることが明らかである。

3・3 γ_R の変態過程

γ_R を含む複合組織鋼板について、変形に伴う γ_R の変態過程を調べるため、Fig. 2 に示した試験片を用いて TEM その場変形実験を行った。T 3 鋼を用いて三つのタイプの γ_R に対して試みたが、フィルム状と島状の γ_R の変態過程は観察できなかった。これらの γ_R は前述したように低ひずみ域ではほとんど変化しない。また薄膜試料を用いる TEM その場変形では高ひずみ域までの実験が非常に困難である。

本実験では塊状の γ_R について常温で引張しながら変態過程を調べた結果、下記の二つの変態経路があることを見出した。

一つの経路は γ_R の双晶変形を経てマルテンサイトに変態する場合で、変形前後の組織を Fig. 9 (a) と (b) に示す。変形に伴う変態は瞬間的に起こるので連続写真を撮るのは非常に困難であるが、電顕その場観察結果によるとベイナイトと接しているフェライトから転位が動き出してそのフェライト粒の変形と同時に γ_R 粒との境界で堆積する。 γ_R 粒の周りに堆積した転位は γ_R の双晶変形に必要な駆動力として

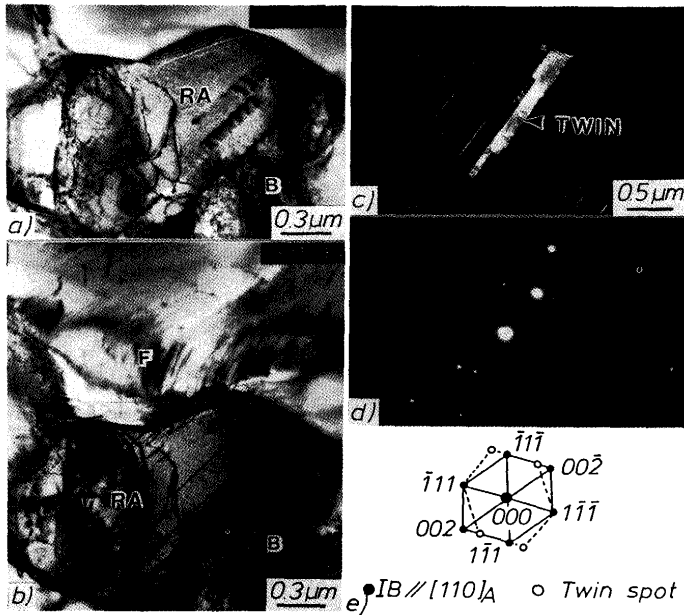


Fig.9. In-situ transmission electron micrographs showing strain induced γ -twin; bright field images of (a) before and (b) after straining, (c) dark field image obtained from twin spot, (d) selected area diffraction pattern, and (e) indexed result of (d).

作用して γ_R 粒内の欠陥部位 (Fig. 9 (a) のヘリカル転位) から双晶変形が起こる。Fig. 9 (c) の中の針状組織は ϵ -マルテンサイトと非常に類似しているが、回折パターンから双晶であることが確認された。また変形量の異なる他の試料を用いたX-線回折実験でも ϵ -マルテンサイトは検出されなかった。このような双晶は変形量を増加させるより細い双晶の発生と他の欠陥や双晶同士との交差部からマルテンサイトが生成する¹¹⁾と思われる。

もう一つの変態経路は γ_R から直ちにマルテンサイトへ変態するもので、変態前後の組織をFig.10に示す。この場合にも前と同様にまずフェライト領域から変形が起こりはじめて隣接する γ_R 粒との境界に転位が堆積する。 γ_R 粒の周りに堆積した転位のエネルギーがある臨界値を超えると γ_R 粒はマルテンサイトに変態し得るが、この場合も γ_R 粒内に存在する積層欠陥が変態開始場所となる。

以上の結果から γ_R のマルテンサイト変態は $\gamma_R \rightarrow \text{twin} \rightarrow \alpha'$ と $\gamma_R \rightarrow \alpha'$ の二つの経路があることを見出した。しかし、どんな γ_R がどの経路で変態するのかについては今後詳細な検討が必要であらうが、数回の観察を行った本実験の範囲では次のように考えられる。塊状の γ_R はその内部に積層欠陥を含むものと含まないものがある。積層欠陥を含む γ_R はその積層欠陥がマルテンサイトの核となって $\gamma_R \rightarrow \alpha'$ の経路で変態するが (Fig.10), 積層欠陥を含まない γ_R は変形中に γ -twinを介して変態する (Fig. 9) と考えられる¹¹⁾。これらは γ のマルテンサイト変態が剪断変形組織 (γ -twin, ϵ 晶およびすべりによる部分転位群) の交差部で核生成するという従来

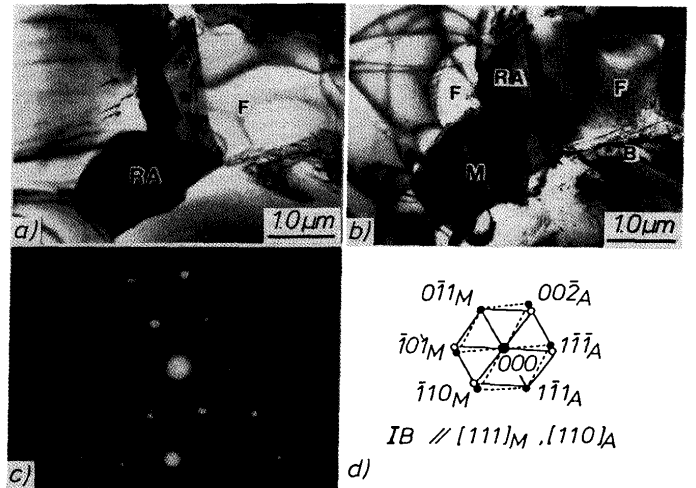


Fig.10. In-situ transmission electron micrographs showing strain induced martensitic transformation; bright field images of (a) before and (b) after straining, (c) selected area diffraction pattern, and (d) indexed result of (c).

のオーステナイト鋼での実験結果^{24)~28)}と一致する。Fig.10 (b) は γ_R の一部のみがマルテンサイトへ変態したもので、変態前後の結晶方位関係を確認することができる。Fig.10 (c), (d) から γ_R と α' -マルテンサイトとの結晶方位は $(1\bar{1}1)\gamma // (01\bar{1})\alpha'$, $[110]\gamma // [111]\alpha'$ のKurdjumov-Sachsの関係を満たしていることが確認された。

4. 結言

0.28%C-1.41%Si-1.50%Mn鋼を用い、二相域焼鈍後に種々の温度にて恒温変態処理を施して鋼中の γ_R 量と形態を変化させた。引張試験と電顕内その場変形実験を行い、 γ_R を含む複合組織鋼板の変形と変態過程を調べて以下の結果を得た。

(1) γ_R 量が多いほど鋼板の伸びは増加し、強度-延性バランスも優れる傾向であるが、同量の γ_R を含む場合でもその形態によって延性向上に寄与する度合が異なる。

(2) γ_R の存在形態は三つのタイプに分類でき、フェライト粒内に孤立している $1\mu\text{m}$ 以下の島状と硬質相の間に拘束されているフィルム状は変形と変態を起こし難い反面、フェライト粒界で形成されてベイナイトに接している $2\mu\text{m}$ 前後の塊状は周りのフェライト粒の変形に伴って次第に変態するものと考えられる。

(3) TRIP型複合組織鋼板の変形過程は軟質のフェライト粒の塑性変形、 γ_R の変形双晶又はマルテンサイト変態、硬質相の一部の変形の順に起こり、この鋼板の破壊は第2相との界面から核生成したボイドが成長・合体して破断に至る。

(4) γ_R のマルテンサイト変態は $\gamma_R \rightarrow \text{twin} \rightarrow \alpha'$ と $\gamma_R \rightarrow \alpha'$ の二つの経路があり、 γ_R の内部に存在する積層欠陥の有無に

よって変態経路が決まるものと考えられる。

(5) γ_R と加工誘起マルテンサイトとの結晶方位はKurdjumov-Sachsの方位関係を満たす。

文 献

- 1) O.Matsumura, Y.Sakuma and H.Takechi : Trans. Iron Steel Inst. Jpn., **27**(1987), p.570
- 2) I.Tsukatani, T.Kamei, S.Hashimoto and K.Hosomi : Microalloyed HSLA Steels, (1988), p.541 [ASM International, Chicago, Illinois]
- 3) Y.Sakuma, O.Matsumura and H.Takechi : Metall. Trans. A, **22**(1991), p.489
- 4) V.F.Zackay, E.R.Parker, D.Fahr and R.Bush : Trans. ASM, **60**(1967), p.252
- 5) 松村 理, 佐久間康治, 武智 弘 : 鉄と鋼, **77**(1991), p.1304
- 6) 陳 煌泉, 友清憲治, 恵良秀則, 清水峯男 : 鉄と鋼, **75**(1989), p.626
- 7) 杉本公一, 翠 正宏, 小林光征, 白沢秀則 : 鉄と鋼, **76**(1990), p.1356
- 8) N.C.Goel, S.Sangal and K.Tangri : Metall. Trans. A, **16**(1985), p.2013
- 9) S.Sangal, N.C.Goel and K.Tangri : Metall. Trans. A, **16**(1985), p.2023
- 10) 杉本公一, 小林光征, 白井 登, 安木真一, 松島英浩 : 材料とプロセス, **3**(1990), p.2012
- 11) 片山哲也, 藤田広志 : 日本金属学会誌, **52**(1988), p.8
- 12) 片山哲也, 藤田広志 : 日本金属学会誌, **52**(1988), p.935
- 13) T. Suzuki, H. Kojima, K. Suzuki, T. Hashimoto and M. Ichimura : Acta Metall., **25**(1977), p.1151
- 14) K.Shimizu and Y.Tanaka : Trans. Jpn. Inst. Met., **19**(1978), p.685
- 15) A.Sato, H.Kasuga and T.Mori : Acta Metall., **28**(1980), p.1223
- 16) L.Remy : Acta Metall., **26**(1978), p.443
- 17) L.Remy and A.Pineau : Mater. Sci. Eng., **28**(1980), p.99
- 18) B.V.N.Rao and M.S.Rashid : Metallography, **13**(1983), p.19
- 19) R.L.Miller : Trans. ASM, **57**(1964), p.892
- 20) R.L.Miller : Trans. ASM, **61**(1968), p.592
- 21) J.M.Rigsbee and P.J.Vander Arend : Formable HSLA and Dual Phase Steel, ed. by A.T.Davenport, (1979), p.56 [TMS-AIME, New York]
- 22) A.F.Szewczyk and J.Gurland : Metall. Trans. A, **13A**(1982), p.1821
- 23) N.J.Kim and G.Thomas : Metall. Trans. A, **12A**(1981), p.483
- 24) J.A.Venables : Phil. Mag., **7**(1962), p.35
- 25) R.Lagneborg : Acta Metall., **12**(1964), p.823
- 26) P.L.Mangonon, Jr. and G.Thomas : Metall. Trans. A, **1**(1970), p.1577
- 27) F.Lecroisey and A.Pineau : Metall. Trans. A, **3**(1972), p.387
- 28) G.B.Olson and M.Cohen : Metall. Trans. A, **6**(1975), p.791