

# 超微細な結晶粒を有する高強度冷延鋼板の 製造に関する研究

伊藤博康\*・大井聡史\*・青木晋一\*<sup>2</sup>・上田利行\*<sup>3</sup>

Research on Manufacturing High Strength Cold-rolled Steel with Ultra-fine Grain

Hiroyasu ITO, Satoshi OOI, Shinichi AOKI and Toshiyuki UEDA

**Synopsis** : We have developed a low-alloy steel without adding chromium (Cr) and nickel (Ni), which has high tensile strength (TS) of 1000MPa grade and good formability. As a raw material, we used a hot-rolled steel with fine grains of 5 $\mu$ m or less. It contains titanium (Ti) because of restraining grain growth by precipitation of titanium carbide (TiC) during annealing or cooling process. Especially in order to obtain high tensile strength, it is important to disperse the TiC uniformly. In this paper, we report on suitable manufacturing conditions to produce the developed steel sheet.

After cold rolling, the steel sheet was annealed at 740-760°C that is in the two phase (ferrite ( $\alpha$ ) + austenite ( $\gamma$ )) region to make fine grains by  $\gamma \rightarrow \alpha$  transformation. As a result, an ultra fine grained steel with the grain size of 1.2 $\mu$ m diameter could be produced. When the steel was rapid-cooled to 300°C and austempered for 180 sec after keeping at 740-760°C for 40-60 sec, its microstructure became three complex phases,  $\alpha$ , bainite (B) as a hard phase and retained  $\gamma$  ( $\gamma_R$ ) whose volume fraction was 7%. This steel plate with complex microstructure ( $\alpha + B + \gamma_R$ ) showed high TS of 1150 MPa and total elongation (T.EL) of 13%.

In manufacturing line we could also make the products at the range from 0.15 to 0.60 mm thickness, which had similar properties and have been mass-producing them as materials applied to electronics parts.

**Key Words** : high tensile strength ; cold-rolled steel ; low alloyed steel ; ultra fine grain ; complex phases ; bainite ; retained  $\gamma$

## 1. 緒言

近年、省エネルギー化あるいはコストダウンを目的に、ノートパソコンやプラズマテレビといった電子機器や自動車の軽量化が注目されている。部材の軽量化を図る際には、鋼板の薄肉化が有効な手段として用いられている。しかし、薄肉化を行う時には、鋼板の剛性が低下してしまうために、板厚減少分以上に鋼板強度の上昇が必要となってくる。

鋼板の強化法に関しては、固溶強化、析出強化等が考えられるが、添加元素の選定によっては、コストアップとなるばかりでなく、リサイクル性の観点からも問題となる<sup>1)</sup>ため、なるべく低合金系の鋼板を使用することが望ましい。

一方で、結晶粒を微細化することによる強化法は、結晶粒のピン止めに有効なNbCやTiCといった微細析出物を生成するだけの合金元素を添加するだけで十分であるため、CrやMoといった高価な合金元素を添加する必要がない。また、結晶粒微細化強化においては、高強度化時の加工性についても劣化度を少なくできる<sup>2)</sup>ため、高い引張強度と加工性を有する鋼板の製造に適した強化法である。

結晶粒径が2 $\mu$ m以下の超微細粒鋼に関しては、様々な調査結果が報告されている<sup>3,4)</sup>が、工業生産としては製造が困難<sup>5,6)</sup>とされており、成功した報告例は少ない。また、CrやNiを添加していないC-Mn鋼にて高い引張強度を有する鋼板の製造が可能となれば、安価な高強度鋼板を製造できる点で非常に有益となる。

\* 下松工場 技術部

\*<sup>2</sup> 本社 市場開発プロジェクト 副参事

\*<sup>3</sup> 技術研究所 グループ主任研究員

**Table1** Chemical composition of steel used (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Al	N	Ti	B
0.18	0.20	1.80	0.011	0.003	0.04	0.0039	0.15	0.0024

**Table2** Mechanical properties of Hot-rolled steel used

Y.P. (MPa)	T.S. (MPa)	T.EL. (%)
772	858	14

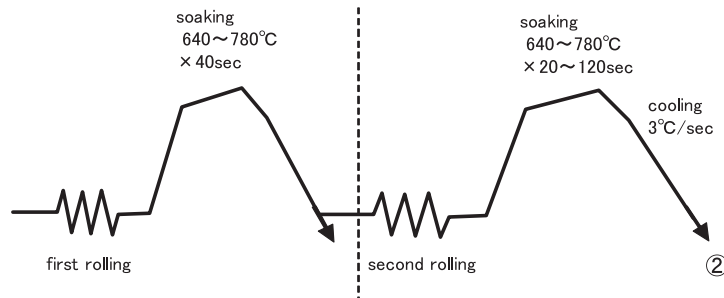
本研究においては、C-Mn鋼を用いて結晶粒径 $2\mu\text{m}$ 以下で引張強度が780MPaを超える冷延鋼板の製造を目的に、最適な特性が得られる再結晶焼鈍条件について調査した。その調査結果を基に、実機ラインにて製造した結果についても報告する。

## 2. 実験方法

Table1 に開発鋼の化学成分を示す。C-Mn鋼をベースとし、結晶粒のピン止め効果を目的に適量のTiを添加している。転炉にて所定の化学成分となるように調整した鋼を連続鋳造機にてスラブとし、高圧下急冷却の熱延を施した。熱延条件については、結晶粒が粗大化しないように約 $500^{\circ}\text{C}$ 以下の温度で巻き取りを行った。得られた熱延鋼板は、平均結晶粒径 $5\mu\text{m}$ 以下の組織となっており、高い引張強度を有している (Table2)。 $95^{\circ}\text{C}$ の硫酸酸洗にて表層スケールを除去した後、60%以上の冷間圧延を施し、Fig. 1 に示す熱処理条件にて連続焼鈍を行った。実機での製造を想定す

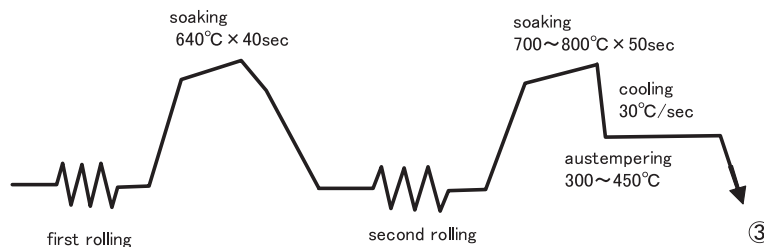
ると、一回の冷間圧延のみでは、板厚によっては最終製品厚になるまで圧延することが不可能であるため、一次冷間圧延後に中間焼鈍を施し、二次冷間圧延にて所定の板厚とし、その後最終焼鈍を行った。また、Fig. 2 に最終焼鈍において急冷却及び低温での恒温保持を実施した時の熱処理条件を示す。必要に応じて、焼鈍後に0.5%程度の調質圧延を実施した。熱処理については、(株)真空理工製の熱処理シュミレーターを用いて行った。

材料評価には、JIS 5号試験片を用いた引張試験およびマイクロビッカース硬度計を用いた断面硬度測定を行った。断面組織観察は、ナイトール (5%硝酸+エタノール) でエッチングした後、光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて実施した。結晶粒径の測定は、JIS G0552に基づき実施しており、本開発鋼においては、 $10\mu\text{m}$ 以上を粗大粒と定義した。残留オーステナイト (以下 $\gamma_R$ で表す) 量の測定は、X線回折法を用いて、板厚の1/4位置における回折線積分強度 (Cu-K $\alpha$ ) より求めた。



①Process of first rolling and single annealing ②Process of second rolling and final annealing

**Fig.1** Schematic diagram of the heat treatment processes ; ①first rolling and first annealing,②second rolling and final annealing of the cold-rolled steel sheets used in this study



③Process of rapid cooling and austempering

**Fig.2** Schematic diagram of the heat treatment processes ; ③second rolling and final annealing ; with rapid-cooling and austempering

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 中間焼鈍後の引張特性

一次冷間圧延後、種々の温度で連続焼鈍を施した時の引張特性（引張強度；T.S.,全伸び；T.EL.）と断面組織（圧延平行断面；光顕観察）について、それぞれFig.3およびFig.4に示す。焼鈍温度が640°C(a)のときは、全面が未再結晶組織であるため、T.S.は高いが、伸びが全く得られていない。その後、680°C(b)まで温度を上げると、再結晶組織が多く見られるようになるため著しく軟化を示し、伸びの回復も見られる。また、680°Cにおいては、特に板厚表層付近（写真上部）で、初析フェライト（以下 $\alpha$ で表す）の著しい粒成長が確認できる。

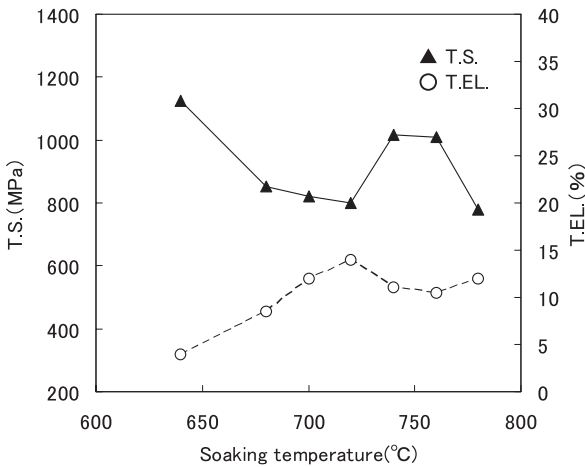


Fig.3 Changes of T.S. and T.EL. with soaking temperature of first annealing

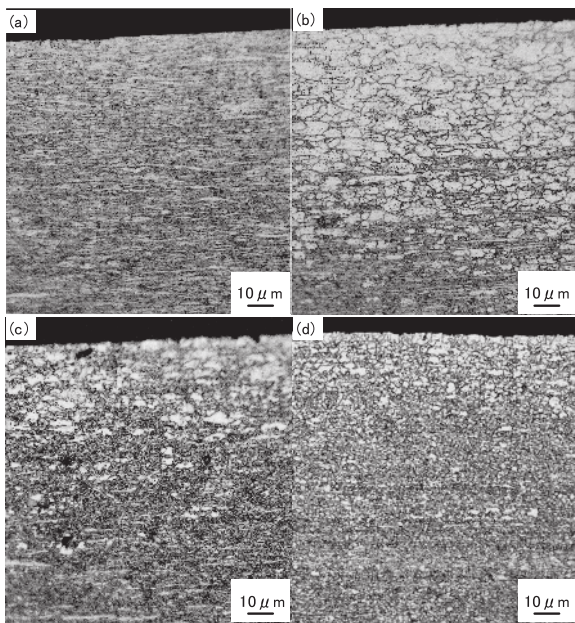


Fig.4 Light optical micrographs of each steels after first annealing ; soaking temperature : (a)640°C, (b)680°C, (c)740°C, (d)780°C

一方、740°C(c)においては、表層部における10 $\mu$ m以上の粗大粒の割合が、680°C(b)のときに比べ低減し、板厚中央部は2~3 $\mu$ mの微細な加工組織が存在している。 $\alpha$ +オーステナイト（以下 $\gamma$ で表す） $\rightarrow$  $\alpha$ 変態により、結晶粒の粗大化を抑制できていることと、2相域（ $\alpha$ + $\gamma$ ）で焼鈍を行うことで、冷却後にベイナイト（以下Bで表す）あるいはマルテンサイト（以下 $\alpha'$ で表す）が生成していることが、強度が著しく上昇している原因と考えられる。

さらに780°C(d)まで温度を上げると、表層の粒成長は進行していないが、板厚中央部の微細粒が等軸化し、強度は低下している。これは、Bあるいは $\alpha'$ の生成による強度上昇よりも転位の回復あるいは、結晶粒成長による軟質化の方が支配的であるためと考えられる。

以上の結果より、板厚表層部の結晶粒を微細に維持し、且つ2相域焼鈍によってBや $\alpha'$ を含む複合組織とすることで、鋼板の強度を向上させることが可能となる。

#### 3.2 最終焼鈍後の組織と引張特性

一次冷延後、種々の温度で中間焼鈍を施した後、圧延率60%の二次圧延を行い、板厚0.20mmとした試料にて、最終焼鈍を施し引張試験に供した。Fig.5に最終焼鈍温度とT.S.およびT.EL.の関係を示す。最終焼鈍後の引張特性は、Fig.3に示す中間焼鈍時の挙動と同じ傾向を示し、740°Cでの焼鈍時に、最も高い強度と高い延性を有した材料が得られる結果となった。また、中間焼鈍温度が高いほど、最終焼鈍後に軟質となっており、中間焼鈍後の強度には単純に依存していない結果となった。Fig.6に最終焼鈍後の断面組織（圧延平行；光顕観察）を示す。中間焼鈍時に再結晶していても、最終焼鈍が640°Cのときは、二次圧延での冷延組織から再結晶が進行しておらず、伸びも低いままである。一方で、最終焼鈍が680°Cであっても、中間焼鈍が740°Cのときには粗大粒がほぼ全面に渡っており、中間焼鈍時に有していた2相（ $\alpha$ +B）組織を維持できていない

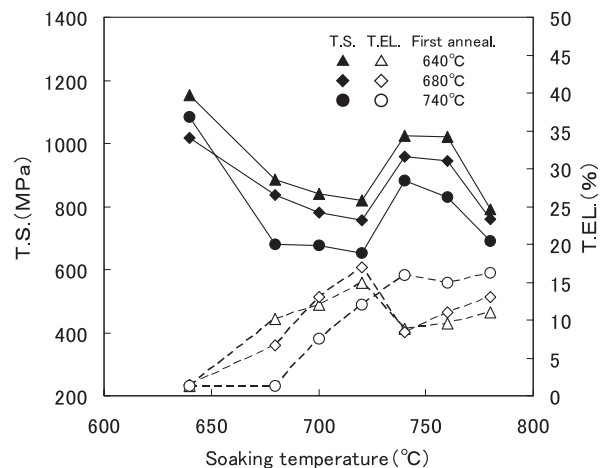


Fig.5 Changes of T.S. and T.EL. with soaking temperature of final annealing



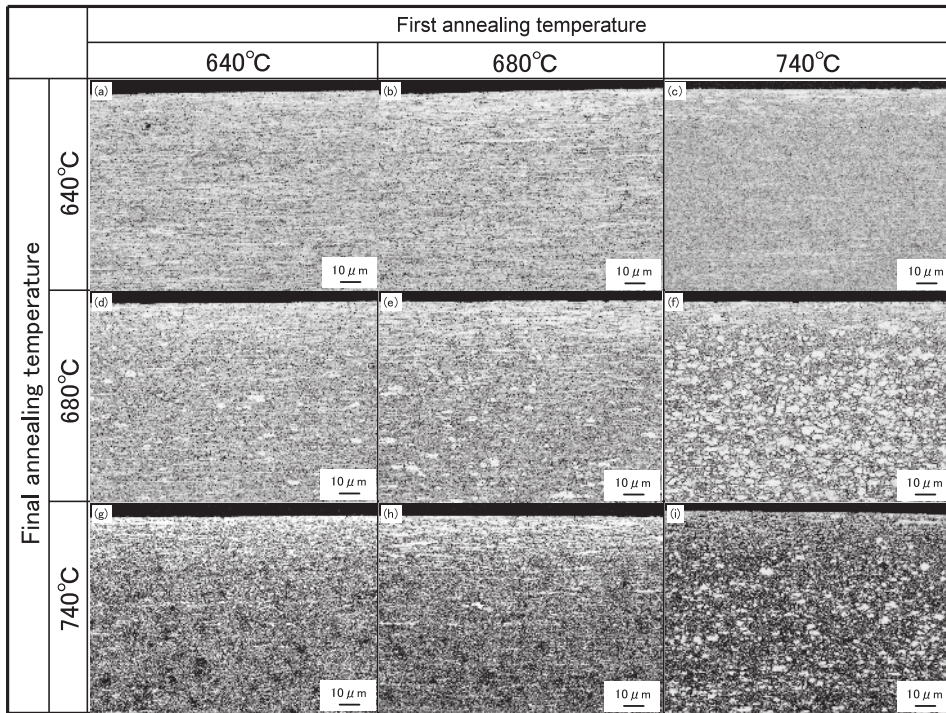


Fig.6 Light optical micrographs of each steels after final annealing

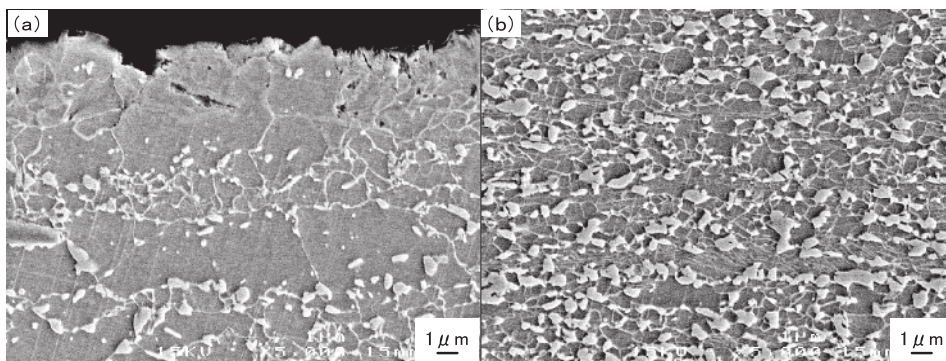


Fig.7 Scanning electron micrographs of test pieces after final annealing (a) surface, (b) core

ため軟質化してしまっている。また、最大強度と高い伸びが得られる740°Cで最終焼鈍を行ったときは、中間焼鈍温度が高い方が粒成長する粒の頻度が高くなっており、最終焼鈍後の強度は低くなっている。結果的に、中間焼鈍時と同様に、最終焼鈍後に表層部の粒成長を抑制し、微細結晶粒を広い範囲で維持できている試料において、最も高強度かつ高延性の鋼板が製造できており、中間焼鈍温度が640°C、最終焼鈍温度が740°Cの組み合わせが最適条件であると考えられる。

ここで、板厚表層部と中央部において結晶粒径の違いが生じることについて考察する。本開発鋼においては、TiCによって結晶粒のピン止めを行っており、再結晶焼鈍時にTiCを均一で微細に分散させることが微細粒の維持に有効である。Fig. 7 に最終焼鈍後の a) 板厚表層部と b) 板厚中心部の断面SEM写真を示す。表層部においては、約10 μmほどに粗大化した結晶粒が多くの領域を占めており、粒

界に炭化物が点在しているものの、粒成長の抑制効果は得られていない。一方で、中心部においては、フェライト粒は第2相（Bあるいは炭化物）と隣接しており、結晶粒の成長が抑制されている。さらに中心部においては、粒界に沿って残留 $\gamma$ の生成も見られている。

以上のように、同一試料において表層と中心部で結晶粒径が異なるために、引張強度のバラツキが生じる結果となっている。このような粒径の差が生じる原因については、明確となっていないが、熱延巻取り時の温度とCの分散状態が影響していると考えられるため、熱延条件による影響については今後の研究課題とする。

### 3.3 引張強度と結晶粒径

粒成長の抑制が強度の向上に重要であることは、前述したが、結晶粒微細化強化に関して、強度と結晶粒径との関係は、次に示すHall-Petchの式<sup>7,8)</sup>で表現されることが

よく知られている。

$$\sigma = \sigma_0 + kD^{-1/2}$$

$\sigma$ は引張強度、 $D$ は平均フェライト結晶粒径、 $\sigma_0$ 、 $k$ はそれぞれ定数を示す。Fig. 8に本開発鋼における最終焼鈍後の平均フェライト結晶粒径とT.S.の関係を示す。Hall-Petchの式と同様に、本開発鋼においても、結晶粒径が小さくなるとT.S.は上昇していき、T.S.が1000MPaを越えた試料においては、平均結晶粒径が1.2 $\mu$ mと非常に微細なフェライト粒が得られている。ここでは、T.S.と $D^{-1/2}$ の間には比較的良好な直線関係が得られているが、この強度の上昇は、微細粒強化だけでなく、 $B$ や $\alpha'$ の複合組織強化も含んでいることを考慮すると、単純に粒径で整理するの

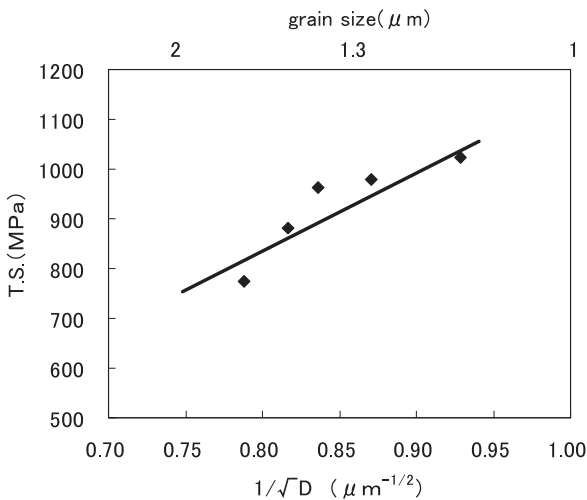


Fig. 8 Relationship between the grain size and T.S.

は妥当ではないと言える。

### 3.4 2相域焼鈍における特性向上

強度の上昇に結晶粒径の制御が重要であることは前述したが、強度に及ぼす複合組織の影響について、以後調査を行った。Fig. 9は、中間焼鈍温度を640 $^{\circ}$ Cに固定し、最終

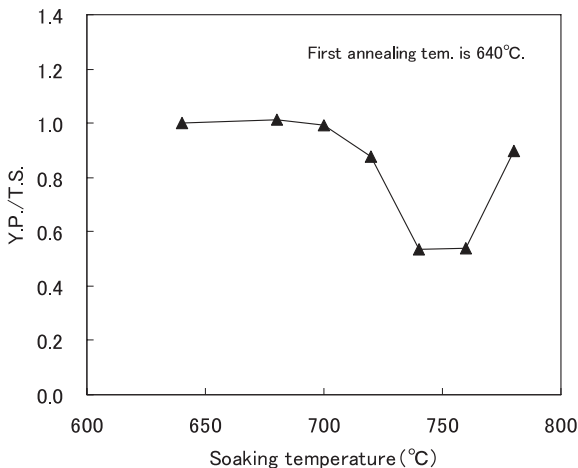


Fig. 9 Changes of (Y.P. / T.S.) with soaking temperature of final annealing

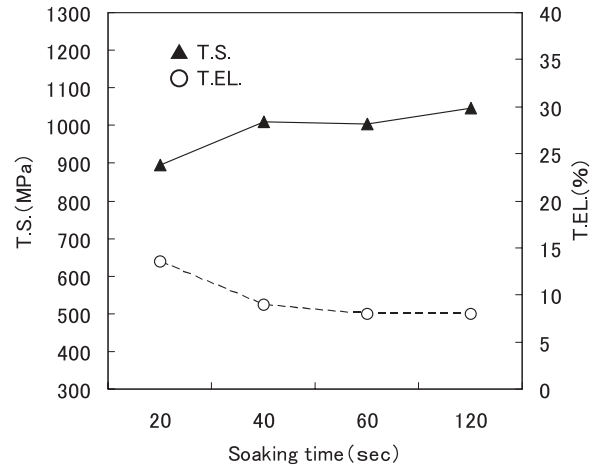


Fig. 10 Changes of T.S. and T.EL. with soaking time of final annealing

焼鈍温度を変化させた時の降伏比 (Y.P. / T.S.) の変化を示す。700 $^{\circ}$ Cまで降伏比はほとんど変化していないが、740 $^{\circ}$ Cで降伏比は、最小値をとり、780 $^{\circ}$ Cの焼鈍において再び上昇している。740 $^{\circ}$ Cの焼鈍後において降伏比が低いのは、D.P. (Dual Phase) 鋼の特徴であり<sup>9)</sup>、前述したように2相域で焼鈍することによって、 $\alpha + B$ あるいは $\alpha + \alpha'$ の複合組織が室温で得られていることを表している。

Fig. 10に最終焼鈍温度を740 $^{\circ}$ Cで保持したときの時間とT.S.およびT.EL.の関係を示す。740 $^{\circ}$ Cの焼鈍温度では、40秒以上保持すれば、1000MPa以上の引張強度が安定して得られる結果になっている。一方、均熱時間が40秒未満のときは、熱量不足により $\gamma$ への変態が十分に進行しないため、生成する $B$ 量が少なくなり、引張強度は低い値となっている。

### 3.5 残留 $\gamma$ の影響

以上の結果と考察から、本開発鋼における引張強度の向上には、①結晶粒微細化強化、② $B, \alpha'$ といった硬質組織を利用した組織強化といった複数の強化機構が適用できることになる。その他、考えられる要素としては③ $\gamma_R$ →加工誘起 $\alpha'$ 変態による強度アップが挙げられる。1.5wt%以上のMnを含む鋼においては、冷却速度がそれほど早くなくとも、焼鈍後に4~7%程度の $\gamma_R$ を生成することができる<sup>9)</sup>という報告もあり、本開発鋼においても十分にMn量が高い(1.8wt%)ため、同様の効果が期待できる。Fig. 11に中間焼鈍温度を640 $^{\circ}$ Cに固定し、最終焼鈍温度を変化させたとき(均熱時間は50sec)の焼鈍後の $\gamma_R$ 量の変化を示す。700 $^{\circ}$ Cまでは、 $\gamma_R$ はほとんど存在していないが、720~760 $^{\circ}$ Cで最終焼鈍を行い、3 $^{\circ}$ C/sec程度の冷却速度で室温まで冷却した試料においては、約4%の $\gamma_R$ を得ることができており、これが $\alpha'$ に変態することで引張強度が向上していると考えられる。しかし、780 $^{\circ}$ Cまで最終焼鈍温度を上げると、熱延後に残存していた固溶CがTiCとして

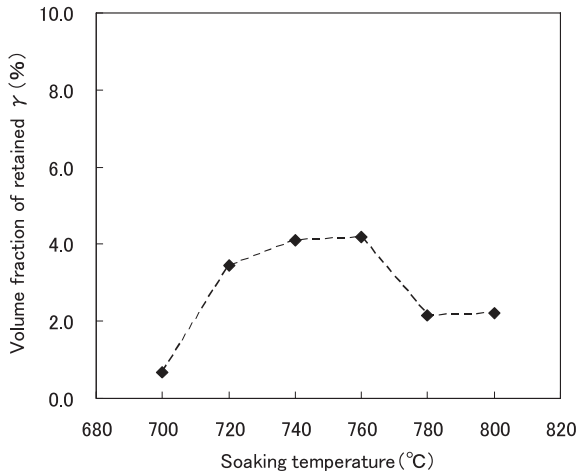


Fig.11 Changes of the volume fraction of retained  $\gamma$  with soaking temperature of final annealing

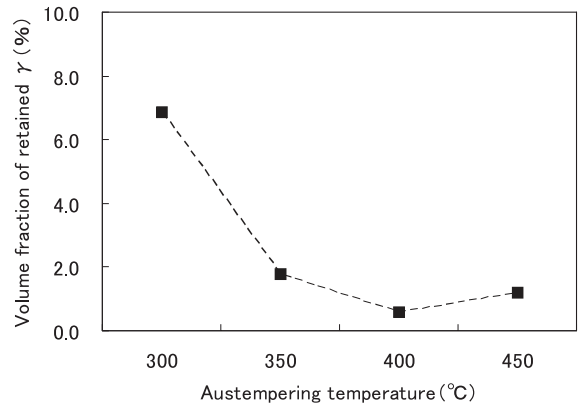


Fig.13 Changes of the volume fraction of retained  $\gamma$  with austempering temperature

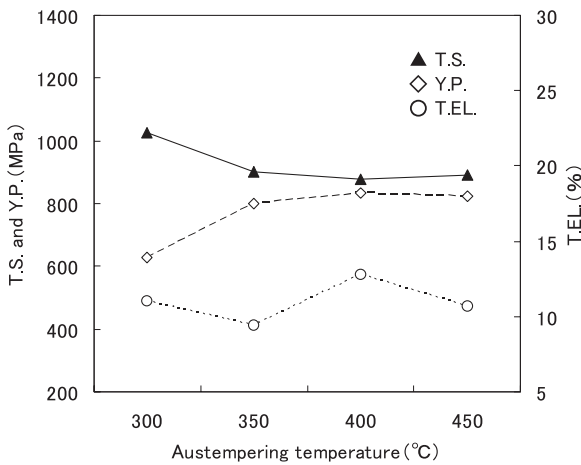


Fig.12 Relationship between austempering temperature and mechanical properties

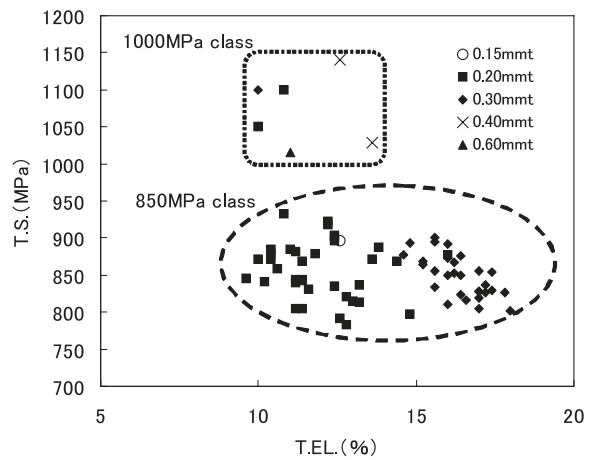


Fig.14 Mechanical properties of manufactured products in each thickness

析出してしまい、 $\gamma_R$ 生成に必要な量の固溶Cが偏析できなくなるため<sup>10)</sup>、結果として冷却後に $\gamma_R$ がほとんど存在せず、引張強度は向上していないと考えられる。

### 3.6 最終焼鈍後の急冷却・恒温保持による特性向上

本開発鋼においては、B量と $\gamma_R$ 量を多く存在させることで、さらなる強度上昇が可能であり、これらの生成量を制御するために、最終焼鈍後に導入した急冷却と低温での恒温保持の影響について調査する必要がある。そこで、中間焼鈍温度を640°C、最終焼鈍温度を740°C、保持時間50 secで固定し、30°C/secの速度で急冷却した後、300~450°Cで恒温保持させたときの機械特性についてFig.12に示す。恒温保持温度を450~350°Cと低下させても機械特性に大きな変化は見られないが、300°CではT.S.は急激に上昇し、Y.P.は低減していくため低い降伏比を示すようになる。Fig.13に恒温保持温度と $\gamma_R$ の関係について示す。 $\gamma_R$ は、300°Cの時に約7%という高い値を示しており、このときT.S.も最大値をとっている。本開発鋼のMs点は410°C付近と予想されるが、断面硬度測定結果では、Hv:320程度で

あり、 $\alpha'$ の生成ではなく、主としてBが生成していると考えられる。従って、740°Cの最終焼鈍後、30°C/secで冷却した後、300°Cにて恒温保持すると、 $\alpha + B + \gamma_R$ の複合組織となり、高い引張強度と良好な伸びを有した鋼板が製造可能となっている。

### 3.7 実機試作結果

本開発鋼を用いて、弊社実機ラインにて製造した試料の引張特性をFig.14に示す。熱延鋼板を硫酸酸洗にてスケール除去後、60~75%の一次冷間圧延を行い中間焼鈍を施した。その後、50~67%の二次冷間圧延を行い最終焼鈍後(一部で急冷却+恒温保持実施)、調質圧延を施し、最終製品厚:0.15~0.60mmにて特性評価を実施した。実機製造品においても、T.S.は1150MPa、T.E.L.も13%という強度・延性バランスに優れた冷延鋼板が再現できた。結果、以下に示す仕様の冷延鋼板が作り分け可能となった。

850MPa級 T.S.=780~950MPa T.E.L.=10~18%  
1000MPa級 T.S.=1000~1150MPa T.E.L.=10~14%



850MPa級材は、電子機器部品用途として量産中であり、1000MPa級材は、1200MPa級材の製造を目的に改善試作中である。

## 4. 結 言

780MPa以上の引張強度を有する冷延鋼板の製造を目的に、微細粒熱延鋼板を用いて、主に焼鈍条件について調査した結果、以下の結論を得た。

- (1) 焼鈍温度が720°Cまでは、温度上昇とともに単調に強度は低下するが、740~760°Cの範囲においては、強度が大幅に上昇した。また、780°Cでは強度は再び低下した。
- (2) 2相域 ( $\alpha + \gamma$ ) での最終焼鈍後に2 $\mu\text{m}$ 以下の超微細結晶粒を得ることができ、そのとき強度は、1000MPa以上に達した。また、強度の維持には、板厚表層部の結晶粒の粒成長を抑制することが重要であった。
- (3) 2相域 ( $\alpha + \gamma$ ) での均熱焼鈍を40sec以上行うことで、冷却後に降伏比の低い複合組織鋼板を得ることができた。
- (4) 焼鈍後の急冷却および300°Cでの恒温保持により、最大7%の残留 $\gamma$ と硬質なBを含む複合組織鋼板を得ることができた。
- (5) 2 $\mu\text{m}$ 以下の超微細結晶粒と複合組織 ( $\alpha + B + \gamma_R$ ) を組み合わせることで、最大1150MPaの引張強度を有し、約13%と加工性にも優れた鋼板が得られ、850MPa級 (T.S.=780~950MPa, T.EL.=10~18%) および1000MPa級 (T.S.=1000~1150MPa, T.EL.=10~14%) の高強度冷延鋼板の製造が可能となった。

## 引 用 文 献

- 1) 片山裕之, 水上義正: までりあ, **35** (1996), 1283
- 2) 長井 寿: ふえらむ, **4-11** (1999), 741
- 3) 木村勇次, 高木節雄: 塑性と加工, **41** (2000), 13
- 4) N.Tsujii, R.Uejii, Y.Minamino and Y.Saito: Scr.Mater., **46** (2002), 305
- 5) 土田紀之, 小野 匠, 友田 陽, 長井 寿: 日本機械学会論文集 A編, **68** (2002), 1547
- 6) N.Tsuchida, Y.Tomota and K.Nagai: ISIJ Int., **42** (2002), 1594
- 7) E.O.Hall: Proc.Phys.Soc., **64** (1951), 747
- 8) N.J.Petch: J.Iron Steel Inst., **174** (1953), 25
- 9) 古川 敬, 森川博文, 遠藤道雄, 武智 弘, 小山一夫, 秋末 治, 山田輝昭: 鉄と鋼, **68** (1982), 2001
- 10) 篠田研一, 山田利郎: 熱処理, **20** (1980), 326