

Regular Article

Mechanism of Improved Ductility of 1,500 MPa-class Ultra-high Strength Cold-rolled Steel Sheet Produced by Rolling and Partitioning Method

Yoshihiro HOSOYA^{1)*}, Yuta MATSUMURA¹⁾, Yo TOMOTA²⁾, Yusuke ONUKI³⁾ and Stefanus HARJO⁴⁾

1) R&D, HQ, Tokushu Kinzoku Excel Co., Ltd.

2) National Institute for Materials Science

3) iFRC, Ibaraki University

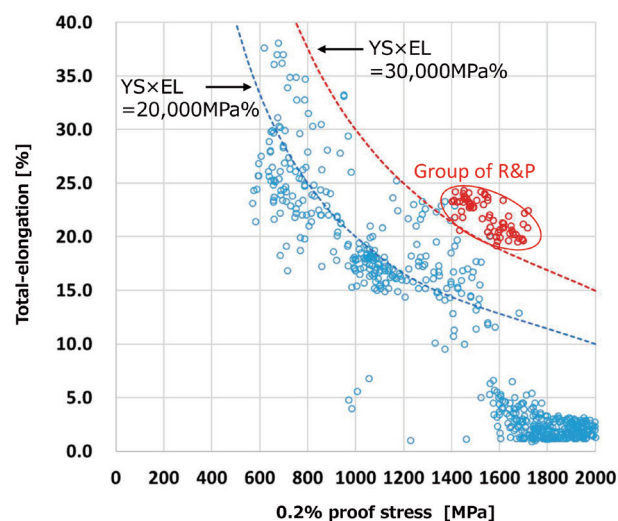
4) J-PARC Center, Japan Atomic Energy Agency

Abstract: By using a steel with standardized chemical composition and conventional manufacturing processes for flat-rolled steel strip, a 1,500 MPa class stainless steel sheet whose product of yield strength (YS) and total elongation (El) exceeds 30,000 MPa% was developed and its mass production has been established. Besides the excellent YS-El balance, the developed steel sheet has excellent performance for not only an anti-secondary work embrittlement but also high cycle fatigue endurance.

Core technology of the developed method is composed of a combination of high precision cold-rolling and isothermal partitioning treatment in a batch furnace, the name of which was called Rolling and Partitioning (R&P) method. By the R&P method, the microstructure of steel is controlled to the mixture of a strain induced martensite as the matrix phase, and an optimum amount of retained austenite as the second phase which is dispersed in isolation and surrounded by the transformed martensite.

In this paper, the microstructure formation during the R&P process and the deformation mechanism that would bring about the excellent strength-ductility balance are discussed based on the results obtained from the in-situ neutron diffraction measurement. The results have revealed that the typical Lüders-like stress-strain curve of R&P steel is caused by competitive plastic flow between austenite and martensite, and an effective transformation induced plasticity phenomenon.

Keywords: advanced high strength steel; stainless steel; TRIP; rolling and partitioning method; martensite transformation; Lüders strain; neutron diffraction; nano indentation.



Received on Aug. 22, 2019 ; Accepted on Oct. 11, 2019 ; J-STAGE Advance published on Nov. 27, 2019

* Corresponding author. E-mail : y-hosoya@tokkin.co.jp, Address : Tokushu Kinzoku Excel Co., Ltd., 6F Mejiro Hakubutsukan Bldg. 4-25 Mejiro 1-chome Toshima-ku Tokyo 171-0031

Rolling and Partitioning 法で製造される 1,500 MPa 級 超高強度薄鋼板の高延性化のメカニズム

細谷 佳弘^{1)*}・松村 雄太¹⁾・友田 陽²⁾・小貫 祐介³⁾・ハルヨ ステファヌス⁴⁾

Mechanism of Improved Ductility of 1,500 MPa-class Ultra-high Strength Cold-rolled Steel Sheet Produced by Rolling and Partitioning Method

Yoshihiro HOSOYA, Yuta MATSUMURA, Yo TOMOTA, Yusuke ONUKI and Stefanus HARJO

1. 緒言

1970年代に実用化された連続焼鈍プロセスによって、フェライト (α) 母相中にマルテンサイト (α') 相を分散させた DP (Dual Phase) 鋼板¹⁾の製造が可能になり、引張り強さ (TS) と全伸び (EI) のバランスの優れた高強度鋼板 (High Strength Steel: 以後 HSS と称す) として国内外で精力的に研究開発が進められた^{2,3)}。DP 鋼の優れた機械特性の発現メカニズムに関しても、今日の高強度鋼板開発に有益な指針を与える研究成果が報告された⁴⁻⁶⁾。その後、($\alpha + \gamma$) 二相域での連続焼鈍と適切な冷却速度で意図的に残留オーステナイト (γ) 量を増やすことで、TS > 1000 MPa で TS × EI > 30,000 MPa% を有する TRIP (Transformation Induced Plasticity) 鋼が実用化された⁷⁾。1990年代末には TS > 1100 MPa で TS × EI > 90,000 MPa% を有する高 Mn 系 TWIP (Twinning-Induced Plasticity) 鋼が開発され⁸⁾、従来の HSS とは区別して第二世代の AHSS (Advanced High Strength Steel) と位置付けられるようになった。当該鋼板は、マンガン (Mn) 量と炭素 (C) 量のバランスを変えることで、40,000~120,000 MPa% の極めて広範囲かつ大きな TS × EI 値が得られる反面、降伏強さ (YS) が高々 400 MPa 程度と低いため⁹⁾、成形性には優れるが構造用材料としての用途には剛性面で課題がある。最近では TRIP 鋼と TWIP 鋼の中間領域の TS-EI バランスが第三世代の AHSS として共通の開発目標となっている¹⁰⁾ が、製造安定性や二次加工に伴う諸課題に言及した論文は多くない。

400 MPa < TS < 800 MPa の HSS においては、TS-EI バランスのみならず TS-YS バランスや TS-r 値 (塑性異方性) バ

ランスなどと併せて、各種成形性、すなわち深絞り成形性、張出し成形性、曲げ加工性、伸びフランジ性などを総合的に評価することが重要である¹¹⁾。これに対し、1,000 MPa を超える超高強度鋼板 (Ultra High Strength Steel: 以後 UHSS と称す) は、ほぼ例外なく α' 相によって強化され、かつ二次加工は平面ひずみ変形による単純曲げ成形や逐次成形であるため、一軸引張り試験で得られる TS-EI バランスのみで鋼板の優劣を判断するのは容易ではない。とくに曲げ成形では、局所的な曲げ加工の難易と曲げ加工部位の耐加工脆化が最終部品の信頼性を大きく左右する¹²⁾。また、DP 鋼では残留 γ 量が多いほど剪断端面の加工脆化が顕著となり、伸びフランジ性が劣化する¹³⁾。さらには、高 n 値で張り出し成形性に優れる鋼板は YS が低く、構造材料としての剛性低下が危惧される。つまり、二次加工に伴う鋼板の加工脆化を抑えつつ、加工履歴に依らず部品の剛性を維持することが、1,000 MPa を超える UHSS の開発目標になる。

次に、第三世代の AHSS 開発の契機となった、Speer らが提唱した Quenching & Partitioning (Q&P) 法¹⁴⁻¹⁶⁾ について薄板製造プロセスの観点から検証する。この方法は、鋼板を γ 単相域に加熱後、Ms 点と Mf 点の中間温度で焼入れを停止して部分的に α' 変態させた後、400°C 程度まで再加熱して短時間等温保持することで未変態 γ 中に α' 中の過飽和固溶 C を Partitioning させる。Q&P 処理に伴う C の濃化挙動に関しては、APT (Atom Probe Tomography) による原子レベルでの研究によって明らかにされている^{17,18)}。しかし、Q&P 法のコア技術である、50°C /s 以上の冷却速度で α' 変態を中絶した上で、短時間で固溶 C を未変態 γ 中に Partitioning させるためのエンジニアリング上の課題は残っており、スト

2019年8月22日受付 2019年10月11日受理 2019年11月27日J-STAGE 早期公開 (Received on Aug. 22, 2019; Accepted on Oct. 11, 2019; J-STAGE Advance published on Nov. 27, 2019)

1) (株) 特殊金属エクセル R&D HQ. (R&D, HQ, Tokushu Kinzoku Excel Co., Ltd.)

2) 物質・材料研究機構構造材料研究拠点 (National Institute for Materials Science)

3) 茨城大学フロンティア応用原子科学研究センター (iFRC, Ibaraki University)

4) 日本原子力研究開発機構 J-PARC センター (J-PARC Center, Japan Atomic Energy Agency)

* Corresponding author. E-mail: y-hosoya@tokkin.co.jp, Address: Tokushu Kinzoku Excel Co., Ltd., 6F Mejiro Hakubutsukan Bldg. 4-25 Mejiro 1-chome Toshima-ku Tokyo 171-0031

リップを全長・全幅にわたって均一な熱履歴で処理する事は極めて難しいと言わざるを得ない。

さて、鋼板を超高強度化するその他の有効な方法として、結晶粒を微細化する方法が提案されている¹⁹⁻²¹⁾。しかし、 α 単相鋼を微細粒化したのでは塑性不安定への遷移が早まるため高延性化は難しく、ARB法などを駆使して微細なDP組織に制御して塑性不安定への遷移を遅らせる方法が提案されている¹⁹⁾。さらなる高強度と高延性を実現するためのヒントとして、HPT (High Pressure Torsion) 法によって $\gamma + \alpha'$ の二相組織からなるnanoサイズの等軸粒組織とする方法が報告されている²²⁾。この方法を既存のストリップ製造工程に適用するのは難しいが、1,500 MPa級のUHSSで高延性化を図るための重要なヒント、つまり微細な multimodal 組織の有効性を教えてくれる。興味深いのは、ARB法で目標とされた応力-ひずみ (S-S) 曲線の高n値化を志向するのではなく、HPT法では、必然的に高強度化に伴って完全弾塑性変形に近いLüders変形様のS-S曲線に遷移する²²⁾点である。薄板成形の常識として、不連続降伏する鋼板は形状性や表面品質の点で部品成形には適さないとされてきた。しかし、塑性変形時に一定の流動応力を維持しながら変形する鋼板は、塑性変形に伴って部品の耐力が維持されるばかりか、塑性変形した部位に相応の延性が残っている鋼板ともみなせる。つまり、Lüders-likeな変形 (以後、Lüders変形様のS-S曲線をLüders-likeの変形と称する) を如何に安定的に持続させるかが重要であり、その可能性を示唆する multimodal な微細組織を既存のプロセスで実現できれば、新たなUHSSの開発に道を拓くと考える。

そこで著者らは、上記した従来のUHSSの成分設計およびストリップ製造プロセス上の問題を解決する方法として、Rolling and Partitioning (R&P) 法を考案した²³⁻²⁵⁾。当該方法の模式図をFig.1²⁴⁾に、量産化された超高強度・高延性薄鋼板のYS-EIバランスをFig.2²⁴⁾に示す。Fig.2は、構造材料として重視すべき高剛性と最終部品の信頼性を両立させる狙いから、敢えて0.2%耐力と全伸びの相関で示した。

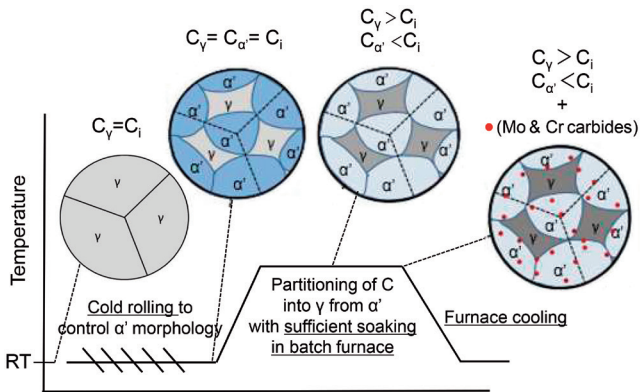


Fig. 1. Schematic diagram showing the processing condition and microstructure change in the R&P method²⁴⁾. (Online version in color.)

R&P法は、冷間圧延による加工誘起 α' 相の形態制御とバッチ炉を用いた長時間のPartitioning処理を組み合わせることで、高剛性かつ高延性を有するUHSSを極めて小さなバラツキで製造することが可能であり、既存プロセスでの量産化が実現した。

本論文では、R&P法による組織制御と、開発された鋼板の変形特性と実用特性などについて述べるとともに、開発鋼が超高強度と高延性を兼備するメカニズムについて、中性子回折による構造解析およびin-situでの格子ひずみ測定結果などを踏まえて考察する。

2. 鋼板開発の基本コンセプト

本開発に着手するに際し、以下の基本コンセプトを設定した。

- (1) 基本成分系は、工業的に量産可能な商用ステンレス鋼とし、既存の薄板製造工程で製造可能とする。
- (2) 強化組織は、最も高強度化に適する α' を母相として、延性を担う準安定 γ 相を適量分散させた複合組織とする。
- (3) 組織形態は、DP鋼におけるTomota and Tamuraの指針⁶⁾に基づいて、 α' 相が γ 相を取り囲むように制御された微細な複合組織とする。
- (4) α' 相のPartitioning処理による軟化抑制と高耐力化を目的として、MoおよびCr炭化物の析出強化を重畳する。
- (5) 高耐力と高延性を兼備する機械特性を実現するため、HPT法で実現されている完全弾塑性変形に近いS-S曲線を目指とする。

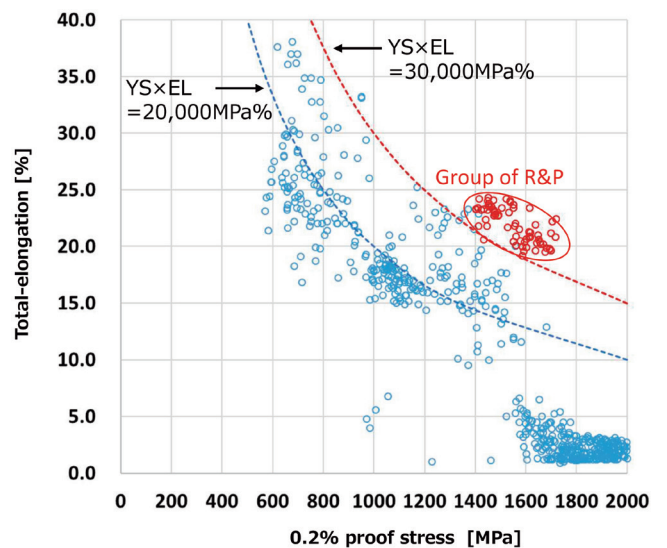


Fig. 2. Comparison of the YS-EI balance between mass-produced conventional steels and newly developed steels by the R&P method²⁴⁾. (Online version in color.)

3. 供試鋼および実験方法

2章で列記したコンセプトに最も合致した鋼種として JIS-SUS633 (ASTM A693) 相当の準安定オーステナイト鋼を選定した。その化学組成を Table 1 に示す。工業用電気炉で溶製後、熱間圧延によって準安定 γ 相からなる4.0 mm^lの熱延鋼板とした。当該鋼板に複数回のレバースミルでの冷間圧延と光輝焼鈍炉にて1000°C以上で溶体化処理を繰り返すことで、最終的に適切な体積率の加工誘起 α' 相が未変態 γ 相を取り囲むように組織制御された0.13 mm厚の冷延鋼板とした。Moを含有する準安定オーステナイト鋼における加工誘起 α' 相の γ 相への逆変態終了温度は700°C以下²⁶⁾であるため、本実験で得られる α' 相は冷間圧延によって逆変態 γ 相の一部が加工誘起変態したものである。

その後、300°C~500°Cの温度範囲で30 min~360 minの均熱処理を行って、 α' 相から γ 相への侵入型固溶元素の Partitioning 処理と、 α' 相中へのMoとCrの炭化物の析出処理を行った。処理後の微細炭化物の析出量を定量するため、10%アセチルアセトン (AA系) 電解溶液中で電解抽出した残渣を0.2 μ mのメッシュフィルターで捕集する方法²⁷⁾を採用した。抽出した全ての残渣を混酸で分解した後、サイズ分級を行うことなく発光分光 (ICP) 分析装置で残渣 (炭化物) 中に含まれるMoとCrの含有量 (mass%) を分析した²⁸⁾。

微細組織解析に関しては、圧延方向の断面中央をJEOL社製FE-SEM (JSM-7001F) で観察したEBSD像を基にTSL Solutions社製OIM装置で解析した相マップを用いた。さらに、バルクの相構成と微細構造変化をより定量的に比較するため、J-PARC MLFのビームライン20 (iMATERIA)²⁹⁾を用いて、8 mm^w×65 mm^l×0.13 mm^tのサンプルを46枚重ねた試料より集合組織解析および格子定数の変化を測定した。

機械特性に関しては、ASTM E8サブサイズ試験片 (GW: 6 mm, GL: 25 mm) を用いて、ひずみ速度: $1.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の一軸引張り試験によるS-S曲線を基に評価した。さらに、安定した特性が得られた400°Cで360 minのPartitioning処理を行った鋼板については、引張り試験と同形状の試験片の平行部中央を、先端曲げ半径 (R): 0.2 mmで直角に曲げ加工して外周部の表面状態を観察した後、平坦に曲げ戻して引張り試験を行い、破断位置の観察結果から耐加工脆性を評価した。さらに室温での疲労特性に関しては、JIS Z 2273をモディファイした試験片 (GW: 10 mm, GL: 15 mm) を用いて、周波数: 50 Hz, 応力比: 0.1, 応力条件:

Table 1. Chemical composition of steel used in this study.

(mass%)						
C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	N
0.08	0.38	0.67	4.70	16.8	2.7	0.10

片振り引張りモードにて 10^7 サイクルまで試験を行って疲労限度を求めた。

本研究では、R&P処理による高強度化と高延性化のメカニズムを明らかにするため、J-PARC MLFのビームライン19 (TAKUMI)³⁰⁾を用いて、引張り変形に伴う*in-situ*での相構成と格子ひずみ測定を目的とした以下の考察実験を行った。平行部の幅: 6 mm, 厚さ: 0.125 mm, 長さ: 55 mmの試験片による引張り試験 (クロスヘッド移動速度は弾性変形域: 0.01 mm/min, 塑性変形域: 0.05 mm/min) を室温で行いながら、引張り軸に対して45°で入射したビームに幅: 5 mm, 高さ: 10 mmのスリットを、検出器に向かう回折ビームに5 mmのコリメータを設置して中性子回折を行った。入射角から試験片長手中央の7 mmが測定領域であるため、測定ゲージ体積は約5.3 mm³となる。これによって、Lüders変形帯 (以下、Lüders帯と称する) が伝播する段階では帯が測定ゲージ領域を通過するときのみ回折プロファイルに変化が現れる。

さらに本研究では、中性子回折によって検出される α' 相と γ 相の格子ひずみに由来する各相の強度を定量的に比較するため、R&P処理後の鋼板中の α' 相と γ 相のナノ硬さ (Hn) を、Berkovich圧子を装着したHysitron社製Triboindenter (PI950) を用いて測定した。測定は荷重制御モードで行い、荷重負荷と除荷の速度は、いずれも50 μ N/sとした。

4. 実験結果

4.1 Rolling and Partitioning処理による組織形成と機械特性の変化

冷間圧延と溶体化処理を繰り返して組織制御された鋼板の金属組織をFig.3 (a) に示す。溶体化された γ 相の一部が冷間圧延によって α' 相に加工誘起変態しており、Fig.1に模式的に示したように未変態 γ 相を取り囲む形態に制御されている。

Partitioning処理に伴う相構成の変化をバルク状態で精

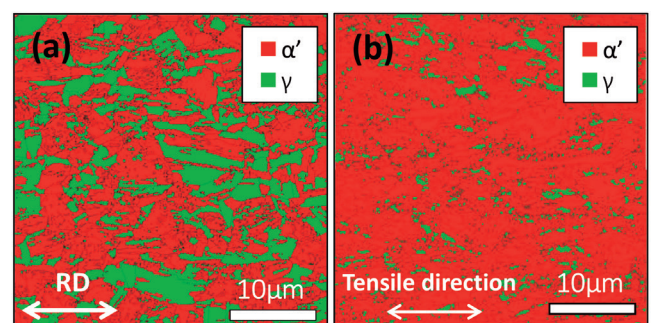


Fig. 3. SEM-EBSD phase maps of RD section observed in (a) as-R&P treatment with optimum reduction followed by partitioned at 400°C for 360 min, and (b) after tensile testing.

緻に比較するため、As-rolled材と300~500℃で360 min処理材における γ 相の正極点図とバルク中の γ 相の体積分率(V_f)を中性子回折によって求めた結果をFig.4に示す。一般に、集合組織を有する二相鋼の第二相体積分率の測定結果は誤差が大きいと推定され、結晶方位分布関数の測定と同時に同定することが推奨されており^{31,32)}、本実験ではOnukiらがiMATERIAで開発した手法³³⁾を用いて定量化した。その結果、 γ 相の体積分率は36~39%の範囲に収まっており、Partitioning処理によって γ 相の体積分率は殆ど変化しないことが確認された。

さらに、Partitioning処理に伴う γ 相の格子定数の変化をFig.5に示す。 γ 相の格子定数は、300~400℃でPartitioning処理することによってAs-rolledに比べて僅かに増大する。これは、侵入型固溶元素の γ 相中への分配による変化と推定される。さらに処理温度を500℃に上げると急激に格子定数が増大する傾向が認められる。これは、回復に伴う転位の消滅によって転位線上の侵入型固溶元素が γ 相中に固溶した結果とも解釈できるが、本データから断定することはできない。

そこで、Partitioning処理中に α' 相中に析出する炭化物中に含まれるMoとCrの量をそれぞれ分析した結果をFig.6に示す。As-rolledと300℃では炭化物中の各元素の含有量は殆ど変化しないことから、一連の工程で安定的に存在する未溶解炭化物中の含有量と考えられる。400℃でMoとCrが増加する傾向を示し、MoとCrの炭化物析出が認められる。500℃ではAs-rolledに比べて炭化物中に含まれるCrの量は約2倍に、Moの量は約3.7倍に増加する。

Condition	Pole figures of γ phase			V_f (%)	
	(100)	(110)	(111)		
Partitioning Temp. (°C)	500				37.2
	400				38.4
	300				35.2
As-Rolled				35.3	

Fig. 4. Changes in both crystalline texture and volume fraction of γ phase in the R&P process assessed by the pole density measured by neutron diffraction using iMATERIA (J-PARC, MLF BL20). (Online version in color.)

次に、冷間圧延後のサンプルをそのまま引張り試験に供した場合と、300~500℃の温度で30 minと360 minのPartitioning処理を行って引張り試験を行なった場合のS-S曲線をFig.7に示す。As-rolled材を引張り試験した時は、1,100 MPa近傍で降伏した後、著しい加工硬化によって1,600 MPa近い最高強度に到達するが、破断伸びは12~13%に留まる。これに対し、Partitioning処理材では、処理温度に関わらず高降伏点化し、降伏後はLüders-likeなS-S曲線に遷移する。Partitioning時間の影響に関しては、400℃では均熱時間の影響が殆ど認められず、20%以上の破断伸

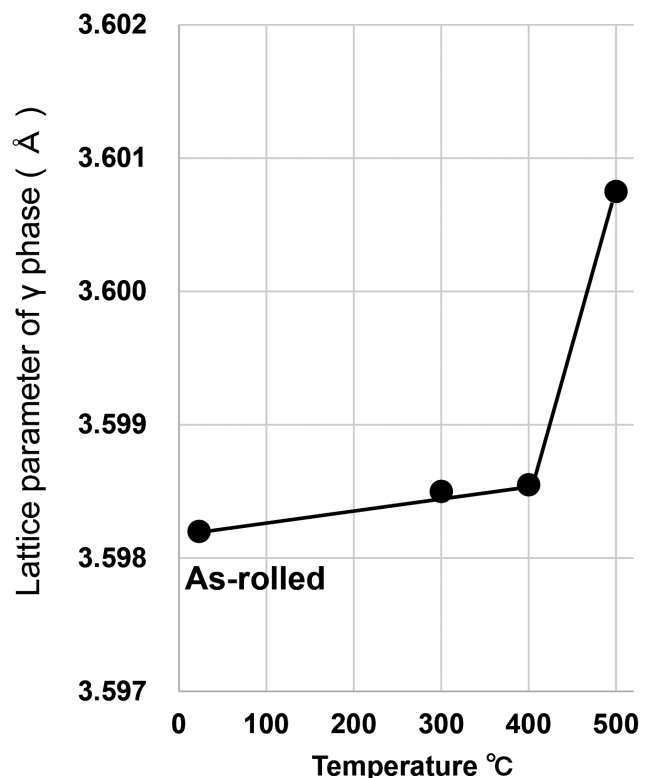


Fig. 5. Change in the lattice parameter of γ phase as a function of partitioning temperature measured by neutron diffraction using iMATERIA (J-PARC, MLF BL20).

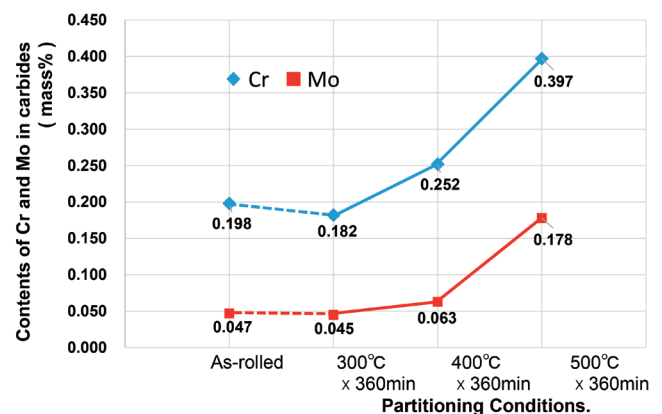


Fig. 6. Change in the contents of Cr and Mo in carbides precipitated in α' phase during the R&P treatment in total content of each element. (Online version in color.)

びが認められる。これに対し、300°CではS-S曲線の形態に差は認められないが、破断伸びは長時間均熱によって大きくなる傾向が認められるものの20%に満たない。一方、500°Cでは長時間のPartitioning処理を行なった場合、明瞭な降伏点降下が現れた後、Lüders-likeな変形を経て加工硬化を伴うS-S曲線に変化するが、破断伸びは15%以下まで低下する。以上の結果から、Partitioning処理としては400°Cが最適であり、30 min~360 minでは処理時間の影響を受けることなく安定して20%以上の伸びが得られる。また、集合組織が発達しているにも拘らず引張り特性の面内異方性が極めて小さいことも確認されており²⁴⁾、これらの結果が奏功してR&P法の量産化が実現した。

Fig.7で安定した強度と延性が得られた、400°Cで360 min

のPartitioning処理を行った試料の引張り破断部近傍の断面SEM組織(相マップ)を、引張り前のFig.3(a)と並べてFig.3(b)に示した。引張り変形後は、Fig.3(a)に比べて明らかに γ 相の存在量が減少しており、残留 γ が α' に加工誘起変態していることが判る。

開発材の実用性能に関しては、上記と同じ熱処理条件のサンプルを用いて耐二次加工脆性と疲労限度を評価した。耐二次加工脆性については、圧延方向と圧延直交方向から採取したサンプルについて、曲げ-曲げ戻し引張り試験によって評価した。一次曲げ外周部の表面状態を光学顕微鏡で観察した結果と、曲げ戻し後に再度引張り試験を行って破断させたサンプルの外観を合わせてFig.8に示す。1,500 MPaのTSを有しながら曲げ外周部に微小割れは観察

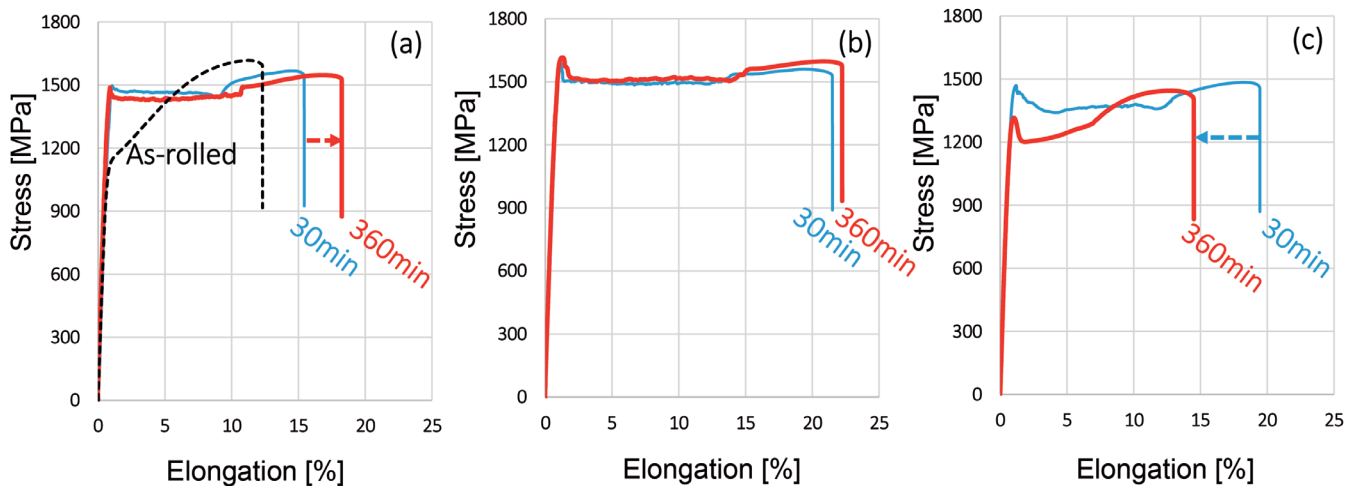


Fig. 7. Typical stress-strain curves of as-rolled and after partitioning treatments with the combination of different temperature and time. (a) As-rolled and partitioned at 300°C, (b) Partitioned at 400°C, (c) Partitioned at 500°C. (Online version in color.)

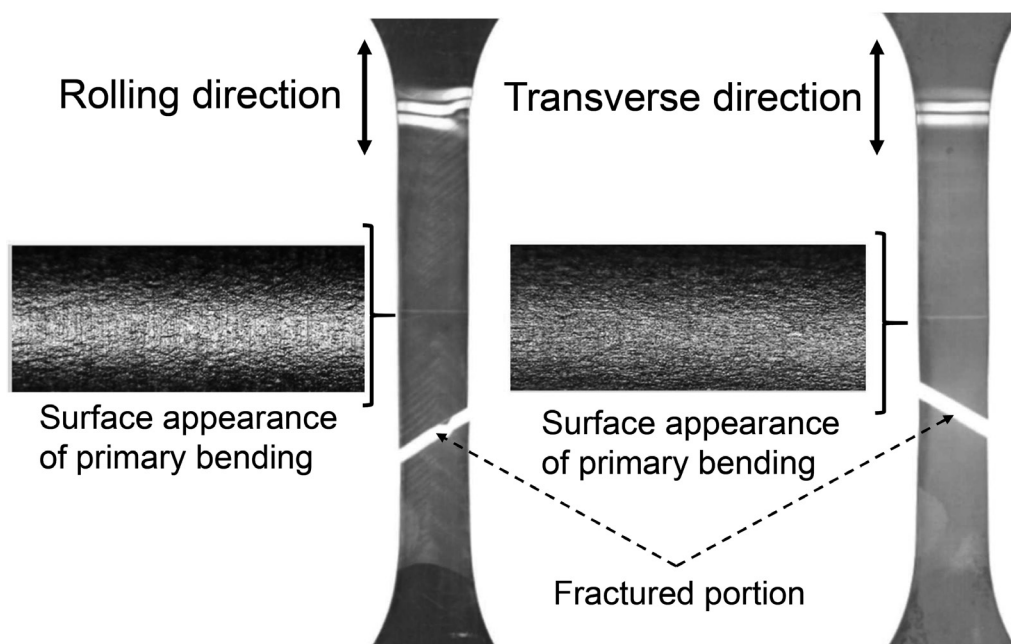


Fig. 8. Appearances of both outer surface of primary bending and whole view of test pieces after fracture in both rolling and transverse directions observed in the sample with partitioning treatment at 400°C for 360 min.

されなかった。さらに、再引張り時の破断位置は一次曲げ部以外の母材部で破断したため、一次曲げ部は加工脆化していないとみなされる。

次に高サイクル疲労試験結果を Fig.9²⁴⁾ に示す。10⁷ サイクルまでの試験結果で評価した疲労限度は 1,450 MPa であり、R&P 処理を行なった鋼板が極めて高い耐久疲労強度を有する事が確認された。

5. 考察

5・1 R&P 鋼における Lüders-like な変形と高延性化のメカニズム

R&P 鋼で確認された優れた強度-延性バランスの発現

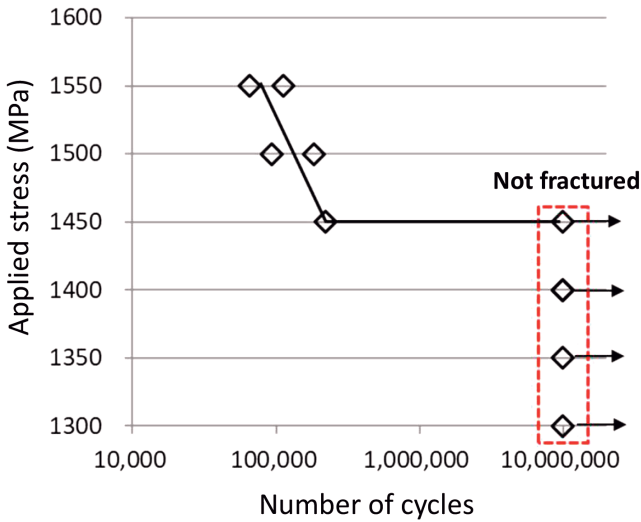


Fig. 9. S-N curve showing the high fatigue endurance of the sample processed by the R&P treatment at 400°C for 360 min²⁴⁾. (Online version in color.)

機構を考察するため、引張り試験と同時に中性子回折測定を行なって、 γ 相の変態挙動と α' 相と γ 相の格子ひずみの変化を *In-situ* で同定した。

As-rolled と 300~500°C で Partitioning 処理を行ったサンプルについて、中性子回折を行いながら引張り試験を行った時の S-S 曲線を Fig.10 に示す。Fig.7 に示した S-S 曲線が得られた試験片とは形状と寸法が異なるにもかかわらず、同様の形態の S-S 曲線と Partitioning 条件による破断伸びの有意差が確認された。

変形過程での γ 相の安定性を比較するため、As-rolled 材に関しては破断伸びに近い 10% の引張りひずみで、Partitioning 処理を行った 3 サンプルについては最も伸びの小さい 500°C の S-S 曲線を基準として 13% の引張りひずみで測定した。引張り試験前 (a) と後 (b) における 111 _{γ} , 200 _{γ} , 110 _{α'} の回折強度の変化を Fig.11 に示す。As-rolled 材は 10% のひずみで 200 _{γ} , 111 _{γ} のピークは消失する。これに対して

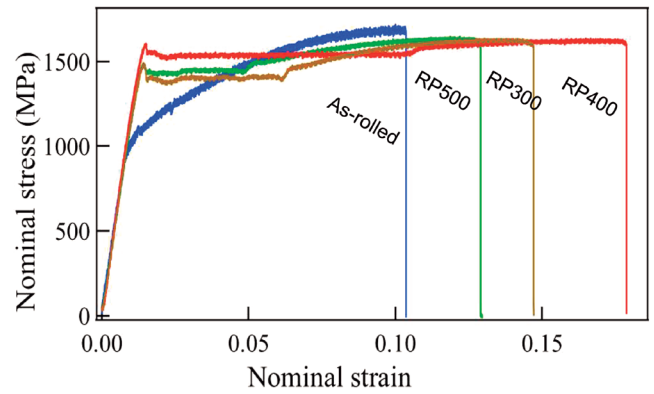


Fig. 10. Stress-strain curves obtained by the tensile test conducted at the J-PARC MLF BL19 (TAKUMI) with the in-situ measurement of neutron diffraction. (Online version in color.)

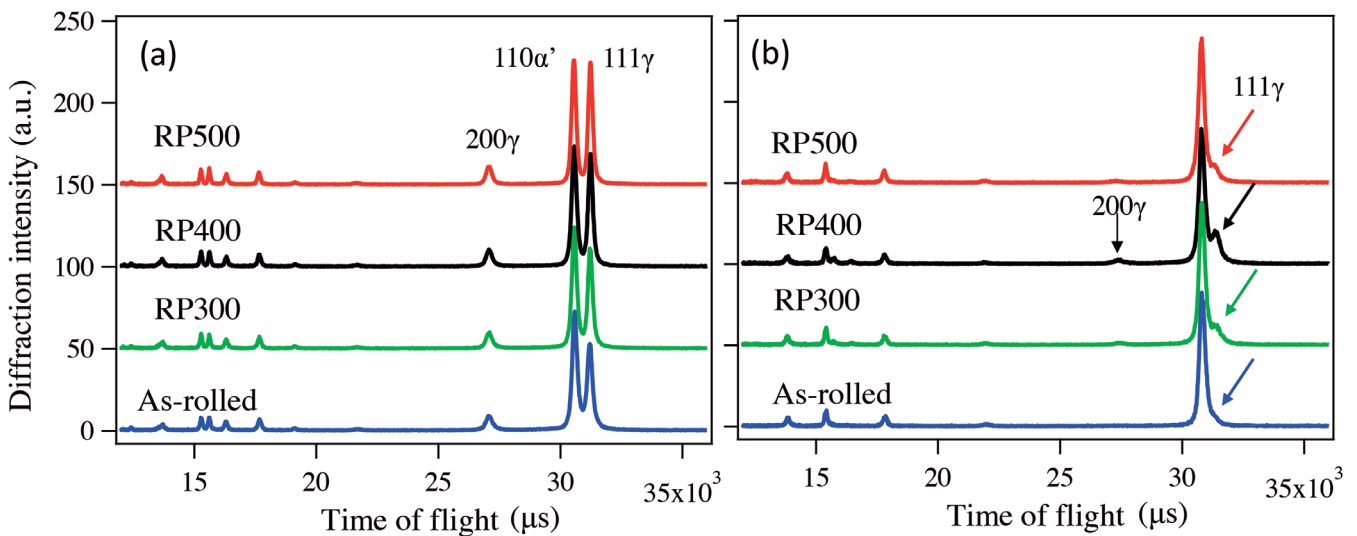


Fig. 11. Change in the neutron diffraction intensities of γ phase showing its stability with partitioning temperature measured for the samples strained with 10-13%, by in-situ measurement at the J-PARC MLF BL19 (TAKUMI). (a) Before deformation, (b) After deformation up to 10 and 13%. (Online version in color.)

Partitioning 処理を行った 3 サンプルでは 13% のひずみでも 111_γ のピークが観察される。400°C 処理材では 200_γ の回折ピークも確認され、残留 γ がより安定化していることを示している。

そこで、S-S 曲線が Lüders-like に変化する過程での加工誘起変態の挙動を確認するため、試験片表面の最大せん断応力方向に Lüders 帯が通過する前後での、引張り方向と垂直方向での 111_γ , 200_γ , 220_γ , $110_{\alpha'}$, $200_{\alpha'}$, $220_{\alpha'}$ の回折スペクトルの変化を Fig.12 に示す。変形帯の通過によって、引張り方向における 111_γ と 200_γ の回折強度が明らかに減少する。垂直方向の変化は小さいが、 220_γ の回折強度が弱くなると同時に 111_γ が消失する。以上の結果から、Lüders 帯の通過に伴って $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態が起こっている事が確認された。

弾塑性変形過程で結晶粒に負荷される内部応力の変化を明らかにするため、まず弾性変形過程における α' 相と γ 相の格子ひずみの変化を調べた。

両構成相の種々な格子面間隔から計算した $\langle hkl \rangle$ 方向の格子ひずみの値を外力に対してプロットした結果を Fig.13 に示す。1,500 MPa 近傍以下は降伏前の弾性変形域であり、各々の $\langle hkl \rangle$ 方向の格子ひずみと外力の間には線形関係が認められる。その傾きは $\langle hkl \rangle$ に依存する回折ヤング率 (弾性コンプライアンス) を示しており、 γ 相および α' 相ともに $\langle 200 \rangle$ 方向が弾性的に最も軟らかい。この結果は Harjo らの TRIP 鋼に関する報告³⁴⁾ と良く一致している。

次に、降伏後に Lüders-like の変形が進行する段階では、外力の変化は小さく加工硬化量も小さい。そこで、Lüders 変形域の構造変化を詳細に比較するため、降伏直後から 8% の塑性ひずみまでの変形過程を測定範囲とした。引張り方向の γ 相と α' 相における $\langle hkl \rangle$ 方向の格子ひずみ (a) と、 hkl 回折積分強度 (b) の変化を Fig.14 にそれぞれ示す。Fig.14 (a) では Fig.13 で分離して把握できなかった格子ひずみの変化を、Fig.14 (b) では α' 変態を伴って Lüders 帯が伝播した痕跡を知ることができる。すなわち、試験片全体

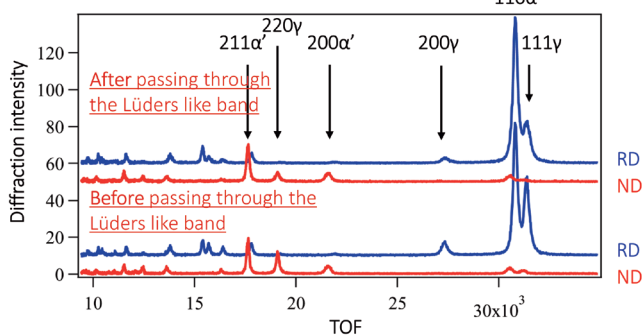


Fig. 12. Change in the neutron diffraction spectrum just before and after passing through the Lüders-like band during tensile testing by in-situ measurement at the J-PARC MLF BL19 (TAKUMI) for the sample with partitioning treatment at 400°C for 360 min. (Online version in color.)

としての塑性ひずみが約 4% から 6% の間で回折積分強度が変化し、Lüders 帯が中性子回折測定ゲージ領域を通過したことが分かり、K-S 関係にある 111_γ の減少と同期して、 $110_{\alpha'}$ の回折強度の増加が確認された。これに呼応して、Fig.14 (a) では 200_γ と $200_{\alpha'}$ の格子ひずみが増加し、結晶粒方位に依存する不均一塑性変形に起因する粒応力が発生している。Fig.14 (a) の全体を眺めると格子ひずみは総じて α' 相の方が大きいので、 α' 相と γ 相間の相応力が存在していると推定され、Lüders 帯が通過した 4% 以降では各構成相における粒応力の発生が顕著に見られる。 α' 相と γ 相で結晶方位による逆転は認められるものの、以上の結果は α' 相と γ 相の変形応力の差が小さいことを示唆している。

α' 相と γ 相の強度を直接検証するため、引張り変形前のサンプルについてナノインデンテーション法で両相の Hn を測定した。 α' 相中で 60 箇所、 γ 相で 53 箇所の圧痕測定で得られた Hn の分布を Fig.15 に示す。Hn の平均値と標準偏差 ($\pm \sigma$) は、前者が $7.29 \text{ GPa} \pm 0.92 \text{ GPa}$ 、後者が $6.35 \text{ GPa} \pm 0.58 \text{ GPa}$ であった。 α' 相の Hn は、Ohmura ら³⁵⁾ による

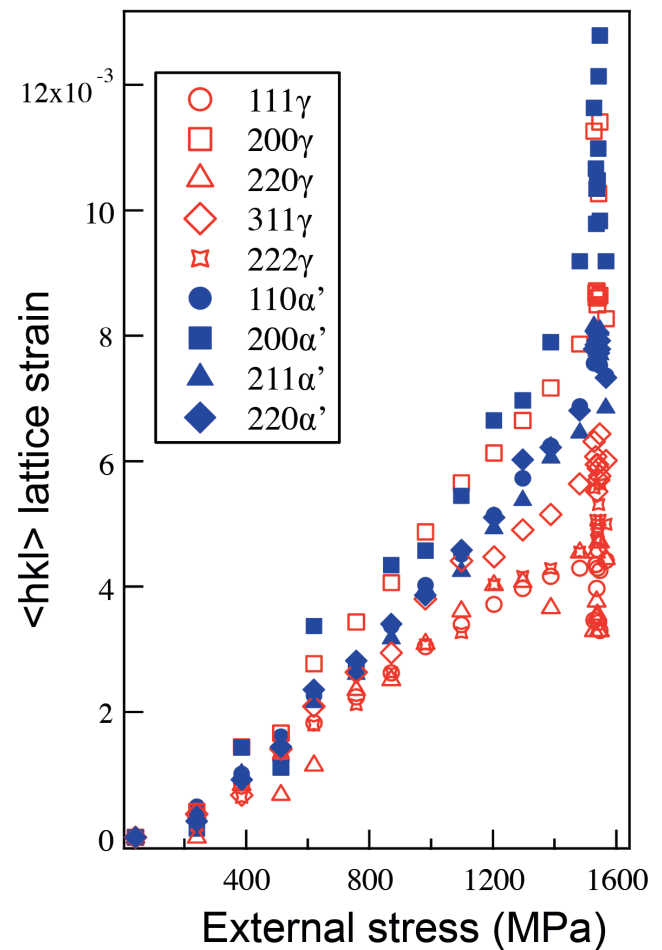


Fig. 13. Effect of external stress on the lattice strain of each grain orientation of α' and γ during the elastic straining by the J-PARC MLF BL19 (TAKUMI) for the sample with partitioning treatment at 400°C for 360 min. (Online version in color.)

0.2 mass% C マルテンサイト鋼の焼き入れまま材に匹敵する値である。一方、 γ 相のHnに関しては、Aramakiら³⁶⁾による二相ステンレス鋼を引張り試験した際に、加工誘起 α' 変態が確認された1.5を超える相当塑性ひずみとなる破断部近傍で測定した残留 γ 相のHnが4.5~6.4 GPaであったのに対し、R&P鋼中の γ 相のHnはさらに高くなっている。これは、Rollingによって γ 相には高密度の転位が導入され、さらにPartitioning処理によって転位線が侵入型固溶原子によって固着されたため、 γ 相の変形強度が α' 相の強度近くまで上昇していることを示唆している。これは、中性子回折で得られた γ 相の格子ひずみが α' 相に匹敵するレベルまで大きくなっていることを裏付けるものである。

5・2 R&P法の製造プロセス上の有意性

第三世代をクリアするAHSSは、依然としてQ&P法が最有力と見なされている。しかし、マルテンサイト変態をピンポイントの温度で中断する点、残留 γ の体積率が焼入れ温度に、C濃度がPartitioning時間に大きく依存する点などを考慮すると、中厚鋼板の製造には適用できると思われるが、連続焼鈍ラインでストリップを高歩留まりで量産することは容易ではない。また、R&P法は既存の冷間圧延と

バッチ熱処理の組み合わせからなるため、ほぼ平衡状態での組織制御が可能である。R&P法で最も重要なプロセス要件は、冷間圧延率によって α' 相が未変態 γ 相を取り囲むように組織制御する点であり、400℃では処理時間の依存性がほとんど無くなる。

Fig.5に示した400℃以下のPartitioning処理に伴う γ 相の格子定数の変化は、R&P法では γ 相の格子間位置への固溶Cの分配はQ&P鋼に比べて^{17,18)} 顕著では無いのではとの疑問を抱かせる。しかし、この点に関しては、R&P法では冷間圧延によって γ 相中に多量の転位が導入されている点を考慮する必要がある。つまり、 γ 相中に分配した侵入型固溶元素(C, N)は優先的に転位線を固着すると考えられ、格子定数に顕著な変化を伴うことなく γ 相を安定化していると考えられる。これは、Partitioning処理によって、Lüders-likeな変形が安定的に持続することからも示唆される。また、転位の合体消滅が顕著になると考えられる400℃を超える温度では、転位に固着していた固溶Cが γ 相の格子間位置に遷移すると考えると、500℃のPartitioning処理で格子定数が著しく増大する結果とも符合する。

一方、Q&P法以外の新たな組織制御方法として、Deformation & Partitioning (D&P)法がHeらによって提案されている³⁷⁾。0.47%C-10%Mn-2%Al-0.7%Vを含有する鋼を、温間圧延—二相域焼鈍—冷間圧延—400℃ Temperingの一連の工程で処理する事で、TS > 2000 MPa, El : 15~20%のTS-Elバランスを達成している。しかし、当該法における温間圧延をストリップの製造工程に適用するのは極めて難しいと考えられ、棒線材のようなコンパクトな製造工程に限定された方法と見なされる。D&P法とR&P法の共通点は、 γ 相が α' 相で囲まれた組織をゴールとする点である。前者は冷間圧延前に二相域焼鈍を行うのに対して、後者は γ 相を冷間圧延することで上記の二相組織に制御する。いずれ

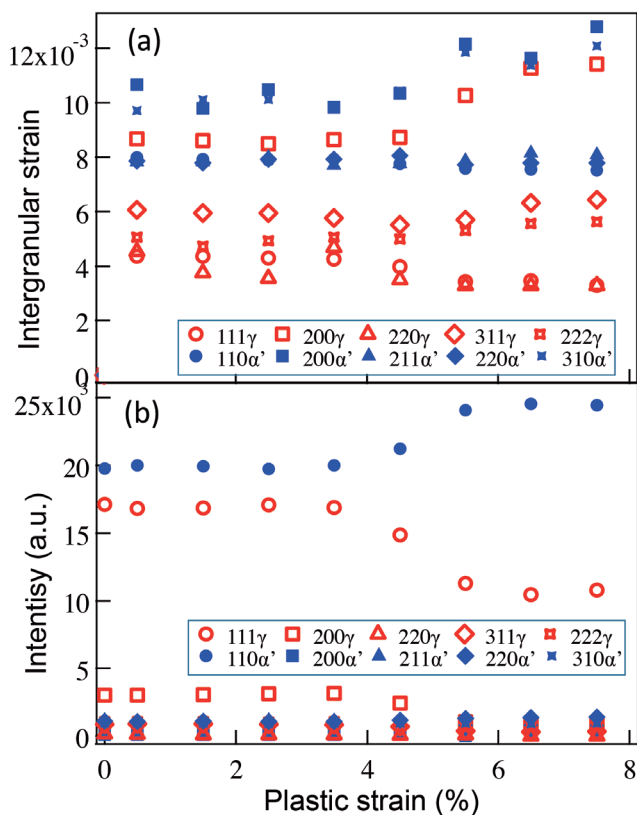


Fig. 14. Effect of plastic strain up to 8% on both phase intensity and intergranular strain during tensile testing by in-situ measurement at the J-PARC MLF BL19 (TAKUMI) for the sample with partitioning treatment at 400℃ for 360 min. (a) $\langle hkl \rangle$ lattice strain of γ and α' phases in tensile direction, (b) Integrated diffraction intensity of γ and α' phases. (Online version in color.)

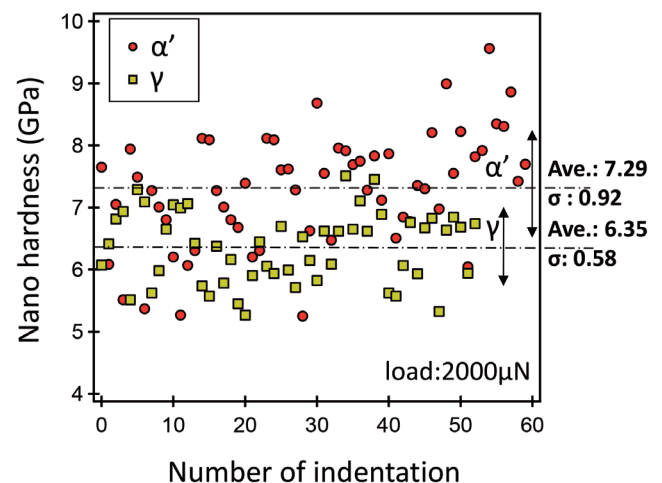


Fig. 15. Nano hardness (Hn) of α' and γ grains after partitioning at 400℃ for 360 min measured by means of the Nano-indentation method. (Online version in color.)

の方法で処理した鋼板も、Lüders-likeのS-S曲線が観察されるのは共通している。

冷間圧延と400℃の処理を組み合わせた時の α' 相の寄与に関しては、いずれの方法でも α' 相中には多量の転位が存在しているため明確な差異は無いと思われる。しかし、R&P法では加工誘起 α' 相を冷間加工することで、ラスマルテンサイトの加工硬化に有効な転位配列の割合が増加する³⁸⁾点や、Partitioning処理によって α' 相中にCrとMoの炭化物が微細析出する点などを考慮すると、 γ 相を取り囲む α' 相が安定した強度と延性を具備しているものと推定される。

Fig.14, 15の結果は、 γ 相の格子ひずみが α' 相のそれに匹敵するレベルまで上昇している事を示している。これによって、 α' 相と γ 相の塑性変形が同調して進行するため、異相界面での応力集中が抑制される。つまり、Rolling工程は単に α' の変態率を制御するだけでなく、流動応力の異なる α' と γ の弾塑性変形挙動をシンクロさせる処理としても意味がある。取り分け、 γ 相が α' 相に取り囲まれるように形態制御された事で、 γ 相がmultimodalな延性を担う相として分散している事が極めて重要な点と考えられる。

5・3 R&P鋼の実用特性

DP鋼では母相と第二相の強度差を大きくすると、フェライト母相と第二相の界面近傍より微小降伏が促進され、両構成相間の塑性ひずみ差により発生する相応力により加工硬化性が向上する(n値の上昇⁵⁾)。反面、塑性不安定以後のくびれ変形域では両相界面からの微小割れの発生が促進され局部伸びが減少するため、曲げ性³⁹⁾や伸びフランジ性¹³⁾が劣化する。

1,000 MPaを超える超高強度鋼においては、均一伸びの大きい連続降伏型と降伏強度の高いLüders-like変形を伴う不連続降伏型のどちらを指向すべきであろうか。これまで開発された1,500 MPa以上の超高強度鋼のほとんどが後者である^{22,37,40)}。

不連続降伏に移行する組織学的要因としてあげられるのは、超微細結晶粒径と強い集合組織である。R&P鋼では冷間圧延により集合組織が発達し、 γ 相が α' 相に取り囲まれた微細粒組織に制御される。加えて、Partitioning処理により γ 相を強化することで、 α' 相と競合的に塑性変形しながら α' 変態が生じる。構成相間の強度差が小さいので異相界面で局所的応力集中を生じてクラックを発生する可能性も低い。塑性変形や α' 変態の開始条件が試験片平行部全体で一様であり、局所的応力集中領域が変態を伴う塑性変形を開始するとLüders帯となって平行部を伝播する。伝播終了後も加工硬化能を残しているため、均一変形を示してTSに達した後にくびれを開始する。大きい伸びが保証されているので、高い降伏強度を安心して利用することができるのが、R&P鋼の特長と言える。

R&P鋼の実用上のメリットは、 γ 相と α' 相の強度差が極

めて小さくかつ γ 相の塑性変形が α' 相の拘束を受けるため、界面での微小割れが発生し難いことが曲げ性や耐加工脆性に有利に作用していると考えられる。さらに、高降伏強度の α' 相がネットワーク状に γ 相を取り囲んでいることで、ネットワーク状の α' 相が γ 相中の疲労亀裂伝播に対するアレスト性を高めているのではないかと考えられる。

6. 結論

1,500 MPaを超える超高強度・高延性薄鋼板の開発を目的として、Rolling and Partitioning (R&P) 法の可能性を検討した結果、以下の結論を得た。

- (1) JIS-SUS633 (ASTM A693) 相当の準安定オーステナイト鋼をR&P処理に供することで、1,500 MPa以上の引張強さと20%以上の全伸びの良好な強度-延性バランスを有する超高強度鋼板の量産化を実現した。
- (2) 開発鋼板は、冷間圧延によって生成した加工誘起マルテンサイトが未変態残留オーステナイトを取り囲むように形態制御した上で、バッチ工程でマルテンサイト相から未変態オーステナイト相への固溶CのPartitioning熱処理を行うことで可能になった。
- (3) 開発鋼板は、完全弾塑性変形に近いLüders-likeなS-S曲線の特徴とし、1,500 MPa以上の流動応力を維持しながら20%以上の伸びを発現する。Lüders-likeな流動応力が維持されるのは、未変態 γ が逐次に加工誘起マルテンサイト変態する事によると考えられる。
- (4) 開発鋼板は、二次加工に伴う加工脆化がほとんど認められず、1,450 MPaの極めて高い疲労限度を有する。
- (5) 開発鋼板は、その場中性子回折測定によると弾塑性変形中の γ 相の格子ひずみが α' 相のそれに匹敵するレベルを示す。そのため、 γ 相と α' 相がほぼ同調して塑性変形を続けながら、逐次、 α' 変態することで局部くびれの発生を抑制することが高延性化の主因と考えられる。

謝辞

CrおよびMo炭化物の析出量の同定は、JFEスチール(株)スチール研究所分析物性研究部：奥田金晴博士および城代哲史博士の協力を得た。引張変形*in-situ*中性子回折実験は、J-PARC一般課題2017B0035で実施され、実験遂行においては原子力機構：諸岡聡博士および川崎卓郎博士、京都大学：Gong Wu博士の協力を得た。また、ナノインデント測定は物材機構：大村孝仁博士および王延緒博士の協力を得た。ここに深甚なる謝意を表する。

文 献

- 1) S.Hayami and T.Furukawa: Proc. Microalloying 75, TMS-AIME, Pittsburgh, PA, (1975), 78.

- 2) Conference Proceedings on Structure and Properties of Dual-Phase Steels, ed. by R.A.Kot and J.W.Morris, 108th AIME Meeting, TMS-AIME, Pittsburgh, PA, (1979).
- 3) Conference Proceedings on Fundamentals of Dual-Phase Steels, ed. by R.A.Kot and B.L.Bramfitt, 110th AIME Meeting, TMS-AIME, Pittsburgh, PA, (1981).
- 4) Y.Tomota and I.Tamura: *Bull. Jpn. Inst. Met.*, **14**(1975), 657 (in Japanese).
- 5) T.Furukawa: *Bull. Jpn. Inst. Met.*, **19**(1980), 439 (in Japanese).
- 6) Y.Tomota and I.Tamura: *Tetsu-to-Hagané*, **68**(1982), 1147 (in Japanese).
- 7) O.Matsumura, Y.Sakuma and H.Takechi: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, **27**(1987), 570.
- 8) O.Grässel and G.Frommeyer: *Mater. Sci. Technol.*, **14**(1998), 1213.
- 9) M.Koyama, T.Sawaguchi and K.Tsuzaki: *ISIJ Int.*, **53**(2013), 323.
- 10) E.D.Moor, P.Gibbs, J.Speer, D.Matlock and J.Schroth: *Iron Steel Technol.*, **7**(2010), 2.
- 11) H.Abe: *Tetsu-to-Hagané*, **68**(1982), 1203 (in Japanese).
- 12) Y.Nagataki, S.Tsuyama and Y.Hosoya: *Tetsu-to-Hagané*, **99**(2013), 71 (in Japanese).
- 13) A.Nishimoto, Y.Hosoya and K.Nakaoka: Fundamentals of Dual-Phase Steels, Proc. Symp., 110th AIME Meeting, ed. by R.A.Kot and B.L.Bramfitt, TMS-AIME, Pittsburgh, PA, (1981), 447.
- 14) J.G.Speer, D.K.Matlock, B.C.De Cooman and J.G.Schroth: *Acta Mater.*, **51**(2003), 2611.
- 15) J.G.Speer, D.K.Edmonds, F.C.Rizzo and D.K.Matlock: *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.*, **8**(2004), 219.
- 16) E.D.Moor, S.Lacroix, A.J.Clarke, J.Penning and J.G.Speer: *Metall. Mater. Trans. A*, **39**(2008), 2586.
- 17) Y.Toji, H.Matsuda, M.Herbig, P.-P. Choi and D.Raabe: *Acta Mater.*, **65**(2014), 215.
- 18) Y.Toji, G.Miyamoto and D.Raabe: *Acta Mater.*, **86**(2015), 137.
- 19) N.Tsuji, N.Kamikawa, R.Ueji, N.Takata, H.Koyama and D.Terada: *ISIJ Int.*, **48**(2008), 1114.
- 20) N.Tsuji, Y.Ito, Y.Saito and Y.Minamino: *Scr. Mater.*, **47**(2002), 893.
- 21) R.Ueji, N.Tsuji, Y.Minamino and Y.Koizumi: *Acta Mater.*, **50**(2002), 4177.
- 22) K.Edalati, T.Furuta, T.Daio, S.Kuramoto and Z.Horita: *Mater. Res. Lett.*, (2015), 197.
- 23) Y.Matsumura, K.Ogawa and Y.Hosoya: *CAMP-ISIJ*, **30**(2017), 951, CD-ROM (in Japanese).
- 24) Y.Matsumura, K.Ogawa, Y.Hosoya, S.Tanaka, M.Shimasaki and T.Hirata: *Materia Jpn.*, **57**(2018), 20 (in Japanese).
- 25) Y.Matsumura, Y.Hosoya, Y.Tomota and Y.Onuki: Proc. 6th Int. Conf. on Advanced Steels, ICAS 2018, The Korean Institute of Metals and Materials, Seoul, Korea, (2018), 1-5 HSS, 1-220.
- 26) K.Tomimura, S.Takaki and Y.Tokunaga: *Tetsu-to-Hagané*, **76**(1990), 1728 (in Japanese).
- 27) Y.Hosoya, T.Takahashi, H.Kobayashi, T.Shimomura and K.Matsudo: *Tetsu-to-Hagané*, **70**(1984), 396 (in Japanese).
- 28) T.Kinoshiro, K.Fujimoto, T.Inose and T.Ishida: *CAMP-ISIJ*, **24**(2011), 413, CD-ROM (in Japanese).
- 29) T.Ishigaki, A.Hoshikawa, M.Yonemura, T.Morishima, T.Kamiyama, R.Oishi, K.Aizawa, T.Sakuma, Y.Tomota, M.Arai, M.Hayashi, K.Ebata, Y.Takano, K.Komatsuzaki, H.Asano, Y.Takano and T.Kasao: *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A*, **600**(2009), 189.
- 30) S.Harjo, T.Ito, K.Aizawa, H.Arima, J.Abe, A.Moriai, T.Iwahashi and T.Kamiyama: *Mater. Sci. Forum*, **681**(2011), 443. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.681.443>
- 31) P.G.Xu, S.Harjo, M.Ojima, H.Suzuki, T.Ito, W.Gong, S.C.Vogel, J.Inoue, Y.Tomota, K.Aizawa and K.Akita: *J. Appl. Crystallogr.*, **51**(2018), 746.
- 32) Y.Tomota, N.Sekido, P.G.Xu, T.Kwasasaki, S.Harjo, M.Tanaka, T.Shinohara, Y.H.Su and A.Taniyama: *Tetsu-to-Hagané*, **103**(2017), 570 (in Japanese).
- 33) Y.Onuki, A.Hoshikawa, S.Sato, P.G.Xu, T.Ishigaki, Y.Sato, H.Todoroki and M.Hayashi: *J. Appl. Crystallogr.*, **49**(2016), 1579.
- 34) For example, S.Harjo, N.Tsuchida, J.Abe and W.Gong: *Sci. Rep.*, **7**(2017), Article number: 15149. <https://doi.org/10.1038/s41598-017-15252-5>
- 35) T.Ohmura, T.Hara and K.Tsuzaki: *Scr. Mater.*, **49**(2003), 1157.
- 36) M.Aramaki, S.Uchida, K.Yasuda, M.Oikawa and O.Furukimi: *Tetsu-to-Hagané*, **100**(2014), 81 (in Japanese).
- 37) B.B.He, B.Hu, H.W.Yen, G.J.Chang, Z.K.Wang, H.W.Lue and M.X.Huang: *Science*, **357**(2017), 1029.
- 38) S.Harjo, T.Kawasaki, Y.Tomota, W.Gong, K.Aizawa, G.Tichy, Z.Shi and T.Ungar: *Metall. Mater. Trans. A*, **48**(2017), 4080.
- 39) K.Hasegawa, K.Kawamura, T.Urabe and Y.Hosoya: *ISIJ Int.*, **44**(2004), 603.
- 40) T.Furuta, S.Kuramoto, T.Ohsuna, K.Oh-ishi and K.Horibuchi: *Scr. Mater.*, **101**(2015), 87.