



極低炭素鋼の $\alpha+\gamma$ 2相域および γ 単相域焼鈍

吉永 直樹*・潮田 浩作**・伊丹 淳*・秋末 治*

$\alpha+\gamma$ and γ Phases Annealing in Ultra Low-carbon Sheet Steels

Naoki YOSHINAGA, Kohsaku USHIOKA, Atsushi ITAMI and Osamu AKISUE

Synopsis : $\alpha+\gamma$ and γ phases annealing in Ti and Nb-added ultra low-carbon sheet steels with and without Mn, P, and/or Cr has been investigated.

In high-strength steels with Mn, P and/or Cr, BH increases as the annealing temperature increases, whereas YP-EI after aging at 100°C for one hour clearly decreases. It is speculated that the coexistence of BH and nonaging properties stems from the high dense dislocation introduced into ferrite matrix by $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation. In contrast, YP-EI in mild steel without Mn, P, and/or Cr increases as BH increases because dislocation density is not high enough to provide nonaging property.

In mild steel, r-value distinctly decreases and texture is randomized by γ phase annealing, while r-value increases and {111} component develops by intercritical annealing. On the contrary, in high-strength steel, recrystallization texture developed in α phase is assumed to be inherited even after $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ transformation takes place. Apparently, variant is distinctly selected when at least γ transforms into α in high-strength sheet steels. The variant selection in $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation is speculated to be caused by residual stress introduced by $\alpha \rightarrow \gamma$ transformation.

Key words : ultra low-carbon steel; cold rolled steel sheet; dual-phase annealing; austenite phase annealing; bake-hardenability; transformation texture; aging property; manganese addition.

1. 緒言

地球環境問題に対する関心が高まる中、自動車用鋼板の板厚低減が急務となっている。これを実現するためには鋼板の高強度化が必須であるが、通常の強化方法では高強度化と同時に降伏強度も高くなってしまうため、プレス成形時の形状凍結性が劣化したり、面歪が発生することが多い。これに対して塗装焼付性能(BH)を有する鋼板は、加工前には比較的低い降伏強度を持ち、加工後の塗装焼付工程で降伏強度が30~50MPa程度増加する。したがって、BH性を活用することによって、たとえば耐面歪性と耐デント性を兼ね備えたパネル用鋼板が得られる可能性がある。ところが、BH量が大きくなるとストレッチャ・ストレインが発生してしまうため、BH量にはおのずと限界があった。一方、低炭素鋼をベースとした複合組織鋼(DP鋼)は、固溶炭素(C)量が多いにも関わらず降伏点伸びを発生しないこと¹⁾また、高BH性と非時効性を兼備すること²⁾が知られている。しかしながら、DP鋼においては、深絞り性が著しく低いという問題がある。一方、低炭素あるいは極低炭素冷延鋼板を $\alpha+\gamma$ 2相域で焼鈍すると、熱処理条件によっては、r値が α 単相域で焼鈍したときよりも向上することが報告されている^{3)~6)}。

しかしながら、鋼の変態集合組織については、いくつかの解説もなされている⁷⁾⁸⁾が、なおその形成機構については不明な点も多い。

そこで、本研究においては、極低炭素冷延鋼板を素材として、 $\alpha+\gamma$ 2相域さらには γ 単相域焼鈍した場合のBH性と常温非時効特性との関係ならびに集合組織の形成について検討を行い、これらに関する考察を加えた。

2. 実験方法

真空溶解によりTable 1に示す化学成分を有する鋼(50kg鋼塊)を溶製した。NTはNb, Ti添加の極低炭素鋼で、これをベースにMnとPを添加したのがMP、さらにCrを添加したのがMPCである。これをTable 2に示す条件で熱間圧延(SRT:スラブ加熱温度, FT:仕上げ温度), 卷取り相当処理(CT), 冷間圧延(CR), 焼鈍(Fig. 1)および調質圧延を施した。

引張試験はJIS13号B試験片を用いて行った。BH量は、2%引張变形時の応力とこれを170°Cで20min熱処理後に再引張したときの下部降伏応力との差で評価した。また、常温非時効性は、100°Cにて1h熱処理後の降伏点伸び(YP-EI)

平成5年5月17日受付 平成5年9月10日受理 (Received on May 17, 1993; Accepted on Sep. 10, 1993)

* 新日本製鉄(株)鉄鋼研究所 (Steel Research Laboratories, Nippon Steel Corp., 20-1 Shintomi Futtsu 299-12)

** 新日本製鉄(株)鉄鋼研究所 (現:君津技術研究部) (Steel Research Laboratories, now Kimitsu R&D Lab., Nippon Steel Corp.)

* 3 新日本製鉄(株)君津技術研究部 (Kimitsu R&D Lab., Nippon Steel Corp.)

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

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Al	Ti	Nb	N
NT	0.0021	0.04	0.10	0.007	0.0002	—	0.040	0.009	0.010	0.0013
MP	0.0022	0.03	1.54	0.062	0.0062	—	0.040	0.011	0.008	0.0013
MPC	0.0032	0.03	1.54	0.063	0.0061	1.06	0.034	0.011	0.008	0.0014

Table 2. Experimental procedures.

Steels	SRT	FT	Thickness	CT	C.R.	Annealing	Temper Rolling
NT	1100°C, 1hr	922°C	4mm	730°C, 1hr	80%	800~960°C	0.5%
MP	1100°C, 1hr	903°C	4mm	730°C, 1hr	80%	830~930°C	0.5%
MPC	1100°C, 1hr	928°C	4mm	730°C, 1hr	80%	830~930°C	0.5%

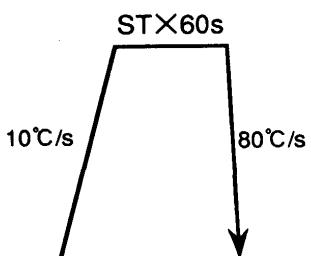


Fig. 1. Schematic illustrations of annealing process.

によって評価した。r値は15%歪により評価した。なお \bar{r} の算出は次式に従った。

$$\bar{r} = \frac{r_0 + r_{90} + 2r_{45}}{4}$$

また、各試料の変態挙動を調査するため、上記の冷間圧延板を加熱時の膨張量の測定に供した。

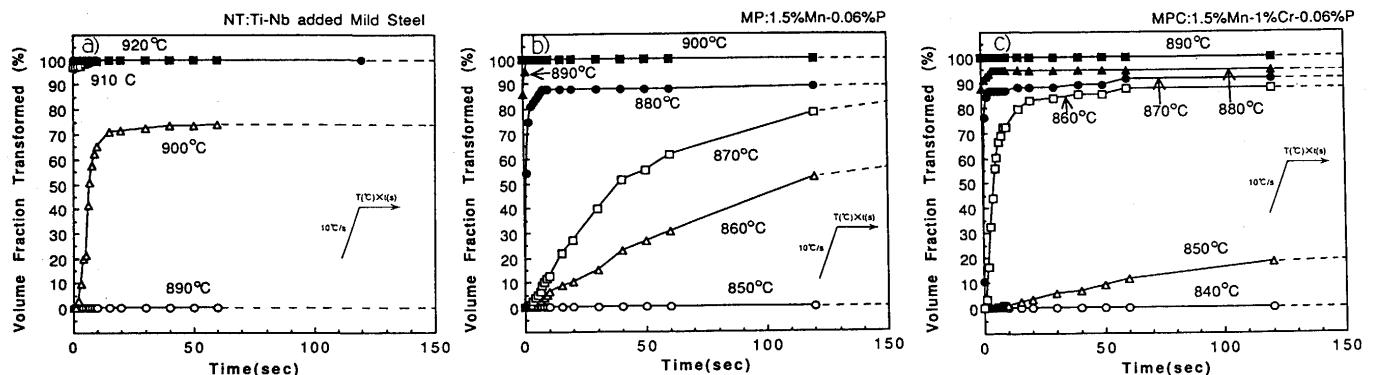
透過型電子顕微鏡による薄膜の観察には、加速電圧400kVのJEM4000FXを用いた。なお、各試料における転位密度の比較は、<111>/NDの結晶粒で、かつ厚さがほぼ一定と考えられる場所を観察することにより行った。

集合組織は、板厚1/4面について反射法により測定した。

3. 実験結果

3.1 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態挙動

Fig. 2 に、各試料を種々の温度まで10°C/sで加熱し、保持

Fig. 2. Influences of heating temperature and time on volume fraction of γ .
a) NT b) MP c) MPC

した時の保持時間と γ への変態率との関係を示す。ここで時間0において変態率が0でない場合があるのは、昇温中に既に変態が開始しているためである。同図より明らかのように、NT鋼では、 $\alpha + \gamma$ 2相温度域が狭く、変態が比較的短時間で完了する。NT鋼において $\alpha + \gamma$ 2相域が存在するのは、TiCやNbCの再溶解によって固溶するCによるものと考えられる。NT鋼にMnおよびPさらにはCrを添加したMP鋼、MPC鋼においては、変態点が低下し2相域が拡大する。さらに、変態完了までに比較的長い時間を要していることが分かる。

3.2 光学顕微鏡組織

NT鋼とMPC鋼を α 、 $\alpha + \gamma$ 、 γ の各温度域で焼鈍した際の光学顕微鏡組織をFig. 3に示す。NT鋼においては、 $\alpha + \gamma$ 2相域あるいは γ 単相域で焼鈍することにより結晶粒径が著しく粗大化する。一方、MPC鋼においては、 $\alpha + \gamma$ 2相域での焼鈍によってペイニティックな組織を呈し、 γ 単相域での焼鈍によってこの傾向がいっそう顕著となる。

3.3 BH特性と人工時効後の降伏点伸びとの関係

各材料におけるBHとYP-EIに及ぼす焼鈍温度の影響をFig. 4に示す。各プロットに付記した数字は、Fig. 2より決定した焼鈍時の γ の体積分率(%)である。

これより明らかなように、NT鋼においては、焼鈍温度の上昇とともにBH量が増加するが、同時にYP-EIも増大

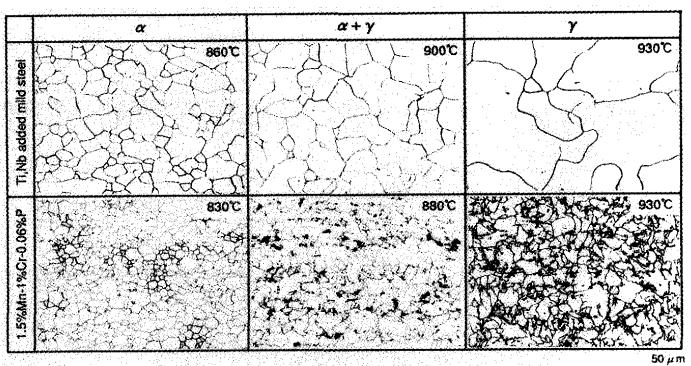


Fig. 3. Changes in optical microstructure with annealing temperature in steels NT and MPC.

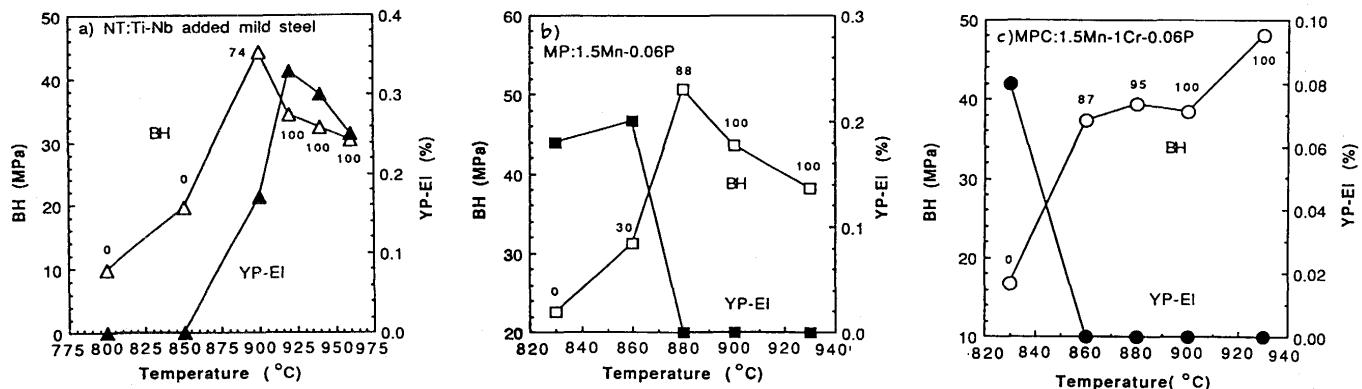


Fig. 4. Influence of annealing temperature on BH and YP-EI.
Numbers on marks are volume fraction of γ during annealing
a)NT b)MP c)MPC

する。MP, MPC鋼においても、焼純温度の上昇にともなってBH量が増加する。これに対して、YP-EIは、 γ の体積分率の増加にともなって顕著に低下する。すなわち、 γ の体積分率が80%以上となると、BHが50MPa程度になってもYP-EIが全く発生しない。

3・4 r 値および変態集合組織

各材料における r 値に及ぼす焼純温度の影響をFig. 5に示す。NT鋼においては、900°Cまでは焼純温度の増加にともなって r 値が増加し、最高で2.8のレベルまで達するが、 γ 単相域で焼純すると急激に劣化し、1.2程度となる。これに対して、MP, MPC材においては、 γ の体積分率の増加に伴って r 値が低下するものの、その低下量は小さく、たとえ γ 単相域で焼純しても極端に r 値が低下することはない。さらに、各温度域で焼純した場合の{100}不完全反射極点図をFig. 6

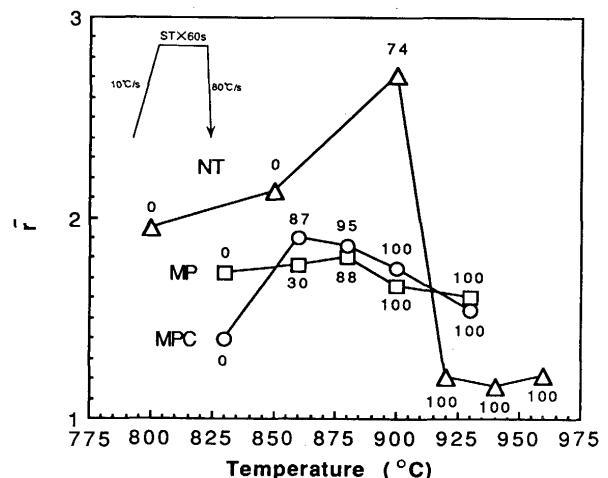


Fig. 5. Influence of annealing temperature on r -value.
Numbers on marks are volume fraction of γ during annealing

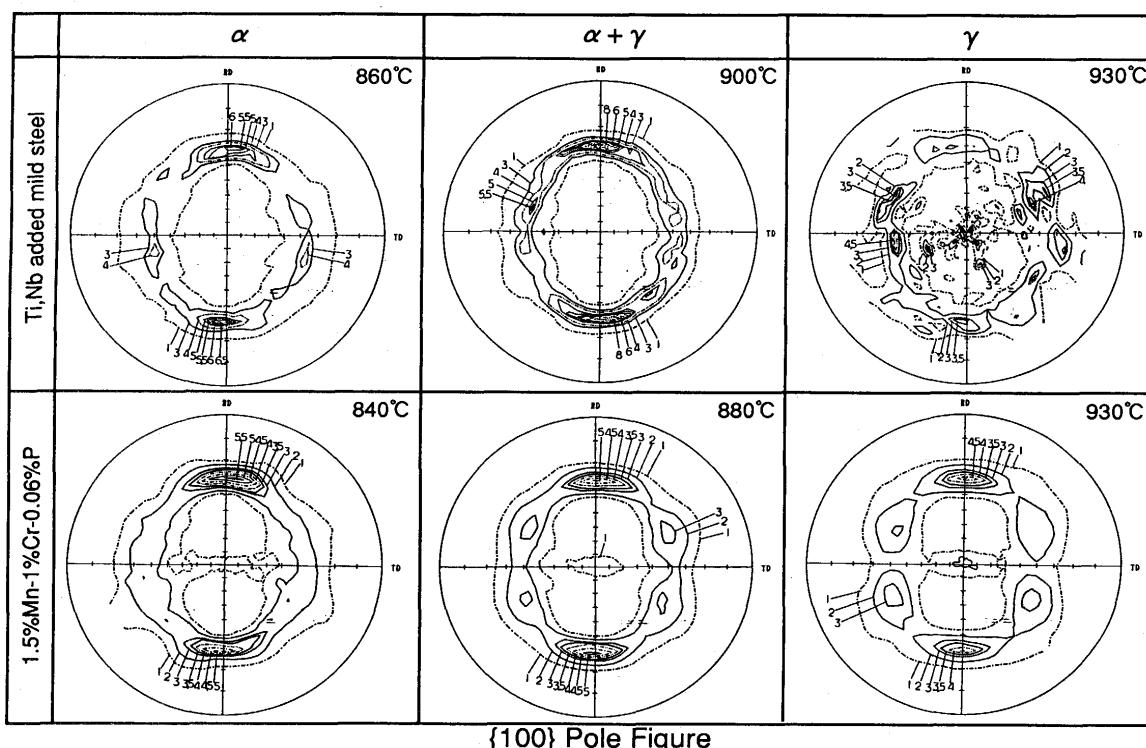


Fig. 6. Changes in {100} pole figures of steels NT and MPC with annealing temperature.

に示す。同図よりNT鋼においては、 α 単相域で焼純すると $<111>/\text{ND}$ 方位に強い集積を呈し、 $\alpha + \gamma$ 2相域での焼純により、 $<111>/\text{ND}$ がさらに発達するのに対し、 γ 単相域で焼純するとランダム化することがわかる。これに対して、MPC鋼においては、たとえ γ 単相域で焼純しても、 $<111>/\text{ND}$ に強い集積があり、 α 域で発達する再結晶集合組織に極めて類似している。この結果は、 r 値の測定結果を支持するものである。

なお、集合組織については、MPC鋼のもので代表させたが、Crを含有しないMP鋼でもほぼ同様であった。

4. 考察

4・1 BH性と非時効性との両立

焼純温度の増加に伴うBH量の増加は、巻取り処理中に析出したTiCおよびNbCの再溶解による固溶Cの増加に起因するものと考えられる。そして、 $\alpha + \gamma$ 2相域あるいは γ 単相域で焼純した場合には、 γ 相中でのTiCおよびNbCの溶解度積が α 相中のそれよりも大きいため、TiCやNbCの再溶解が促進されたものと考えられる。

MP鋼を γ 単相域で焼純した際の透過電顕組織をFig. 7に示す。MP鋼を γ 単相域で焼純した場合には、非常に多くの転位が認められる。 $\alpha + \gamma$ 2相域で焼純した場合には、Fig. 7から類推して少なくとも変態粒においては多くの転位が存在するものと思われる。これに対してMP鋼を α 単相域で焼純した場合には、粒内には転位がほとんど認められなかった。また、NT鋼を γ 単相域で焼純したときの組織をFig. 8に示す。これから明らかのように、粒内に転位が観察されるものの、その量はMP鋼を γ 域で焼純した場合よりもかなり少ないとわかる。

以上の γ 単相域で焼純した際のNT鋼とMP鋼との転位密度の相違は、Fig. 9に示すDilatationと温度との関係から以

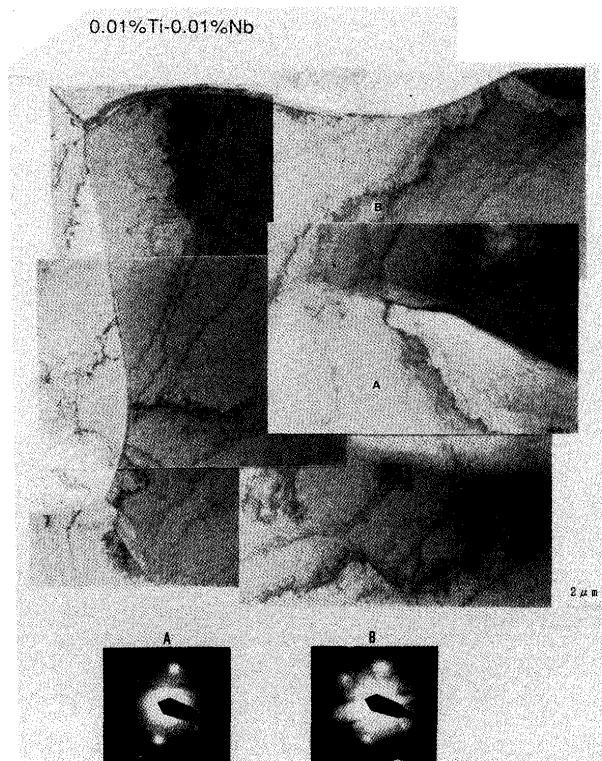


Fig. 8. Transmission electron microstructure of steel NT annealed at 940°C (γ) for 60sec.

下のように説明される。すなわち、MnやCrを含有する鋼におけるAr変態点は、軟質鋼に比較して著しく低いため、変態に伴う膨張量が軟質鋼よりも大きく、しかも転位が回復しにくいので、転位密度が高くなつたものと考えられる。

上記の観察結果からMPおよびMPC鋼を $\alpha + \gamma$ または γ 域で焼純した際にBH性と非時効性とが両立するのは、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態によって導入された高密度の転位に起因するものと推測される。すなわち、BH処理によって、粒内の固溶Cが転位を固着して不動転位の密度が増加することにより、BH量

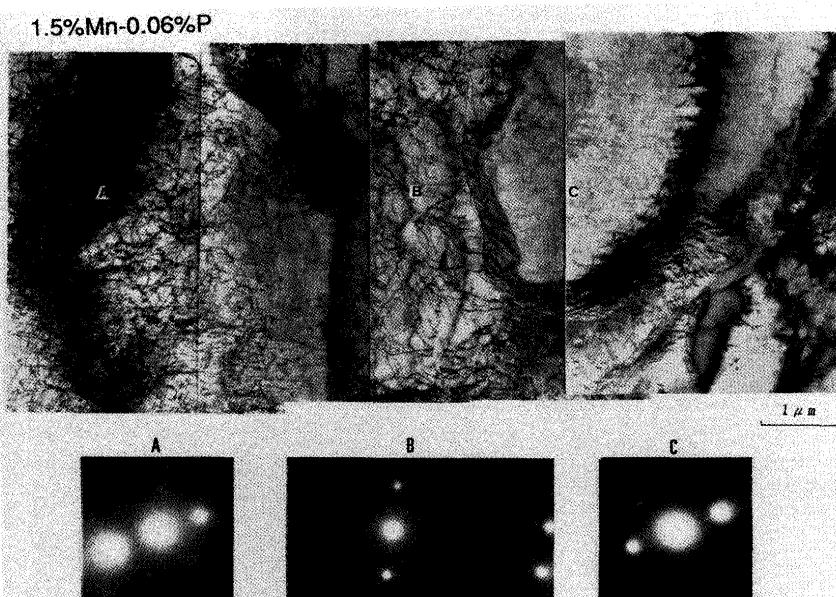


Fig. 7. Transmission electron microstructure of steel MP annealed at 930°C (γ) for 60sec.

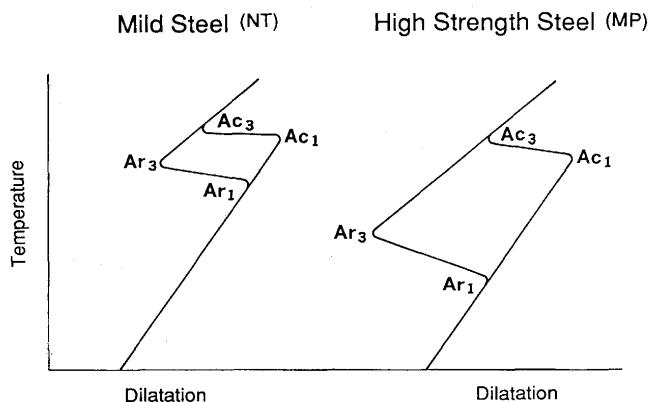


Fig. 9. Relationship between dilatation and temperature of steels NT and MP.

は増加するものの、粒内の転位密度が非常に高いために、 $100^{\circ}\text{C} \times 1\text{ h}$ の人工時効処理によっては、Cに固着されなかつた可動転位が残存していると考えられる。

逆にNT鋼において、YP-EIが γ 、BHと共に増加したのは、 $\alpha + \gamma$ 相域または γ 域で焼鈍しても上記の理由により転位密度が高くならず、人工時効処理によってほとんどの転位がCに固着されてしまうためと考えられる。

4・2 $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ 遺伝型変態集合組織の形成機構

極低炭素軟質鋼(NT鋼)では、 α (初期 α) $\rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ (最終 α)変態によって集合組織がランダム化するのに対して、MnやCrを添加したMPおよびMPC鋼では、最終 α の集合組織が初期 α の集合組織を記憶していることの理由としては、以下のような可能性が考えられる。a)橋本らのモデル^{4)~6)}、すなわち変態時に発生する歪は板厚方向に最も効率よく解放されることに基づくバリエント選択により、集合組織の遺伝が起こった。b) MP、MPC鋼では γ 化が完了しておらず、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態時に残留 α の成長が起こった。c) MP、MPC鋼とNT鋼では、 γ 域での粒成長性が異なるため、 γ 域での集合組織が異なる。d) MP、MPC鋼では、析出物が初期 α の方位を記憶しており、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態は、この析出物をサイトとして起こる。e) MP、MPC鋼においてはMnの偏析帯から優先的に $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態が生じ、その方位が他の方位を食いながら $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態が進行するため、 γ の集合組織が発達し、冷却後にも集合組織が残存した。f) 変態時に発生した残留応力が、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態のバリエント選択を支配している。g) MP、MPC鋼においてはMnやCrを添加したことによって剪断的な変態が起こり、これが γ バリエントの選択性に影響を及ぼした。

まず、a)は可能性がない。すなわち橋本らは、1)焼鈍を急熱→急冷した場合には、バリエントの選択が起こり難い、2)バリエント選択が起こった際の集合組織は $\{110\}$ または $\{100\}$ から $20\sim30^{\circ}$ 離れた方位であること、を報告しているのに対して、本実験では、1)橋本らの実験よりも急熱、急冷の焼鈍条件であるにも関わらず、MP、MPC鋼では集合組織がランダム化せず、2)また、得られた集合組織は $\{111\}$ であるからである。b)の可能性も極めて小さい。MP、MPC

鋼の Ac_3 点は、 890°C 以下であり、実験はこれよりも十分に高温の 930°C で行っているためである。c)については、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態時のバリエント選択がNT鋼とMP、MPC鋼とで同じように起こると仮定したとき、 γ での粒成長は、むしろ最終 α の集合組織を発達させると考えられるので、NT鋼のランダム化を説明することができない。d)の可能性も小さい。MP、MPC鋼における析出物はTiC、FeTiP、MnSが考えられる。しかしながら実際には、各結晶粒界から変態が開始していることを光学顕微鏡観察により確認している。e)についてはd)と同様の理由で重要な役割を果たしているとは考えにくい。さらに、f)について検討するために、変態により出現する方位について検討した。古林⁹⁾¹⁰⁾は、変態集合組織の解析にBainの関係を積極的に導入している。その理由として、1) γ と α との方位関係として知られている、Kurdjumov-Sachs(K-S)、Nishiyama(N)、Bain(B)などの関係のうち、バリエントの数がK-Sの24個、Nの12個に対してBは3個と少なく、計算が容易であること、2)これらのバリエント間の方位差は極点図の測定精度に対して大きくなく、Bを用いてもK-S、Nに対して本質的な相違がないことを挙げている。そこで変態の方位関係については、Bを採用し、計算は、古林のプログラム¹¹⁾を基本として変更を加えたもの¹²⁾を用いて行った。

初期 α を $\{111\}<211>$ としたときのBの関係によって出現する変態 γ の方位ならびに最終 α の方位をFig.10に示す。前述のようにBの方位関係は、3個であるので最終 α の方位は、 $3 \times 3 = 9$ 個発生することになる。当然のことではあるが、最終 α の方位には必ず初期 α の方位が1個含まれる。これは、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態における膨張軸と $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態における収縮軸が一致する場合である。逆に言えば、両者が一致しなければ元の方位には戻り得ない。

ここで上述のf)の可能性について考えてみる。 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態が起こると1軸方向への膨張と他の2軸方向への収縮が起こる。このとき発生する残留応力は、これとは逆向きの応力、すなわちFig.11の矢印の方向に働くはずである。 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態時のバリエント選択がこの残留応力に誘起されて起こると考えれば、最終 α の方位が初期 α の方位に戻ることが理解できる。NT鋼とMP、MPC鋼との集合組織の相違は、そ

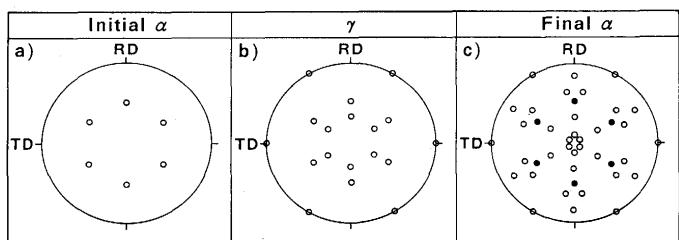


Fig. 10. Calculated $\{100\}$ pole figures based on Bain's relationship.

● represents $\{100\}$ poles when the expansion axis in $\alpha \rightarrow \gamma$ transformation agrees with the compression axis in $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation.

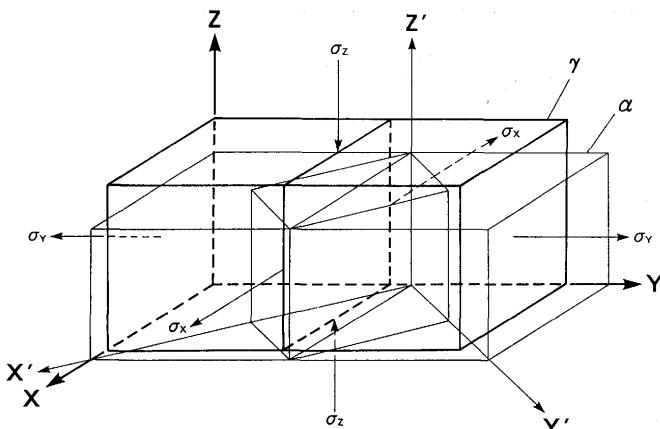


Fig. 11. Schematic illustrations of Bain's relationship.
X, Y, Z, and X', Y', Z', are axes for γ and α , respectively.

これらの機械的強度に起因するものと考えられる。すなわち、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態により発生する歪は両鋼でほぼ等しいと考えられ、このとき発生する残留応力は、強度の高い方が大きいと考えられる。したがって、MP, MPC鋼では、バリアント選択が強く働き、NT鋼では、弱いバリアント選択しか起こらなかったものと推測される。本実験のような高温での $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態時に実際に残留応力が存在するかどうかについては明らかでない。しかし、高温での残留応力を導入して変態集合組織をシミュレートした例はある。著者の1人¹²⁾は、0.008%C-1.5%Mn-0.071%Ti-0.027%Nb-0.002%N鋼を未再結晶 γ から $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態させることにより、 r 値の高い熱延鋼板を得ることができることを実験的に示すとともに、この集合組織を古林^{9),10)}の提示した圧延時の残留応力に相当する圧延逆応力に基づくバリアント選択を仮定した計算によりうまく再現している。このことから類推して高温における残留応力の存在を完全に否定することも困難であると思われる。

g)については、MnあるいはCrの添加によって剪断的な変態が起こるか否かそれ自体に議論があるところである。しかし、もしもそのようなことが起こっているとすれば、残留応力に基づく変態時のバリアント選択が起こり易くなるものと推察され、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態を遅らせる元素の添加が重要な意味を持つ可能性があると思われる。

以上は γ 域で焼純した際の集合組織について述べたが、MP, MPC鋼を $\alpha + \gamma$ 2相域で焼純した際に集合組織が遺伝することについても、橋本らのモデル⁶⁾以外に、上述の機構に基づいて説明することも可能であると思われる。

極低炭素鋼における変態集合組織の形成機構に関して、充分に理解されたとは言い難い。したがって、今後、 γ 域における集合組織のin situ測定あるいは残留応力の測定等により明らかにしていく必要がある。

5. 結言

Ti, Nb添加極低炭素軟質冷延鋼板およびこれにMn, Pさ

らにはCrを添加した高強度冷延鋼板における $\alpha + \gamma$ 2相域および γ 単相域焼純について検討し、以下の結論を得た。

(1) 極低炭素軟質鋼においては、 $\alpha + \gamma$ 2相温度域が十数°Cほどと小さく、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態の進行が著しく速い。一方、MnやCrを添加すると2相温度域が拡大される。また、MnおよびCrの添加は、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態の進行を遅らせる。

(2) 極低炭素鋼にMnやCrを添加すると、焼純温度の増加に伴ってBHが増加するのに対し、YP-EIが顕著に低下し、高BH性と非時効性とが両立する。極低炭素軟質鋼では、BHの増加と共にYP-EIも増加する。

(3) MnやCrを添加した極低炭素高強度鋼において高BH性と非時効性とが両立されるのは、変態によって導入される高い転位密度に起因するものと考えられる。これに対して、極低炭素軟質鋼では、転位密度がそれほど高くならないため非時効性が得られないものと考えられる。両鋼における転位密度の違いは、Ar点の相違に基づく体積膨張量および回復の速度の違いによるものと考えられる。

(4) 極低炭素軟質鋼板においては、 $\alpha + \gamma$ 2相域で焼純すると r 値が向上し、 $\langle 111 \rangle // ND$ の集合組織が発達し、 γ 域で焼純すると集合組織がランダム化して r 値が著しく劣化する。これに対して、極低炭素高強度鋼板においては、 γ 域で焼純しても α 域での再結晶集合組織が遺伝され、 r 値の低下量も小さい。

(5) MnやCrを添加した極低炭素高強度鋼板では、少なくとも $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態時に、バリアントの選択が起こっていると考えられる。バリアントの選択には、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態により発生した残留応力が関与しているものと推察される。

極低炭素鋼での変態集合組織の形成は、その変態機構とも密接な関係があるものと推測され、極低炭素鋼の変態について総合的に理解する必要があると思われる。

おわりに変態集合組織に関して有益な御助言をいただきました、科学技術庁金属材料技術研究所の古林英一博士に心より感謝の意を表します。

文 献

- 1) T.Furukawa, H.Morikawa, H.Takechi and K.Koyama: Structure and Properties of Dual-Phase Steels, ed. by R.Kot and J.W.Morris, (1979), [AIME, New York]
- 2) 武智 弘:塑性と加工, 21(1980), p.109
- 3) R.M.S.B. Horta, D.V.Wilson and W.T.Roberts: JISI, 210 (1972), p.42
- 4) 橋本 修, 佐藤 進, 田中智夫: 鉄と鋼, 66(1980), p.102
- 5) 橋本 修, 佐藤 進, 田中智夫: 鉄と鋼, 66(1980), p.112
- 6) 橋本 修, 佐藤 進, 田中智夫: 鉄と鋼, 67(1981), p.799
- 7) 稲垣裕輔: 集合組織(日本金属学会編), (1981), p.61[日本金属学会]
- 8) 稲垣裕輔: 集合組織(長嶋晋一編), (1983), p.197[丸善]
- 9) 古林英一: 鉄と鋼, 71(1985), p.1155
- 10) 古林英一: 鉄と鋼, 71(1985), p.1359
- 11) 古林英一: 金属, 4(1985), p.28
- 12) 伊丹 淳, 小山一夫: 材料とプロセス, 3(1990), p.1894