

高機能を発現する複相鋼板の組織解析技術

Analysis Technology of Microstructure Formation in Dual Phase Steel with High Performance

山下 孝子 YAMASHITA Takako JFE スチール スチール研究所 分析・物性研究部 主任研究員 (課長)・博士 (工学)
田路 勇樹 TOUJI Yuki JFE スチール スチール研究所 鋼材研究部 主任研究員 (課長)
北原 保子 KITAHARA Yasuko JFE テクノリサーチ ソリューション本部 (川崎) ナノ材料評価センター表面形態分析グループ長

要旨

自動車用鋼板の高付加価値化のために、拡散シミュレーションを用いて冷間圧延 DP (Dual phase steel sheet) 鋼板の 2 相域焼鈍における元素分配や相変態挙動を解析する技術を開発した。電子線マイクロアナライザ (EPMA) などの物理解析手法を用いた組織解析に計算科学を加えることによって、鉄鋼材料の相変態挙動をより理論的に予測することができる。

Abstract:

In order to obtain high performance high strength steel sheets, JFE Steel has developed analysis techniques of phase transformation phenomena and distribution during intercritical annealing using diffusion simulation. Phase transformation behavior of steel can be predicted more theoretically by adding calculation to microstructural analysis.

1. はじめに

近年、自動車の車体軽量化による CO₂ 排出量削減のために、自動車車体にさまざまな高強度鋼板が使用されている。中でも複相組織鋼板 (Dual phase steel sheet, DP 鋼) は、Si および Mn を添加することで軟質なフェライト相中にマルテンサイトを分散させ、降伏場現象がないため降伏比の低い、さらに加工硬化指数 (n 値) が大きく伸びも大きいという優れた機械的特性を有する。そのため DP 鋼板は、自動車車体に展開されプレス成形性の向上およびスプリングバックの軽減が可能な鋼板として広く利用されている^{1,2)}。

一方で、DP 鋼は複相組織を有するため、組織形成過程における相変態挙動やフェライト相およびマルテンサイト相への合金元素の分配を把握し、材質との関係を明らかにすることが非常に重要である。DP 鋼の組織形成の基礎となる冶金理論は $\gamma \rightarrow \alpha$ あるいは $\alpha \rightarrow \gamma$ 相変態であるが、DP 鋼は組成が Fe-C-X (X は置換型合金元素 $X=X_1, X_2, \dots$) であるため、炭素と他の合金元素の拡散速度が極端に異なり、局所平衡あるいはパラ平衡で相変態が進行するケースが多いと考えられる。

そこで、JFE スチールでは実用鋼製造プロセスにおける DP 鋼の相変態挙動の解析を目標として、冷間圧延 DP 鋼製造プロセスにおいて基本となる $\alpha+\gamma$ 2 相域等温保持後の組織を凍結した試料の元素分配を電界放出型 (Field

emission: 以下 FE) 電子銃を搭載した FE-EPMA (Electron probe micro analyzer) を用いて元素分配挙動を観察するとともに、拡散シミュレーションを用いて解析することによって、DP 鋼の 2 相領域焼鈍の相変態挙動および元素分配を解析する技術を開発した。

2. 2 相域焼鈍における組織変化の解析

2.1 供試材および実験方法

検討に用いた供試材は、Fe-0.125C-1.4Si-1.98Mn (mass%) 4 元系のモデル鋼で、組織形成過程の Si, Mn の分配を評価するために図 1 に示した冷間圧延 DP 鋼の製造プロセスにおける $\alpha+\gamma$ 2 相域等温変態および連続冷却の各過程を凍結した試料を用いた。熱処理過程における 800°C の 2 相域焼鈍時の保持時間による γ 相分率および γ 相中の Mn 濃度の変化を図 2 に示す。図には Thermo-Calc³⁾ により求めた平衡の相分率および γ 相中 Mn 濃度を示すが、 γ 相率の方が速く平衡状態に達し、Mn の分配が遅れて平衡状態に達する。

そこで、 γ 相率はほぼ平衡分率に達しているが γ 相 (マルテンサイト相) への Mn の分配が平衡組成には達していない 800°C で 100 s 保持した試料 (試料 A) と、 γ 相率、Mn 量ともに平衡組成に達している 800°C で 1000 s 保持したものの (試料 B) の 2 種類の急冷試料を準備した。この 2 鋼種と急冷せずに 600°C まで冷却後、直ちに水冷したもの (試料 A を冷却したものは試料 C, 試料 B を冷却したものは試料 D) を供試材とした。

2015年7月31日受付

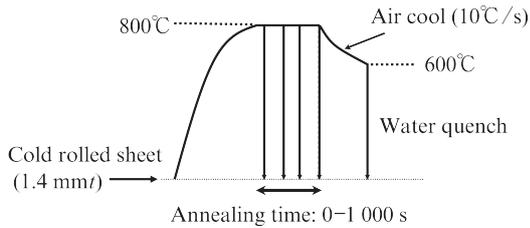


図1 DP (複相組織) 鋼の熱処理条件
Fig. 1 Schematic diagram of heat treatment⁸⁾

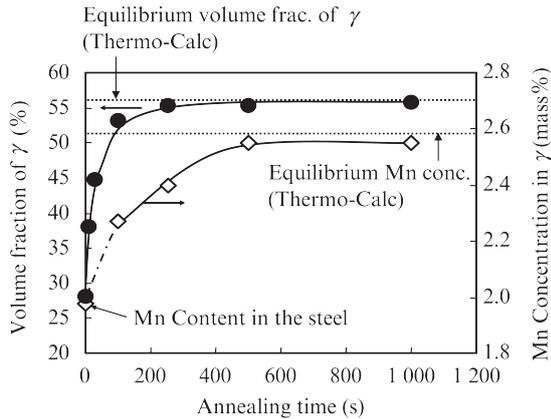


図2 800°C保持中の γ 相率と γ 相中 Mn 量の時間変化
Fig. 2 Variation of the austenite volume fraction and Mn concentration in γ with annealing time at 800°C⁸⁾

上記試料の元素分配の測定にはFE-EPMA:日本電子(株)製JXA-8500Fを用い、S/N比と分析面積の観点からC, Si, Mnを加速電圧9kVで分析した。測定は、8000倍の視野のマッピングおよび、定量ライン分析により行なった。定量には微小測定用の標準試料による検量線法を用いた。

2.2 拡散シミュレーションによる元素分配挙動解析

拡散シミュレーションには、さまざまな拡散現象を取り扱うモデルが準備されていて、より一般的な解析を可能としたスウェーデン王立工科大学で開発されたDICTRA(Diffusion Controlled TRAns-formation)を用いた^{4,5)}。DICTRAによる相変態挙動の計算については参考文献に委ねる⁶⁾。また、JFEスチールでは0.1Cおよび0.3C-2.0Mn-Fe(mass%)合金を用いた等温変態挙動実験値との比較検討を行ない、0.1C-2.0Mn-Fe(mass%)合金ではDICTRAの計算結果と実験結果がよく一致することを確認している⁷⁾。

800°C等温変態の計算モデルを図3に示す。検討に用いた4元系モデル合金の初期組織は α +パーライトであるが、初期組織におけるSi, Mnの分配はEPMA測定でほぼ均一であったため、パーライトはそのまま γ 相になるものとして、 α 相からの γ 相変態を計算した。また、結晶粒径が比較的大であることからセルの形状は矩形として、時間経過とともに

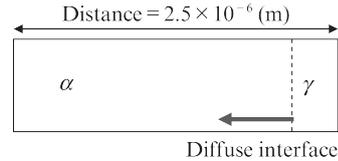


図3 DICTRAの800°C保持中 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態計算条件

Fig. 3 Geometry models for multi-component diffusion simulation for $\alpha \rightarrow \gamma$ transformation at isothermal treatment⁸⁾

セルの右側から γ 相が成長するように設定した。さらに、計算では核生成を取り扱わない拡散現象に限定するために、セルの右側にあらかじめ非常に薄い(1×10^{-9} m幅) γ 相を設定した。セル全体の長さは γ 相平均粒径の1/2の2.5 μ mとし、800°Cでの等温変態を1000 sまで計算した。

3. 複相鋼板の組織解析⁸⁾

試料A, Bの試料の α/γ 相界面における元素プロファイルの詳細に評価するために、C, Si, Mn量をライン分析にて定量した。分析位置の組成像および定量ライン分析結果を図4に示す。まず、試料Aでは、 α 相、 γ 相ともに相の中心部のSi, Mn量はほぼ鋼組成であり、界面近傍のみ拡散が生じているようなプロファイルを示した。一方、保持時間の長い試料Bでは、試料Aよりも γ 相中のSi濃度が低下するとともにMn濃度が上昇しており、Si, Mnとも元素分配が進行していた。

以上の相変態挙動を考察するために、DICTRAの計算を行なった。800°C等温変態のDICTRA計算結果を図5に示す。図には、 γ 相率の時間変化(横軸対数目盛)と、セル中のC,

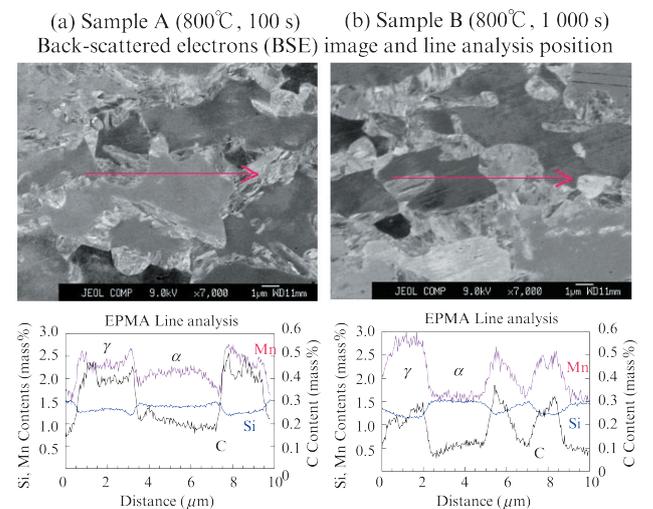


図4 FE-EPMA 定量ライン分析結果

Fig. 4 Field emission-electron probe micro analyzer (FE-EPMA) quantitative line analysis of Si, Mn

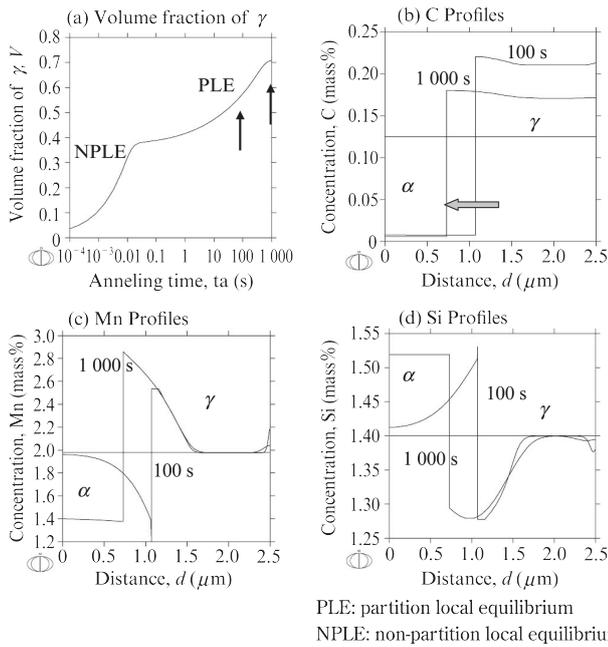


図5 800°C等温保持の $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態のDICTRA計算結果

Fig. 5 (a) Calculated variation of the austenite volume fraction with annealing time and (b) C, (c) Mn, (d) Si profiles in 100 s, 1 000 s during 800°C holding⁸⁾

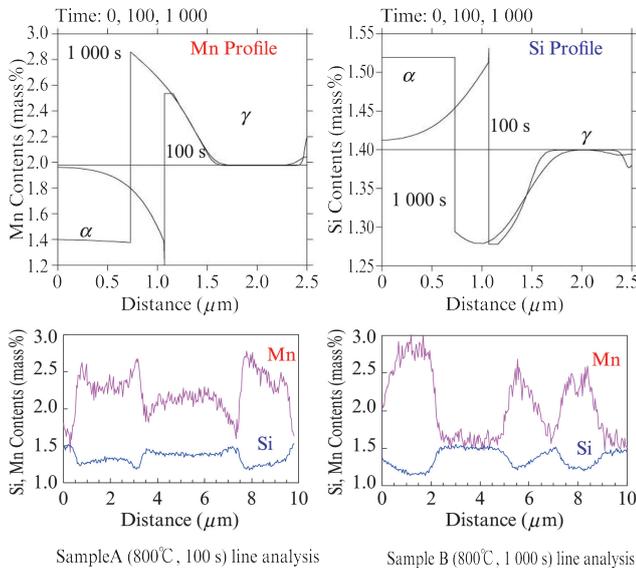


図6 Si, MnのFE-EPMAライン分析結果とDICTRA計算結果の比較

Fig. 6 Comparison between DICTRA Si, Mn profiles and field emission-electron probe micro analyzer (FE-EPMA) line analysis

Si, Mn プロファイルを0 s, 100 s, 1 000 s 後のものについて表示しているが、 α 単相の右側の境界から γ 相が成長し、それに伴い Si, Mn の分配が生じていることがわかる。図6に、これらのプロファイルを前述のFE-EPMAライン分析結果と比較して示すが、DICTRAの計算でも100 s 保持後ではSi, Mnとも界面のみ濃度変化が生じ、1 000 sでは分配が進行

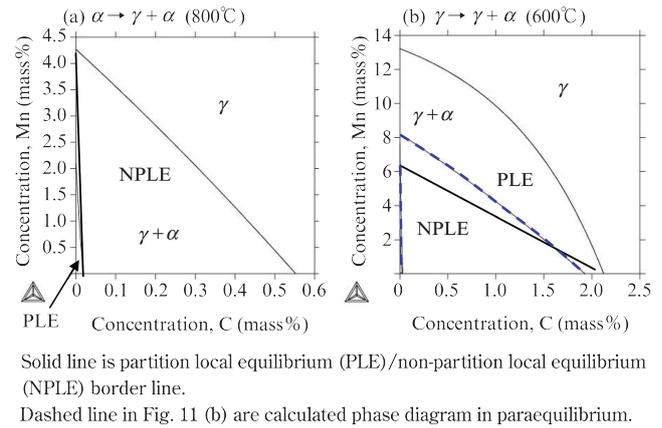


図7 800°Cにおける $\alpha \rightarrow \gamma$ 相変態のPLE/NPLE境界および600°Cにおける $\gamma \rightarrow \alpha$ 相変態のPLE/NPLE境界

Fig. 7 Calculated isothermal section of Fe-1.4 mass % Si-Mn-C phase diagram at (a) 800°C and (b) 600°C⁸⁾

してSi, Mnとも α 相のSi, Mn濃度が一定になっているところがよく一致している。

ここで、Thermo-Calcを用いて計算した800°Cおよび600°Cの等温断面状態図および本研究の冷間圧延DP鋼の熱履歴のPLE(Partition local equilibrium)/NPLE(Non-partition local equilibrium)境界線を図7に示す。冷間圧延板の800°C 2相域焼鈍は、 α 相からの $\alpha + \gamma$ 相逆変態であるので、境界線は図7(a)のように低C側に縦に立った形になる。したがって、本実験鋼組成の800°C等温変態では、C分配によりNPLEモードから変態初期よりPLE領域に入り、Si, Mn拡散を伴うPLEモードで変態が進行していると考えられる。

DICTRAの計算では、このようなNPLE/PLEの変換を考慮しているので、図5(a)に示したように800°C等温保持では100 s, 1 000 s後もPLE領域に入りSi, Mnも分配するようになる。以上より、Si, Mnなど合金元素分配挙動におけるDICTRAの解析は、これら複相組織評価において有効である。

試料A(100 s)を600°Cまで冷却した試料Cの γ 相の相分率時間変化およびC, Si, Mnプロフィールを、0, 10, 20 s後すなわち800, 700, 600°Cで計算した結果を図8に示す。図より、600°Cまでの冷却で $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態が進行し、 γ 相率が減少することがわかる。元素プロフィールの変化としては、Cは界面の移動とともに分配して相界面と濃度変動の位置が一致して移動しているが、Si, Mnはほとんど移動せず、スパイクのみ移動することが明らかとなった。すなわち、図7(b)に示したように、800°Cから600°Cの冷却はNPLEかパラ平衡で進行する。試料CのFE-EPMA元素マッピング結果には、図9に示すように相変態の界面のみ移動し、Si, Mn分配が生じていない界面が存在していた(たとえば、図9(b)で赤色の円で示した場所)。

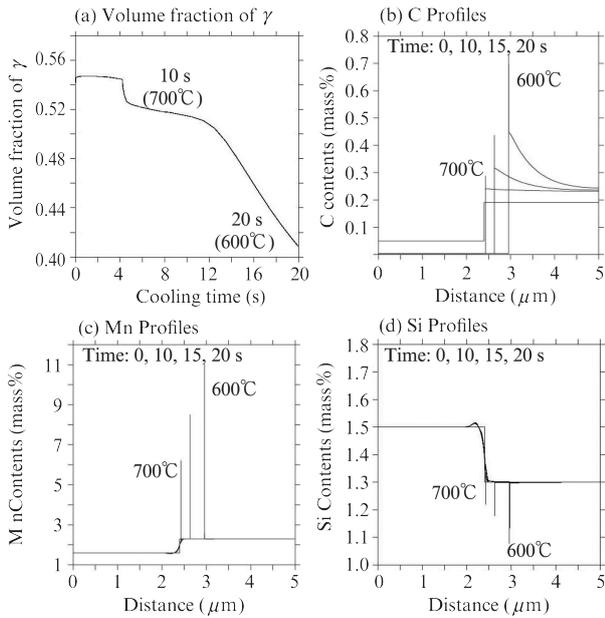


図8 800°C, 100 s 保持から連続冷却した場合の変態挙動の DICTRA 計算結果

Fig. 8 (a) Calculated variation of the austenite volume fraction with cooling time from 800°C, 100 s and (b) C, (c) Mn, (d) Si profiles⁸⁾

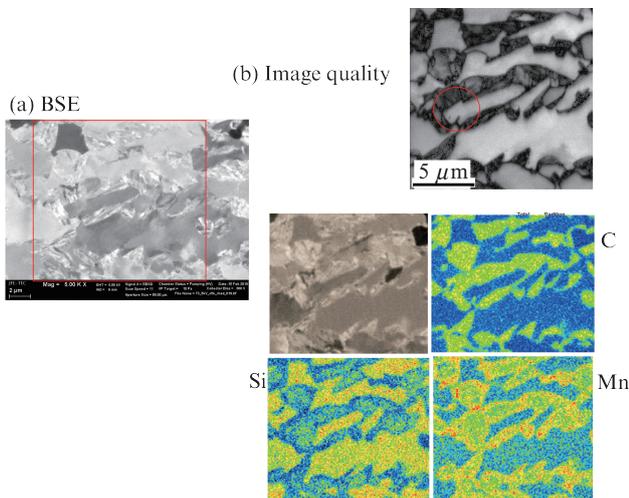


図9 試料CのEBSP測定結果と同一位置のFE-EPMAによるC, Mn, Si マッピング測定結果

Fig. 9 (a) Back-scattered electrons (BSE) image, (b) Image quality of electron back-scattering pattern (EBSP) and (c) Field emission-electron probe micro analyzer (FE-EPMA) C, Mn, Si mapping on same position of sample C⁸⁾

4. おわりに

FE-EPMAを用いてFe-C-Si-Mn4元系モデル合金の複相組織による α /マルテンサイト相の元素分配挙動を拡散律速変態型相変態解析ソフトDICTRAの計算と併せて解析した。その結果、以下のことが明らかになった。

- (1) 800°Cの等温保持においてC分配は変態初期より急速に起こり、変態モードは速やかにPLEで進行するようになる
- (2) それに伴い、Si, Mnの分配が保持時間によって変化する。FE-EPMAのSi, Mn分布測定結果は計算結果とよく一致する。
- (3) 800°C保持後600°Cまでの連続冷却ではSi, Mnは変化が見られず、分配が起こっていない。Cの分配は進行しており、冷却時はNPLEあるいはパラ平衡で変態が進行していると考えられる。
- (4) 以上より、冷間圧延DP鋼は冷却前の保持時間でSi, Mnの元素分布が決まり、等温保持の条件が特性決定の上で重要である。

このように、FE-EPMAのSi, Mnなど合金元素測定およびDICTRAの解析は、複相組織の評価において有効であり、JFEスチールでは、これらの解析技術を駆使してハイテン開発を推進している。

参考文献

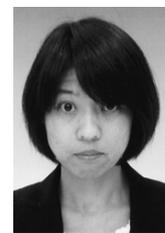
- 1) 瀬戸一洋. 塑性と加工, 2013, vol. 54, p. 9.
- 2) 石渡亮伸, 卜部正樹, 稲積透. JFE技報. 2012, no. 30 p. 19.
- 3) Agren, J. J. Phys. Chem. Solids. 1982, vol. 43 p. 385.
- 4) Andersson, J. O.; Hoglund, L.; Jonsson, B.; Agren, J. Fundamentals and applications of ternary diffusion. Purdy, G. R. ed. Pergamon Press, 1990, p. 153.
- 5) Sundman, B.; Jansson B.; Andersson J-O. CALPHAD. 1985, vol. 9, p. 153.
- 6) 山下孝子. 「材料の拡散」金属学会セミナーテキスト. 2014, p. 49.
- 7) 山下孝子, 山崎真吾, 大沼郁雄, 榎本正人. 「鋼の拡散型組織形成に及ぼす合金元素の効果」フォーラム成果報告書. ISIJ, 2010, p. 11.
- 8) 山下孝子, 田路勇樹, 野呂寿人. 日本金属学会誌. 2011, vol. 75, p. 398.



山下 孝子



田路 勇樹



北原 保子