

修士論文

通電加熱ダイクエンチにおける処理条件と機械的特性の関係

指導教員 牧 清二郎 教授

平成 23 年度

三重大学大学院工学研究科
博士前期課程機械工学専攻

中谷 広樹

目次	
第1章 緒言	1
第2章 通電加熱・ダイクエンチ	3
2.1 熱間プレス・ダイクエンチ	3
2.2 通電加熱の利用	4
2.3 加熱温度と組織の関係	5
第3章 実験方法	8
3.1 実験材料	8
3.2 通電加熱・ダイクエンチ実験	11
3.2.1 実験装置	11
3.2.2 実験手順	14
3.2.3 温度測定方法	16
3.3 組織観察	18
3.4 ビッカース硬さ試験	19
3.5 引張試験	20
第4章 実験結果及び考察	22
4.1 接触圧力の影響	22
4.1.1 加熱冷却特性	22
4.1.2 組織	24
4.1.3 硬さ特性	25
4.1.4 引張特性	26
4.2 加熱温度の影響	28
4.2.1 加熱冷却特性	28
4.2.2 組織	33
4.2.3 硬さ特性	37
4.2.4 硬さ分布	38
4.2.5 引張特性	42

4.3	高温保持の影響	46
4.3.1	加熱冷却特性	46
4.3.2	組織	48
4.3.3	硬さ特性	49
4.3.4	硬さ分布	50
第5章	結言	51
	参考文献	
	謝辞	

第1章 緒言

近年、自動車の燃費向上による CO₂ 排出削減が進められており、車体の軽量化と衝突安全性確保の両立のために高張力鋼板の利用が進んでいる。高張力鋼板の利用はより高強度なものが要求されており、1.5GPa 級の鋼板の利用も検討されている。その一方で、高張力鋼板は変形抵抗とスプリングバックが大きく、成形荷重増加と成形性低下が問題となっている。その問題を解決するために、熱間プレス成形の利用が増加しつつある。

熱間プレス成形は、鋼板を加熱することで低い変形抵抗下で成形する方法である。この成形方法により、成形荷重とスプリングバックの低減を図ることができるため、金型疲労抑制と成形性向上が図れる。さらに、オーステナイト温度域の鋼板を金型の熱伝導により急冷して焼入れを図るダイクエンチも同時に行うことができ、このダイクエンチにより成形品の強度を更に高くすることが可能である。また、熱間プレス・ダイクエンチにおける素板加熱には、一般的には加熱炉が利用されているが、素板を直接通電により抵抗発熱させる通電加熱の適用に関心が集まっている。この通電加熱では、数秒で鋼板をオーステナイト温度域に加熱することができ、投入電力量で加熱温度の制御も可能である。通電加熱の利用は、加熱炉と比べると容易な方法であり、急速に加熱できるため、酸化膜の生成を抑えることができる。

ところで、熱間プレス・ダイクエンチでは加熱温度によって、マルテンサイト単相組織だけでなくフェライトとマルテンサイトから成る 2 相組織の創り込みも可能である。このような処理方法も、様々な強度特性と延性特性の部品が利用される中で要求されると考えられる。

そこで本研究では、通電加熱・ダイクエンチ後の機械的特性に及ぼす加熱温度(Ac₁ 変態温度以上)の影響を調べた。実験では、通電加熱で加熱した鋼板を、フラットな鋼製冷却用

ブロックで挟み込み，ダイクエンチを模擬したクエンチを行った．クエンチ後の鋼板の特性は，組織観察，硬さ測定および引張試験によって調べた．また，通電加熱は急速な加熱であるので，炭素拡散の影響を調査するために，組織の粗い素板も用意し，素板の組織状態がクエンチ後の機械的特性に及ぼす影響も調査した．

第2章 通電加熱・ダイクエンチ

2.1 熱間プレス・ダイクエンチ¹⁾²⁾

自動車の燃費を向上させるために、車体の軽量化が進められており、利用する高張力鋼板の高強度化がますます進んでいる。近年では、1.5GPa級の材料の利用も検討されており、冷間プレス成形ではスプリングバックや成形荷重が増加し成形が困難になっている。そこで、熱間プレス成形が利用されている。熱間プレス成形は、鋼板を高温に加熱することで低い変形抵抗下でプレス加工する方法である。このことで、スプリングバック低減や成形荷重を低くすることができ、成形性向上や金型疲労抑制を図れる成形方法である。そして、オーステナイト温度域に加熱した鋼板を、金型との熱伝導により急冷して焼入れを図るダイクエンチも同時に行うことが可能である。このダイクエンチにより成形品の強度をさらに高められる。このように、熱間プレス成形とダイクエンチを組み合わせることで、成形品の成形性向上と高強度化を図ることができる。

ところで、熱間プレス成形における鋼板の加熱には加熱炉が一般的に用いられており、図2.1に概要を示す。図に示す通り、加熱炉からプレス機までは、空气中を搬送されるため酸化膜の生成や鋼板の温度の低下が起こる。酸化膜の生成は溶接性の低下を招くため、ショットブラストによる酸化膜の除去が必要となり、工程の増加に繋がっている。また、鋼板は表面積が大きいいため、搬送時に温度低下が大きい。鋼板がオーステナイト温度域以下に冷えてしまうと、ダイクエンチにより十分な焼入れが図れない。そのため、オーステナイト温度域からのダイクエンチを担保するために、必要な温度以上に鋼板を加熱している。

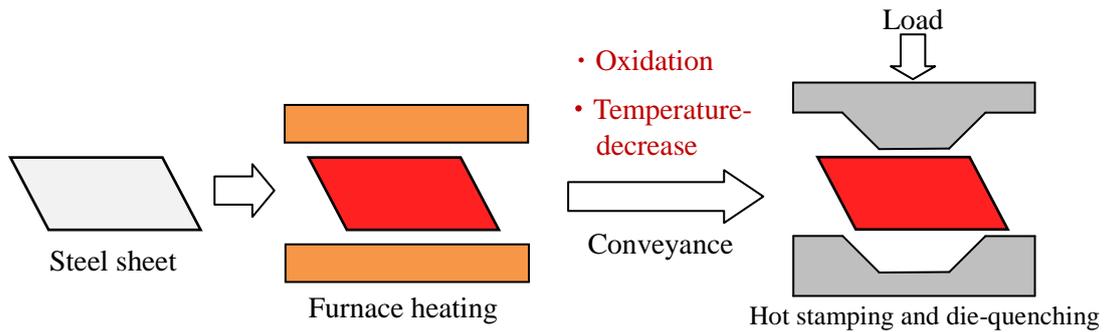


Fig.2.1 Schematic of hot stamping and die-quenching in general

2.2 通電加熱の利用³⁾⁴⁾

通電加熱は、鋼板への直接通電による抵抗発熱を利用した加熱方法である。加熱速度は、鋼板に流れる電流密度により制御することができる。電流密度を上げることで、オーステナイト温度域に数秒で加熱することもでき、急速加熱が可能である。そのため、空気中で加熱しても酸化膜の生成を抑えられる。また、加熱温度は投入電力量制御で行うことができる。そして、図 2.2 に示すように、通電加熱はプレス機の上下の金型の間で鋼板を加熱することが可能である。この方法によって、搬送が不要で酸化膜生成の抑制だけでなく、加熱温度の低下も防ぐことができる。そのため、加熱した温度でクエンチすることができ、クエンチする温度を細かく制御することができる。この制御により、加熱する温度によるクエンチ後の機械的特性のコントロールも可能となる。

一方で、鋼中のオーステナイト化には、炭素拡散が伴う。炭素拡散は、温度、時間および濃度勾配に依存しており、通電加熱は短時間の加熱であるため炭素拡散への影響が懸念される。

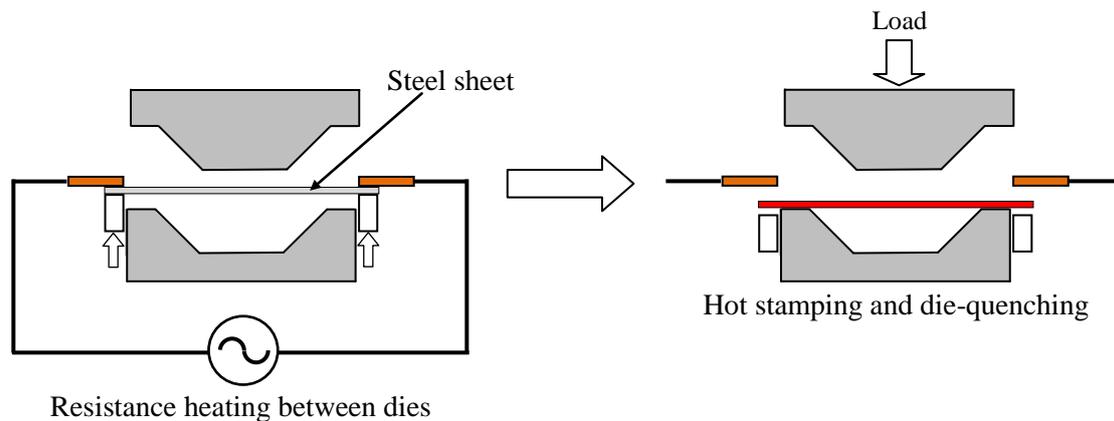


Fig.2.2 Schematic of hot stamping and die-quenching combined with resistance heating

2.3 加熱温度と組織の関係^{5)~8)}

図 2.3 に Fe-C 状態図のオーステナイト変態に関する部分を示し, 図 2.4 には炭素量 0.2% の鋼における温度と組織成分の関係を示す. 図 2.5 に亜共析鋼の加熱過程と組織の関係を模式図で示し, その組織の急冷後の組織についても示す. 亜共析鋼は, A_1 変態温度以下ではフェライトとパーライトから成る鋼である. 加熱過程において, A_1 変態温度を超えるとパーライトがオーステナイト変態する. そして, 温度の上昇にともないフェライトもオーステナイト化が進み, オーステナイト生成量が増加する. A_3 変態温度を超えると, オーステナイト単相組織になる. オーステナイト生成量は温度に対して, 図 2.4 のように変化する. 生成されたオーステナイトを急冷するとマルテンサイトに変態するので, 加熱する温度によってマルテンサイト生成量が変わる. このマルテンサイト生成量の変化は, クエンチ後の鋼の機械的特性に変化を与えることができる.

また, 生成されたオーステナイト中の炭素量は, オーステナイト生成量によって変化する. A_1 変態温度直上の温度では, 0.8% 近くの炭素量を含み, 温度が A_3 変態温度に近づくにつれて炭素の拡散が進みオーステナイト生成量が増加するので, オーステナイト中の炭素濃度は均一に近づいていく. つまり, 焼入れする温度によって生成されるマルテンサイト

の炭素濃度は変化する。マルテンサイトの硬さは、炭素含有量に大きく依存しており、約0.8%まで炭素含有量の増加とともに、硬さが増加する。そのため、焼入れする温度によって、生成されるマルテンサイト相の硬さは変化すると思われる。

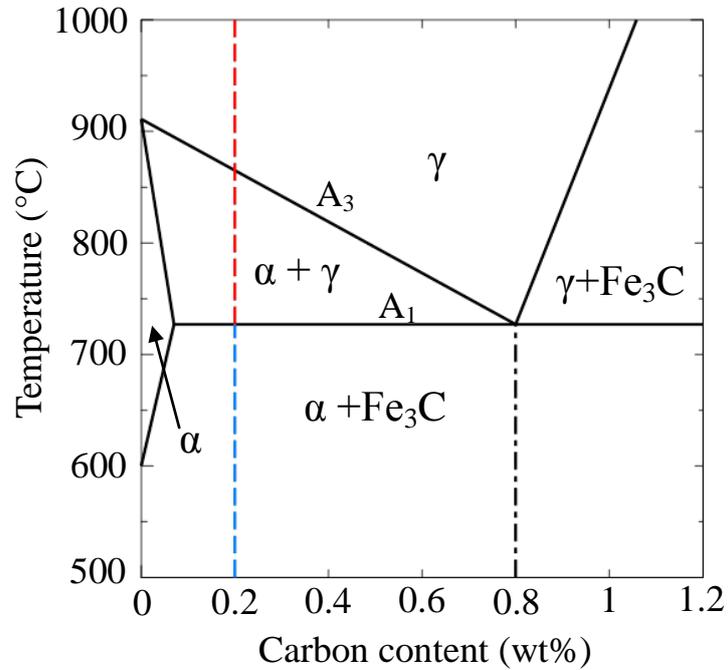


Fig.2.3 Part of Fe-C phase diagram related to austenitizing

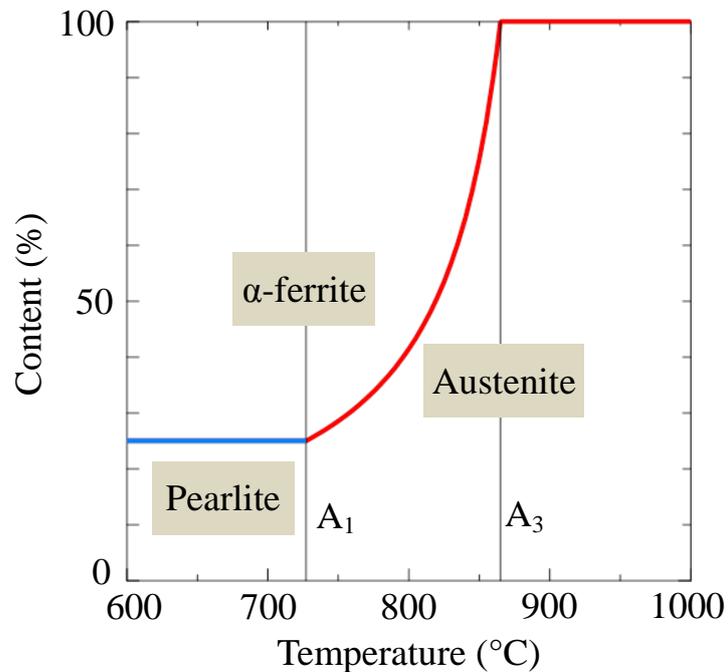


Fig.2.4 Relation between temperature and phase content on steel including 0.2wt% carbon

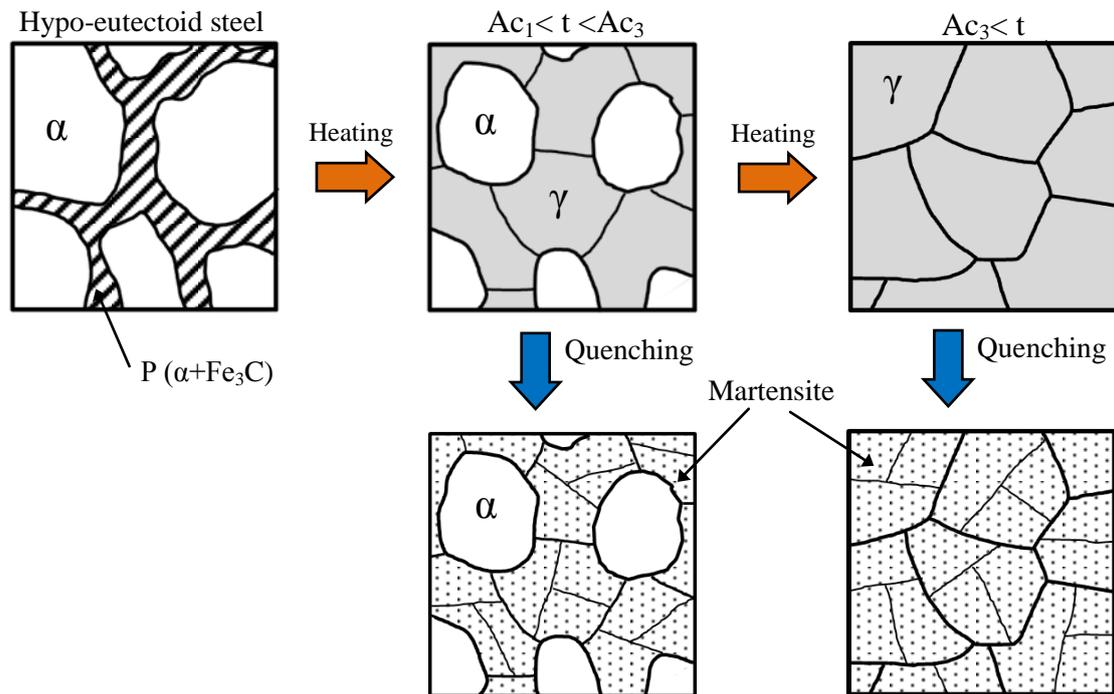


Fig.2.5 Schematic of phase transformation on hypo-eutectoid steel

第3章 実験方法

3.1 実験材料

実験には、ダイクエンチ用鋼板(熱間プレス用)の板厚 1.2mm のスミクエンチ鋼板を用いた。その化学組成は表 3.1 に示す。化学組成から算出される Ac_1 変態温度, Ac_3 変態温度と Ms 変態温度はそれぞれ $733^{\circ}C$, $839^{\circ}C$ と $413^{\circ}C$ である。これらの変態温度は式(3.1), (3.2), (3.3)を用いて算出した⁹⁾。試験片は、長手方向が圧延方向になるように短冊状(長さ 132mm, 幅 20mm)に切り出したものを用いた。また、供試鋼板はフルハード材であったので、中間焼鈍($600^{\circ}C$, 2h 保持, 炉冷)を施した試験片を実験には用いる。図 3.1(a)に中間焼鈍試験片の組織を示す。組織は細かいフェライトとパーライトから成り、求積法により算出したフェライト組織の平均粒径は $3.6\mu m$ である。引張強さ, 降伏強度, 硬さおよび破断伸びは表 3.2(a)に示す。この試験片を用いて、通電加熱・ダイクエンチ後の試験片の機械的特性に及ぼす加熱温度の影響を調査した。また、素板の組織状態の急速加熱を用いたダイクエンチ特性への影響も調査するために、組織を意図的に粗くした完全焼鈍($1000^{\circ}C$, 2h 保持, 炉冷)を施した試験片も実験に用いた。図 3.1(b)に完全焼鈍試験片の組織を示す。組織は粗いフェライトとパーライトから成り、フェライト組織の平均粒径は $18.2\mu m$ である。引張強さ, 降伏強度, 硬さおよび破断伸びは表 3.2(b)に示す。図 3.2 に、中間焼鈍試験片と完全焼鈍試験片の素材の引張試験から得られた公称応力-公称ひずみ曲線を示す。

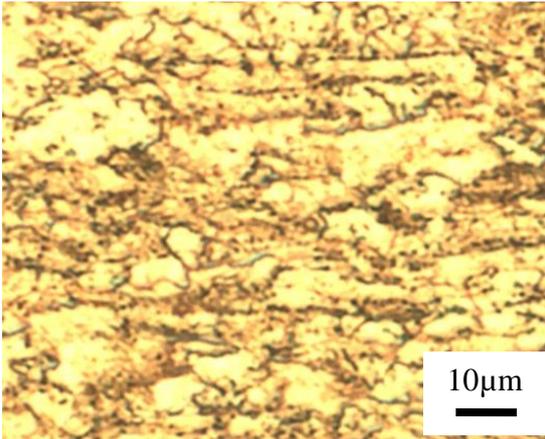
$$Ac_1 = 750.8 - 26.6 \times C + 17.6 \times Si - 11.6 \times Mn - 22.9 \times Cu - 23 \times Ni + 24.1 \times Cr \\ + 22.5 \times Mo - 39.7 \times V - 5.7 \times Ti + 232.4 \times Nb - 169.4 \times Al - 894.7 \times B \quad (3.1)$$

$$Ac_3 = 937.2 - 436.5 \times C + 56 \times Si - 19.7 \times Mn - 16.3 \times Cu - 26.6 \times Ni - 4.9 \times Cr \\ + 38.1 \times Mo + 124.8 \times V + 138.3 \times Ti - 19.1 \times Nb + 198.4 \times Al + 3315 \times B \quad (3.2)$$

$$Ms = 521 - 353 \times C - 22 \times Si - 24.3 \times Mn - 7.7 \times Cu - 17.3 \times Ni - 17.7 \times Cr \\ - 25.8 \times Mo \quad (3.3)$$

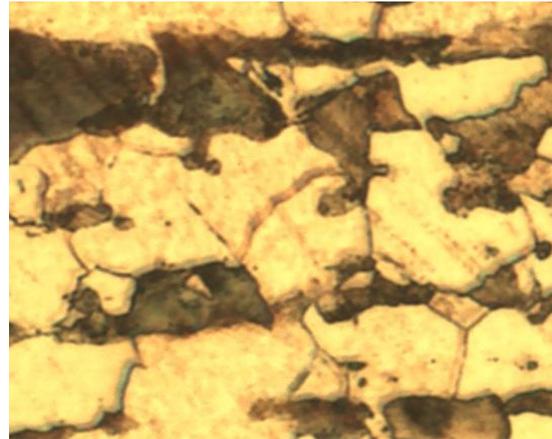
Table 3.1 Chemical composition of die-quenching steel sheet used for experiment (mass%)

C	Si	Mn	P	S	B
0.21	0.24	1.3	0.010	0.003	0.0018



(a) Process-annealed

(600°C, 2h hold, furnace cooling)



(b) Fully annealed

(1000°C, 2h hold, furnace cooling)

Fig.3.1 Microstructures of pretreated test pieces used for experiments

Table 3.2 Mechanical properties of pretreated test pieces

Pretreating condition	(a) Process-annealed	(b) Fully annealed
Yield strength (MPa)	456	298
Ultimate tensile strength(MPa)	556	499
Vickers hardness (HV ₅)	204	141
Total Elongation (%)	19	28

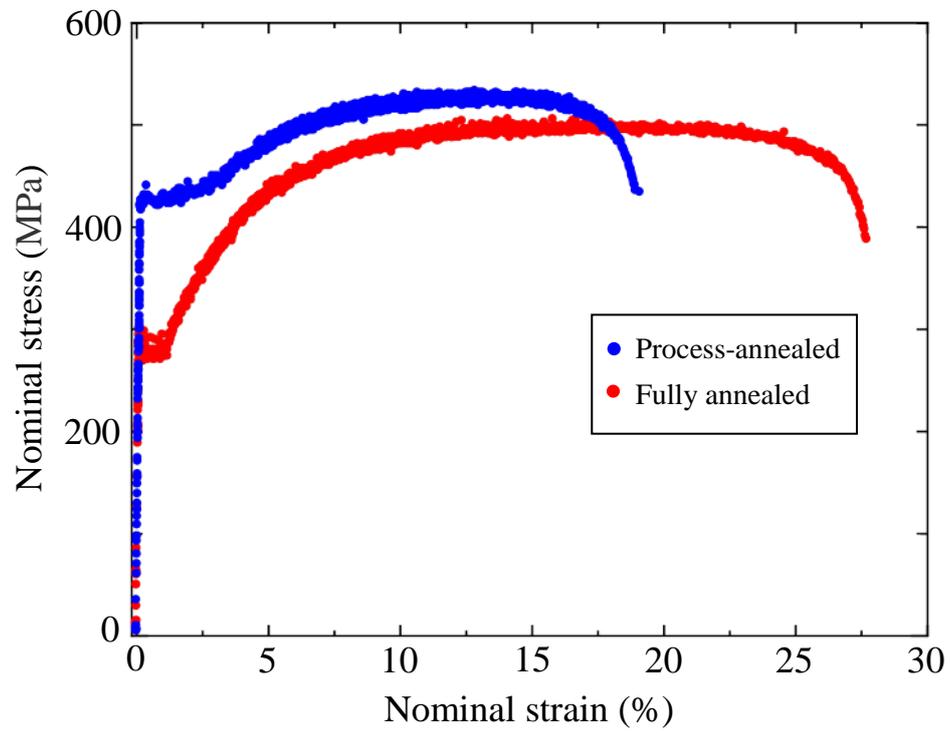


Fig3.2 Stress-strain curves of original test pieces

3.2 通電加熱・ダイクエンチ実験

3.2.1 実験装置

通電加熱ダイクエンチ実験装置の概略図を図 3.3 に示し、図 3.4 に実際の装置を示す。通電加熱装置は電極とエアシリンダーから成っており、電極の間隔は 120mm となっている。試験片はエアシリンダーによって、下から電極に押しつけて取り付ける。通電装置の回路は図 3.5 に示すと通りで、トランスを利用して実験では無負荷電圧を 10V に設定した。試験片の加熱温度は、電極間負荷に対する投入電力量制御で行った。本報告での加熱温度は、通電加熱における最高到達温度とした。ダイクエンチ実験装置は、図 3.3 の上下の鋼製冷却ブロック(厚さ 40mm, 長さ 107mm, 幅 90mm)から成る。荷重は、油圧サーボプレスによって加える。油圧サーボプレスの制御は、ロードセルにより検出した上部の冷却用ブロックにかかる荷重によって制御を行った。荷重負荷により試験片に加わる接触圧力は 4.9MPa を基準とした。また、接触圧力は、試験片と冷却ブロックの接触状態つまりは試験片の冷却速度に影響を及ぼすので、2.5MPa と 7.4MPa の 2 つの接触圧力条件でも予備的に実験し、接触圧力の影響も調査した。

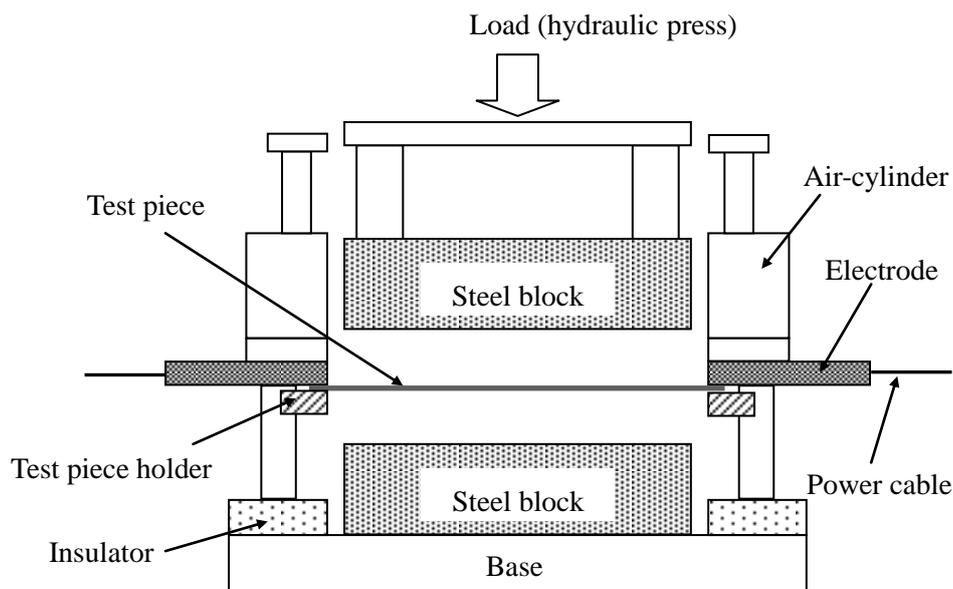


Fig.3.3 Schematic of experiment device for resistance heating and die-quenching

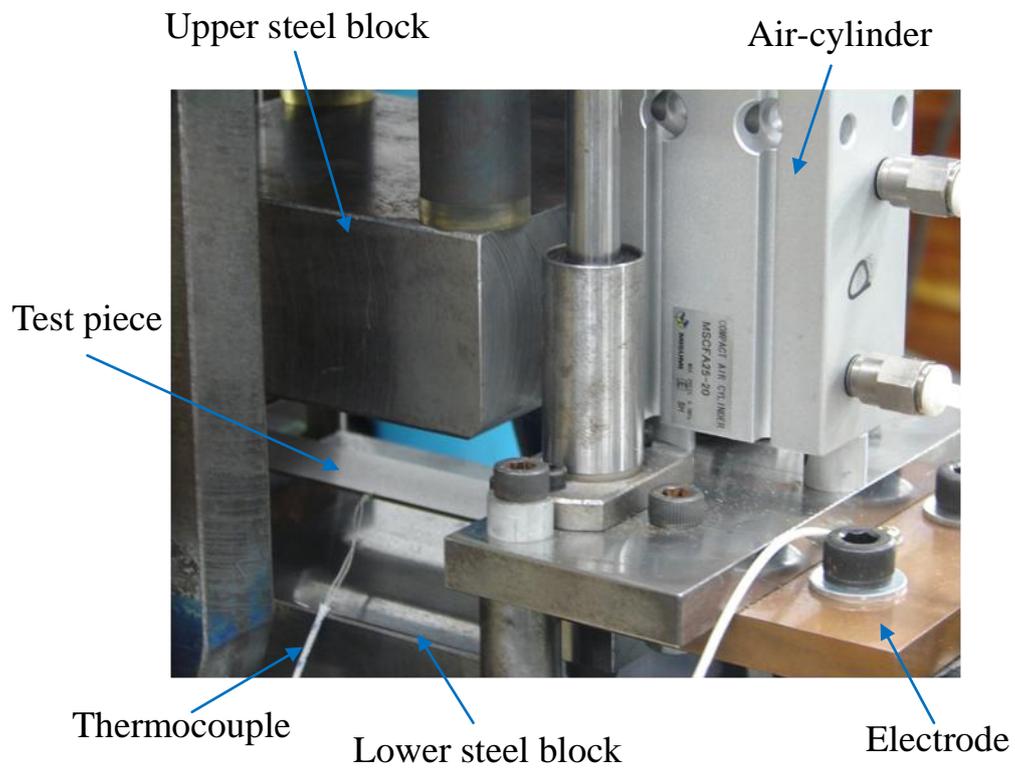


Fig.3.4 Experiment device for resistance heating and die-quenching

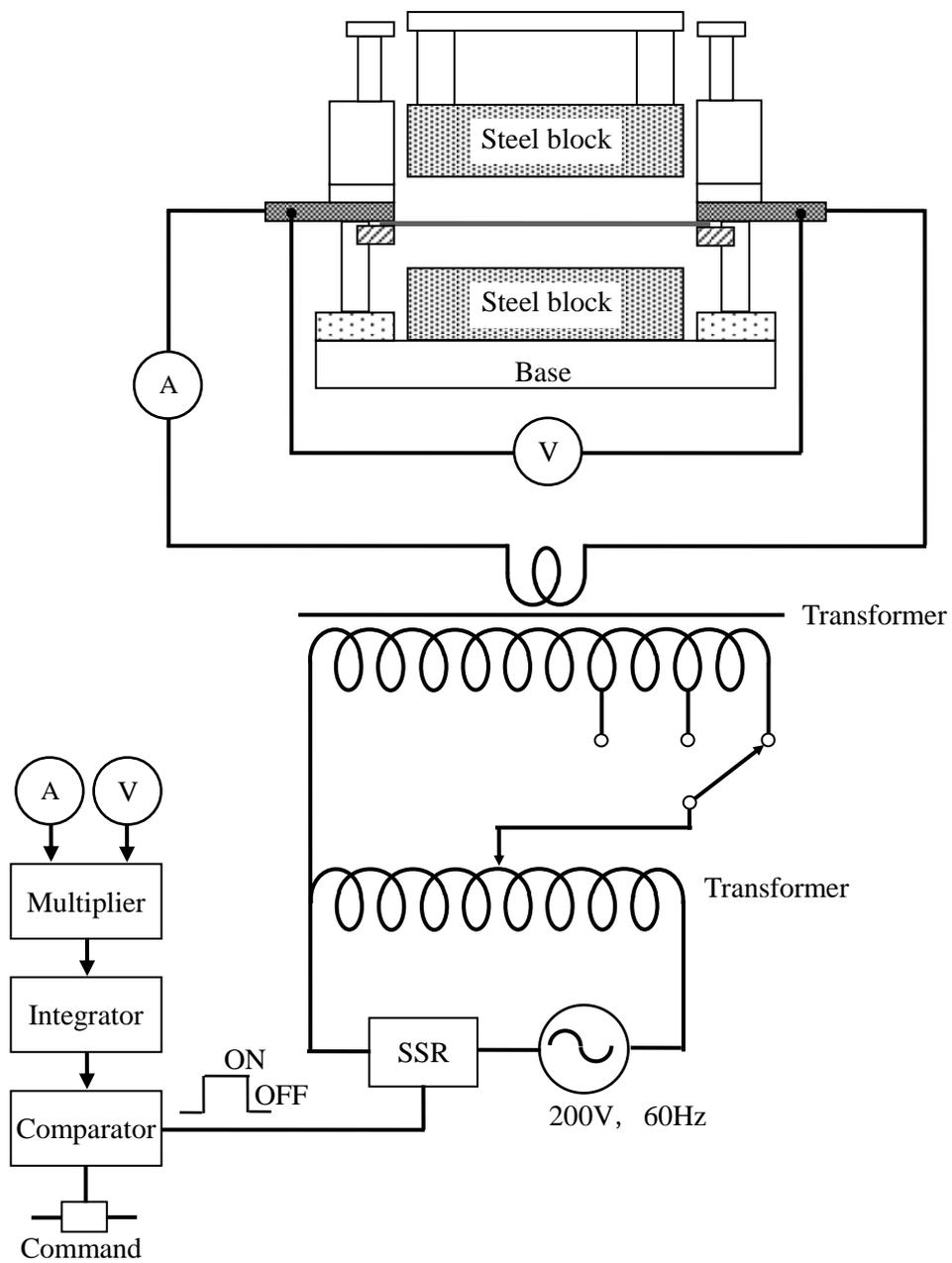


Fig.3.5 Circuit for resistance heating

3.2.2 実験手順

通電加熱・ダイクエンチ実験は、Fig.3.6 に示すように行った。まず、図 3.6(a)に示すように、試験片の両端をエアースリンダーで電極に取り付ける。そして、直接通電によって試験片を通電加熱する。加熱完了と同時に、加熱された試験片を Fig.3.6(b)のように電極から解放し、Fig.3.6(c)のように上下の鋼製の冷却用ブロックで挟み込み、ダイクエンチを模擬した急冷を行う。試験片の挟み込みからの解放は、 50°C 以下にて行った。また、接触圧力は 4.9MPa を基準とし、予備的に 2.5MPa と 7.4MPa でも実験を行った。

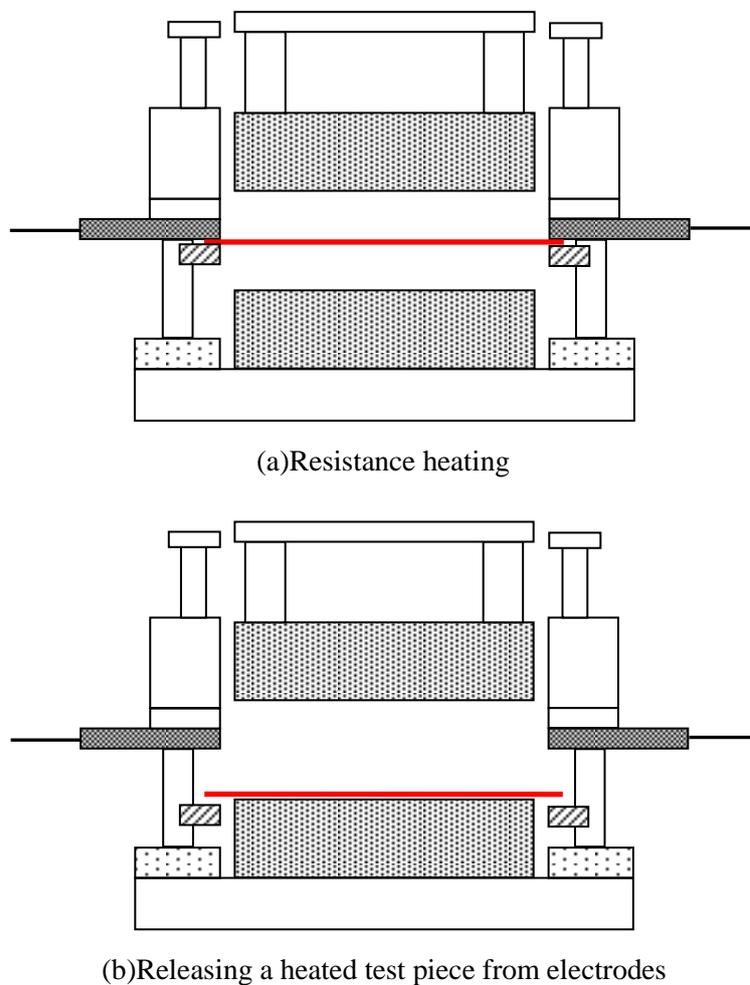
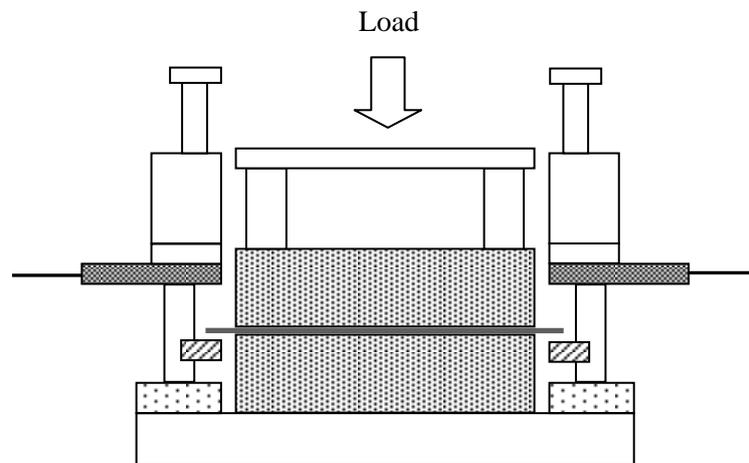
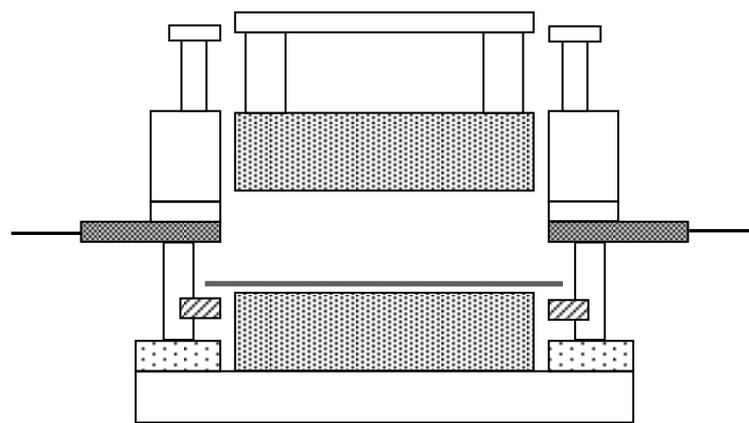


Fig.3.6 Experimental procedure



(c)Die-quenching



(d)Releasing a quenched test piece

Fig.3.6 Experimental procedure

3.2.3 温度測定方法

試験片の加熱および冷却過程での温度変化は、図 3.7 に示すように試験片側面中央にスポット溶接で取り付けられた K 種熱電対(線径 0.1mm)で測定した。側面で測定するのは、試験片を冷却用鋼製ブロックで挟み込んでいる間も試験片温度を測定するためである。測定は、0.005s 間隔で行った。図 3.8 に実測した温度の時間変化を例として示す。1 秒弱で 900°C に加熱され、その後急冷されている様子がわかる。このように冷却過程も測定することができる。温度測定では、通電加熱終了時にノイズが発生するので、加熱温度はノイズ発生直後の最高到達温度を加熱温度として評価した。また、冷却の過程において 400°C 付近で冷却速度の大きな低下が現れるが、これはマルテンサイト変態による潜熱放出によるものである。

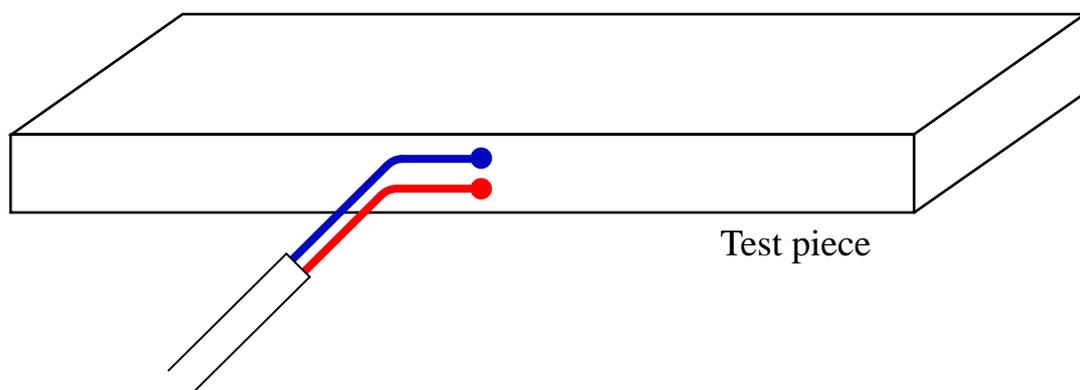


Fig.3.7 Spot welding of a thermocouple

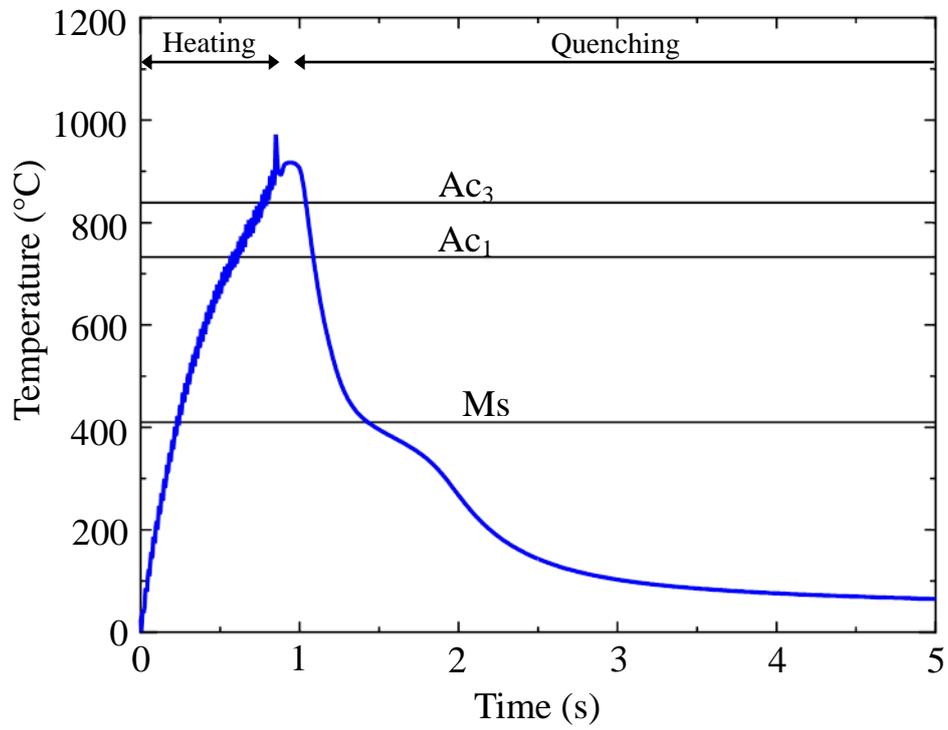


Fig.3.8 Example of temperature variation in resistance heating and die-quenching processes

3.3 組織観察

クエンチ後の試験片の板幅中央部は引張試験に利用するので、組織観察は引張試験片をワイヤーカット放電加工で切り出す際に落とされた部位を用いて行った。観察面は、図 3.9 に赤い線で示した断面の板厚中央で行った。切り出した試験片は、図 3.10 に示すように樹脂で固め、観察面を研磨したのちに、5%ナイトル液(硝酸アルコール溶液)で腐食した。組織観察は光学顕微鏡を用いて行った。

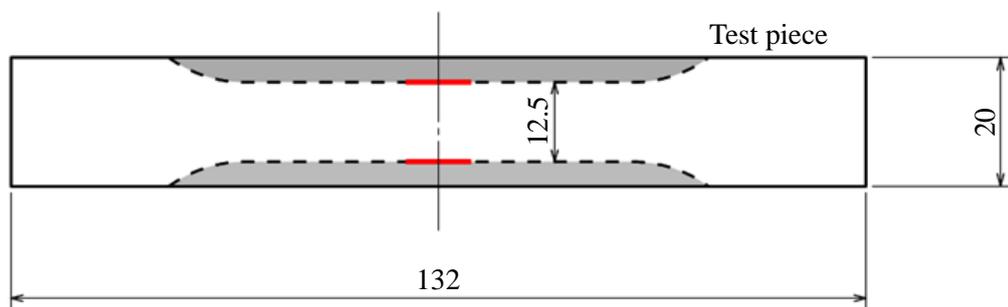


Fig.3.9 Location of metallographic observation and hardness test

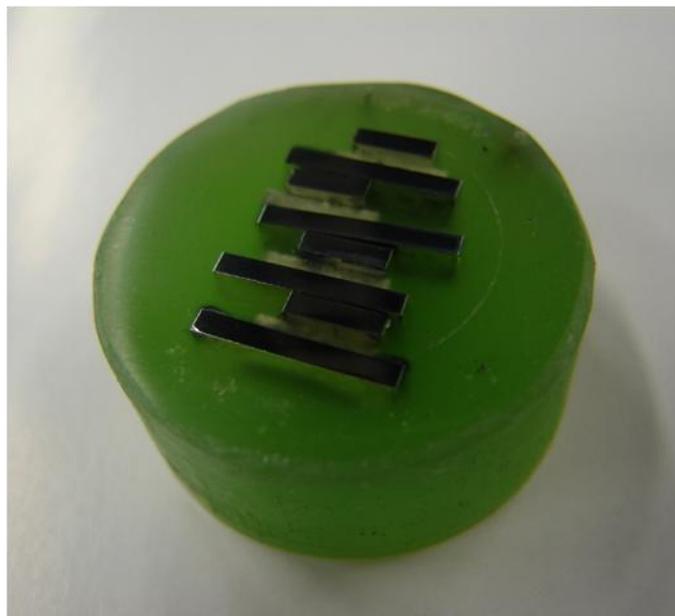


Fig.3.10 Test pieces mounted in resin for texture observation and hardness test

3.4 ビッカース硬さ試験

ビッカース硬さ試験は，組織観察と同様に図 3.10 に示す樹脂で固めた試験片を用いる．試験面は，研磨を施した条件で行った．ビッカース試験は，試験荷重 49N，加圧時間 10s とした．

同様に，マイクロビッカース硬さ試験を用いて硬さの分布も調べた．試験荷重は，0.098N で行い，圧痕サイズが 10 μm 程度で行った．試験箇所点数は 100 点とし，図 3.11 に示すように基盤状に圧痕をつけて硬さ試験を行った．圧痕は組織や相に関係なく無作為につけて，マイクロビッカース硬さ試験を行った．測定したマイクロビッカース硬さから，10MHV 間隔で比率を計測し硬さの分布を評価した．

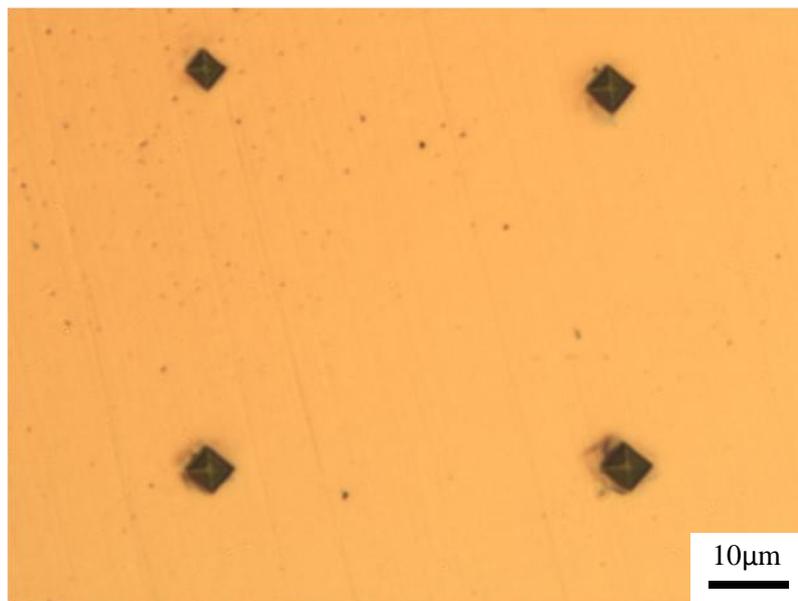


Fig.3.11 Appearance of micro-Vickers test

3.5 引張試験

引張試験は、クエンチ後の試験片から図 3.12 に示す形状の引張試験片をワイヤーカット放電加工によって切り出して行った。試験は、図 3.13 に示す油圧サーボプレスを用い、コンピューターからステップ信号を与えて変位制御を行った。試験の標点間距離は 50mm とし、ひずみは図 3.14 に示すクリップゲージを製作して行った。引張試験片には、ナイフエッジによって取り付け、上下のナイフエッジの先端の間隔が 50mm になるようにスペーサーで調節した。起歪体にはリン青銅の板を用い、両面にひずみゲージを 2 枚ずつ張り、4 アクティブゲージ法を利用してひずみの測定を行った。荷重は、ロードセルを用いて測定を行った。

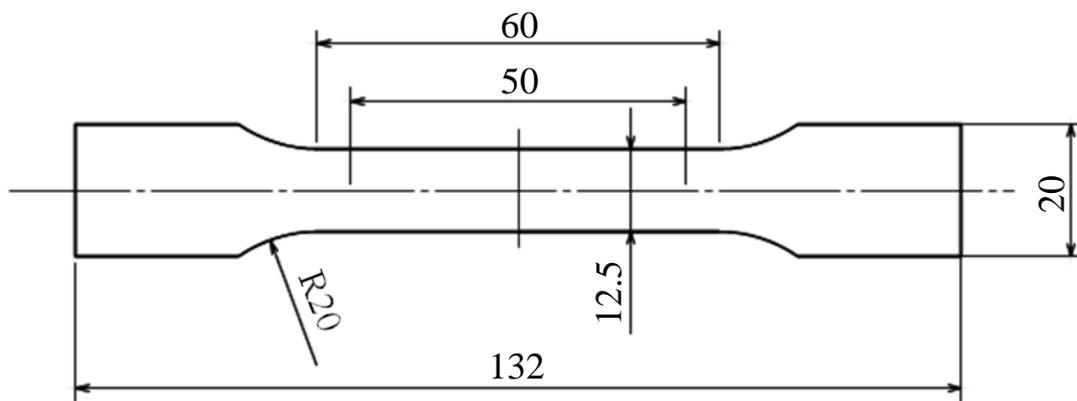


Fig.3.12 Shape and size of tensile test piece



Fig.3.13 Hydraulic servo press used for tensile test

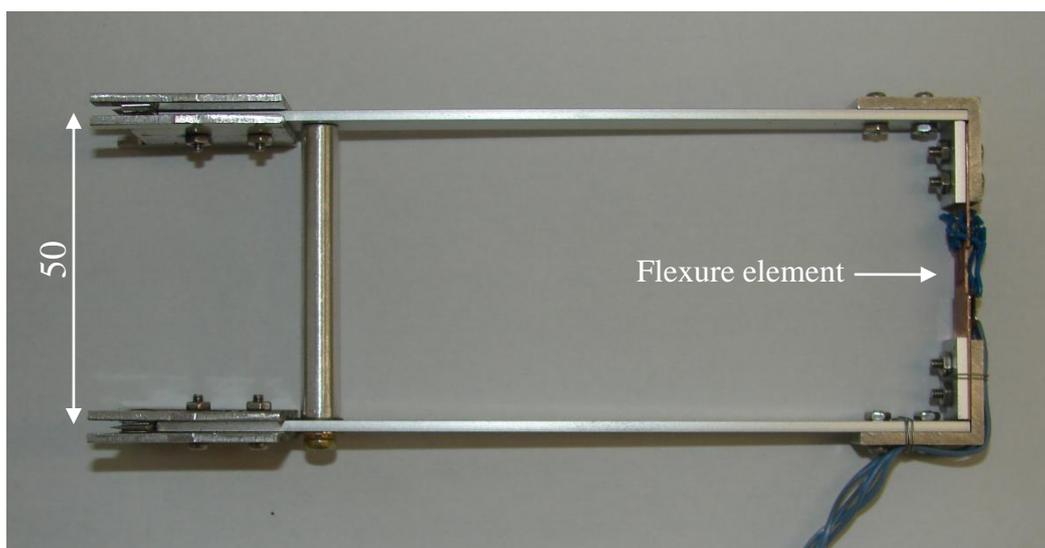


Fig. 3.14 Clip gauge

第4章 実験結果及び考察

4.1 接触圧力の影響

ダイクエンチによる冷却には、冷却ブロックと試験片との間の接触圧力が接触条件に影響を与える。このため、接触圧力が冷却速度に影響を与えられとされる。そこで、冷却ブロックの接触圧力を 2.5, 4.9, 7.4MPa の 3 条件でダイクエンチ実験を行い接触圧力の影響を調べた。加熱温度は 910°C で一定とし、実験材料は中間焼鈍試験片を用いて行った結果を以下に示す。

4.1.1 加熱冷却特性

中間焼鈍試験片を実験材料とした通電加熱ダイクエンチ実験で、各接触圧力条件での加熱冷却過程で測定された試験片温度の時間変化を図 4.1 に示す。加熱温度は 910°C で一定である。各条件共に冷却過程において、400°C 付近でマルテンサイト変態による潜熱放出により冷却速度が大きく低下している。

図 4.2 には、冷却過程での各温度での冷却速度の変化を示す。冷却速度は、冷却過程の測定した試験片の温度変化から式(4.1)を用いて前後の温度差を時間差で割って算出した。最大の冷却速度は、どの接触圧力条件でも $2300 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ を超え、冷却速度の変化もほぼ一致した。これは、圧力の変化量が小さく、接触状態に対する影響が小さかったためと考えられる。

$$\frac{T_n - T_{n+1}}{\Delta t} \quad (4.1)$$

T_n :試験片温度, Δt :時間差

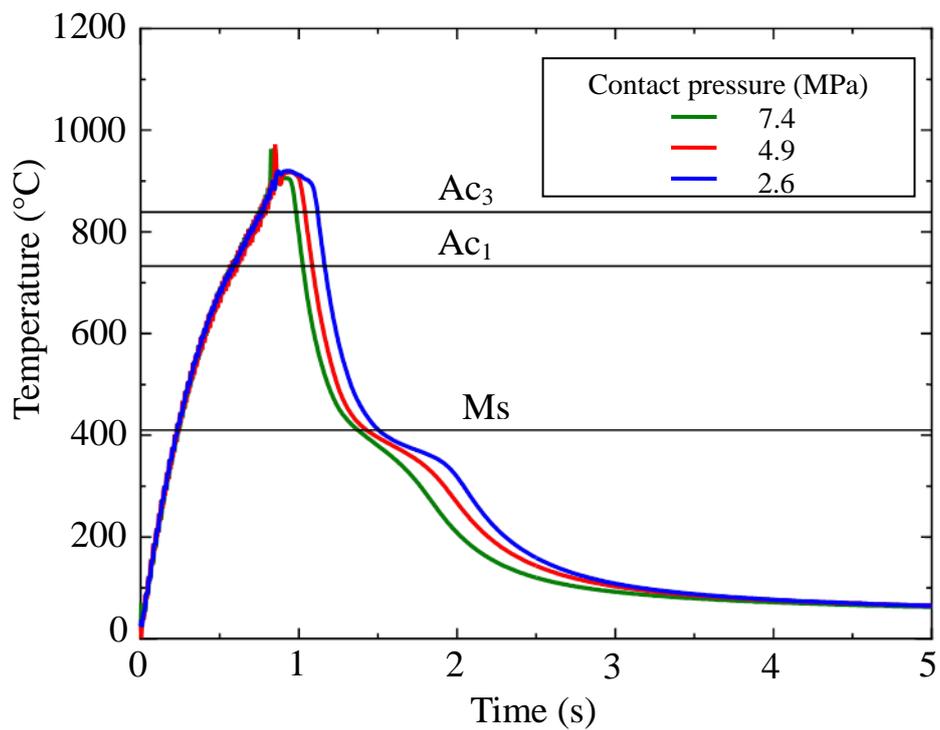


Fig.4.1 Temperature variation of process-annealed test pieces being resistance-heated to 910°C and die-quenched by various contact pressure

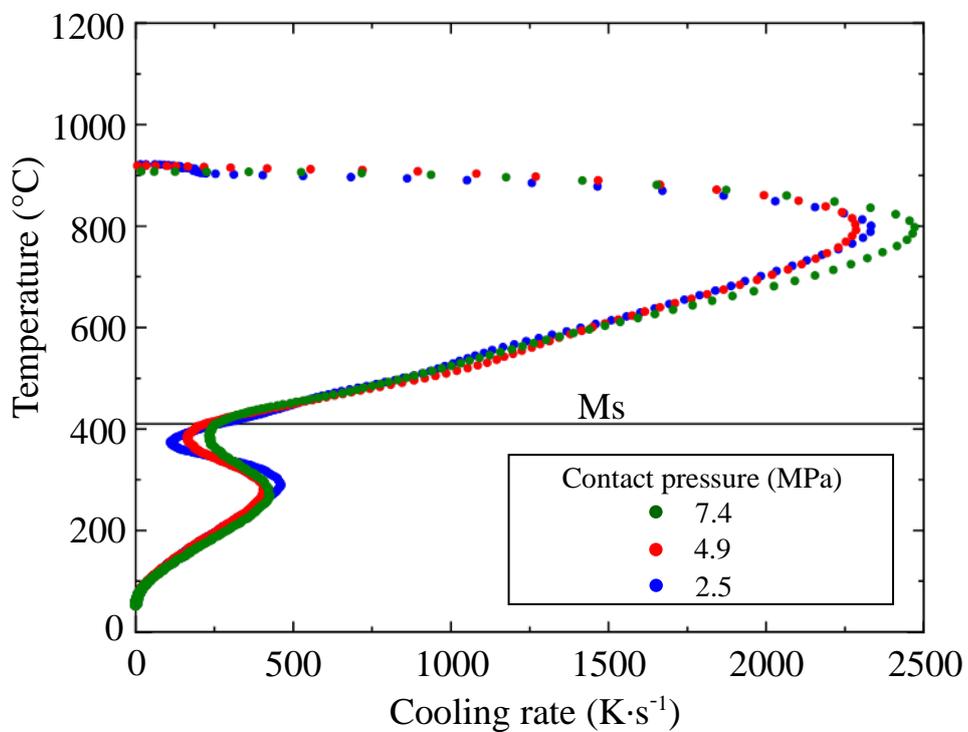


Fig.4.2 Cooling rate variation of process-annealed test pieces being die-quenched from 910°C by various contact pressure

4.1.2 組織

図 4.3 に各接触圧力でクエンチした中間焼鈍試験片の組織を示す。3 条件ともに細かい組織が得られており、十分な焼入れが図られている。圧力の変化による影響は、組織にも現れなかった。これは、圧力の変化量が小さく、冷却速度が変化しなかったことが原因と考えられる。

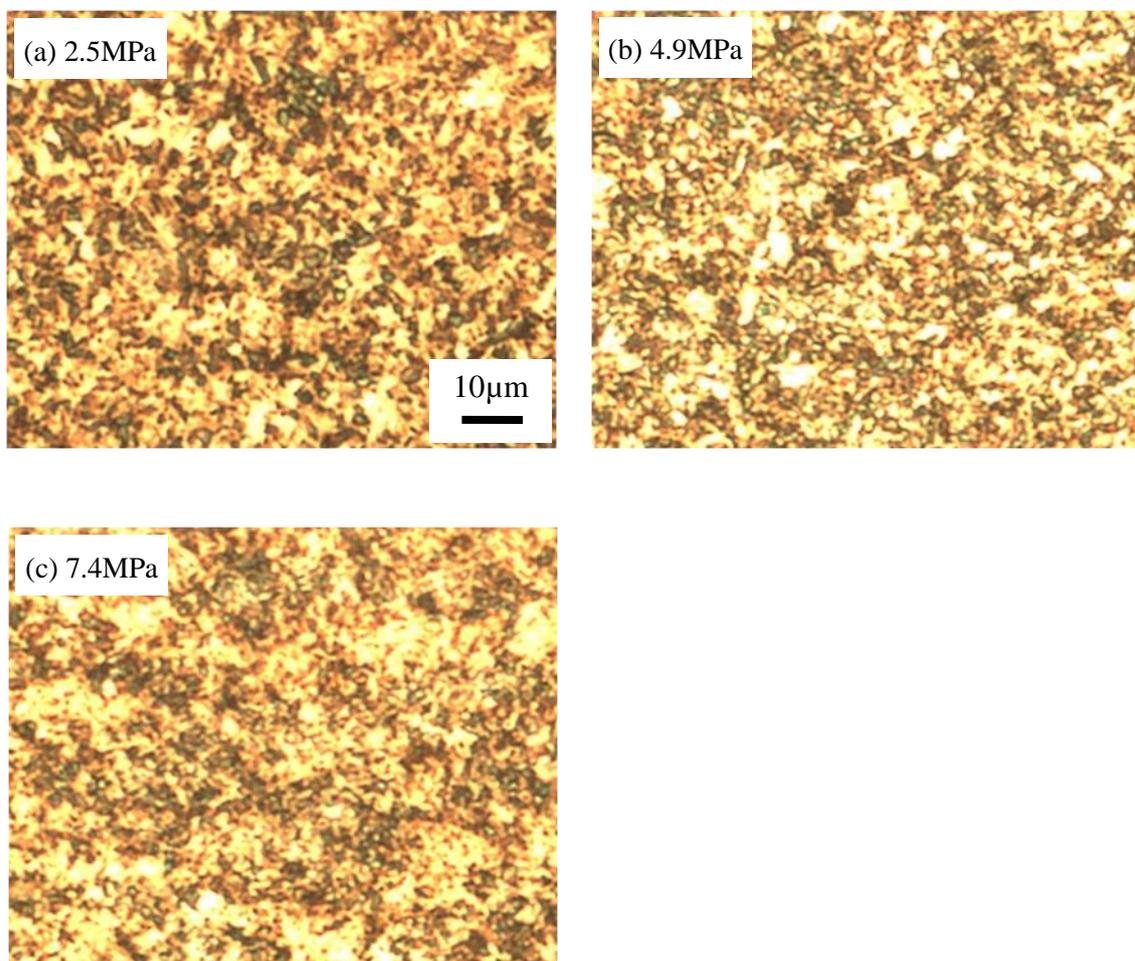


Fig.4.3 Microstructures of process-annealed test pieces after die-quenching from 910°C by various contact pressure

4.1.3 硬さ特性

図 4.4 に、接触圧力とクエンチ後の硬さの関係を示す。圧力に対して変化は小さく、組織と同様に圧力の変化の影響は現れなかった。また、各条件ともに 500HV_5 を超え、十分な焼入れが図られている。このことから、十分なオーステナイト域の温度から各接触圧力でクエンチしても十分な焼入れが図れることがわかる。

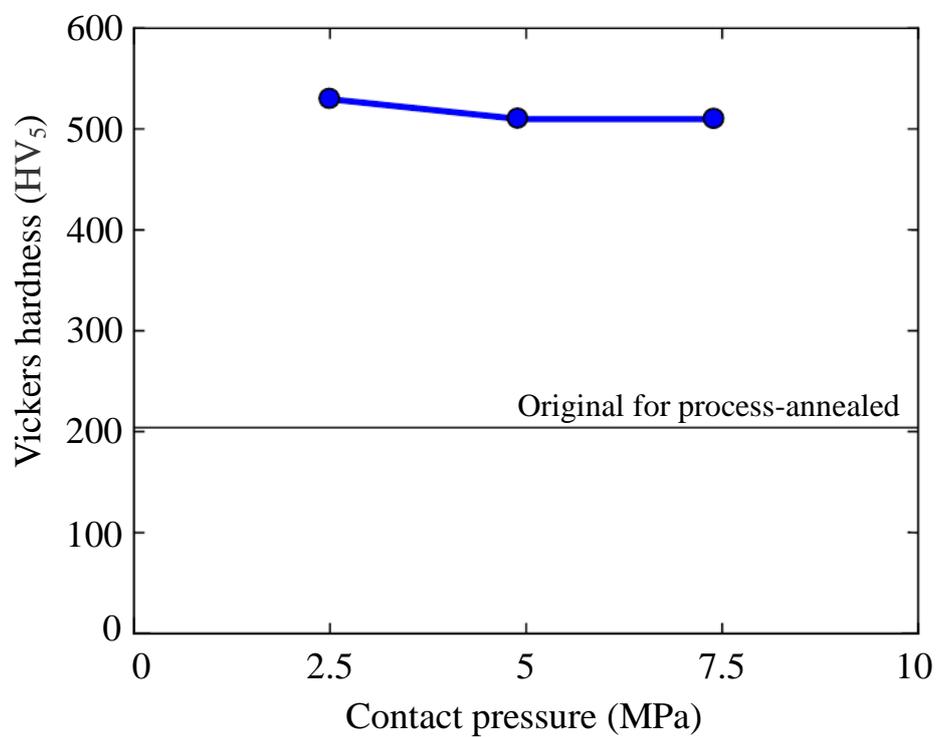


Fig.4.4 Effect of contact pressure on Vickers hardness of process-annealed test pieces after die-quenching from 910°C

4.1.4 引張特性

図 4.5 に引張試験から得られた、加熱温度 910°C から各接触圧力でクエンチした中間焼鈍試験片の公称応力-公称ひずみ曲線を示し、図 4.6 に接触圧力に対する引張強さと破断伸びの関係を示す。図のように、接触圧力に対して引張強さは、どの接触圧力においても 1500MPa を超え、変化は小さい。また、破断伸びも同様に変化は小さく、約 7% でほぼ一定である。この結果から、どの接触圧力でも十分な急冷が図れており、十分な焼入れが図れていることがわかる。

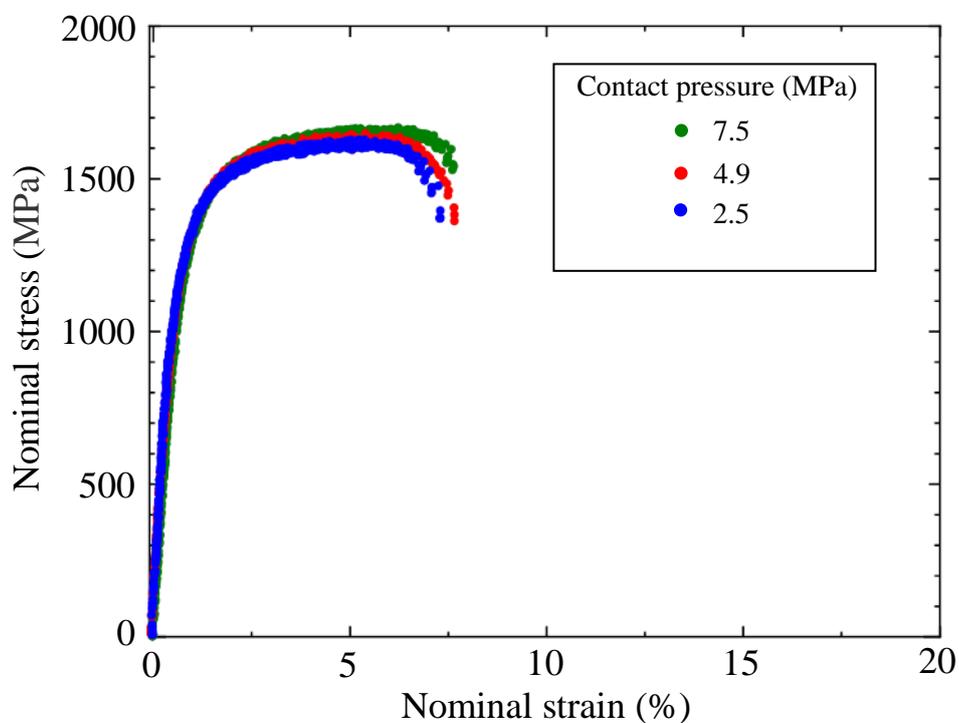


Fig.4.5 Stress-strain curves of process-annealed test pieces after die-quenching from 910°C by various contact pressure

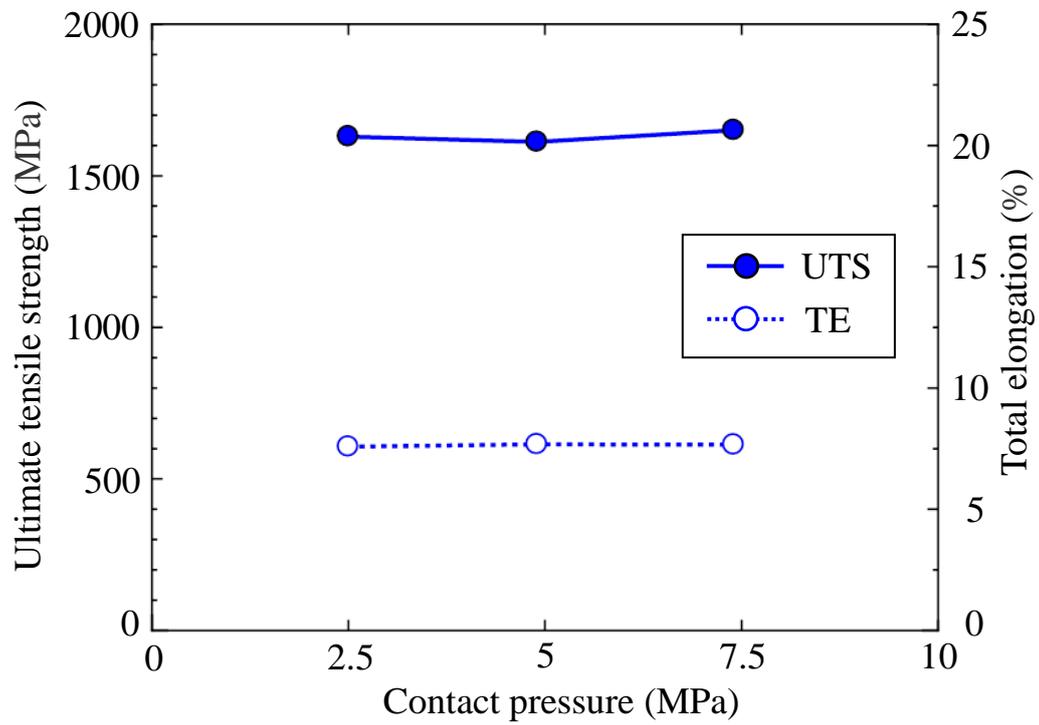


Fig.4.6 Effect of contact pressure on ultimate tensile strength (UTS) and total elongation (TE) of process-annealed test pieces after die-quenching from 910°C

4.2 加熱温度の影響

通電加熱ダイクエンチ実験において、加熱温度に対する実験での加熱冷却特性、クエンチ後の組織と機械的特性の影響について考察する。

4.2.1 加熱冷却特性

中間焼鈍試験片を実験材料とした通電加熱ダイクエンチ実験で、測定された加熱過程と冷却過程での試験片温度の時間変化を図 4.7 に示す。ダイクエンチでの冷却ブロックの接触圧力条件は、4.9MPa である。加熱過程では、各加熱温度に 1s 弱で加熱が完了している。冷却過程では、加熱温度が A_{c3} 変態以上の 858, 914, 1017°C の条件においては、400°C 前後で冷却速度が大きく低下している。これは同様に、マルテンサイト変態による潜熱放出が起こったためと考えられる。

図 4.8(a)には、各温度における冷却過程での冷却速度の変化を示す。冷却速度は、測定した試験片の温度変化から式(4.1)を用いて同様に算出した。また、図 4.8(b)に、図 4.8(a)における温度が 400°C 付近での冷却速度変化を詳細に示す。各加熱温度において、試験片温度が下がるにつれて冷却速度が低下する。そして、 M_s 変態温度の 413°C 前後で加熱温度が 796, 858, 914 と 1017°C の条件では、冷却速度が大きく低下している。特に加熱温度 1017°C の条件においては、冷却速度の低下のピークが最も顕著に現れている。これは、加熱時に生成されたオーステナイト組織内の炭素拡散が進んだためと考えられる。マルテンサイト変態温度は、特に生成されたオーステナイト組織の炭素含有量に依存するため、材料内の炭素濃度が均質であるほど冷却速度の低下のピークが明瞭に現れると考えられる。加熱温度が 858, 914°C の条件では、加熱時に生成されたオーステナイト組織の炭素濃度が不均一であったため、ピークが小さくなり、幅広い温度の範囲で冷却速度の低下が見られたと考えられる。加熱温度 796°C の条件もマルテンサイト変態による冷却速度の低下が見られるが、 A_{c1} と A_{c3} 変態温度の間の加熱温度であるため、オーステナイト生成量すなわちマルテンサイト生成量が少なく、冷却速度の低下のピークが小さくしか現れない。そして、加熱時に

生成されるオーステナイト組織内の炭素濃度が高いため、他の条件に比べて低い温度で冷却速度の低下が現れる。一方で、加熱温度 732°C の条件は、 Ac_1 変態温度以下なので、加熱時にオーステナイトが生成されず、マルテンサイト変態にともなう冷却速度の低下は現れない。

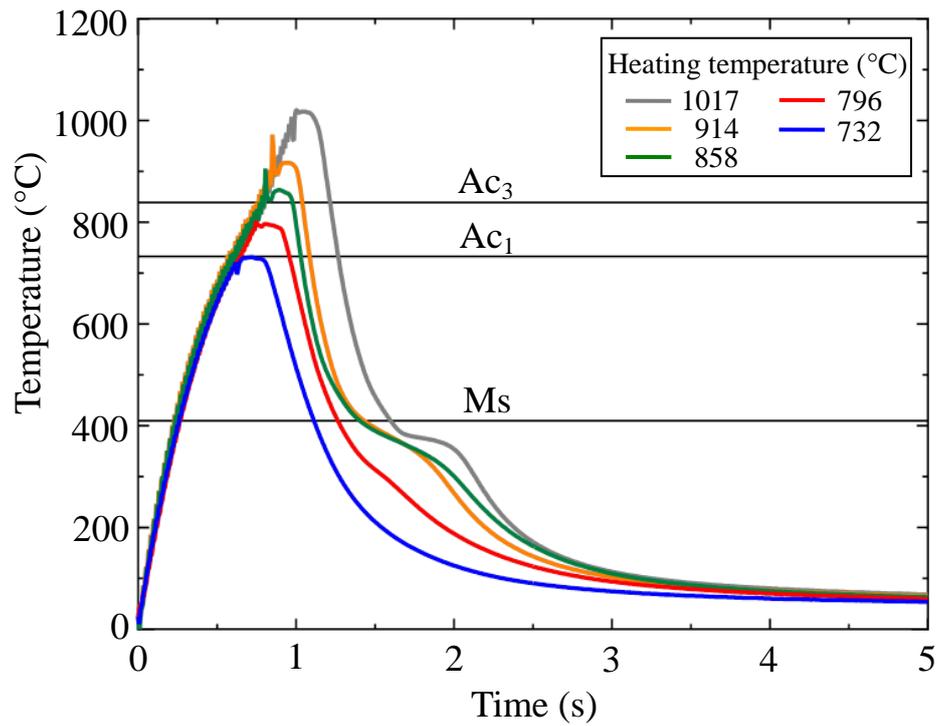
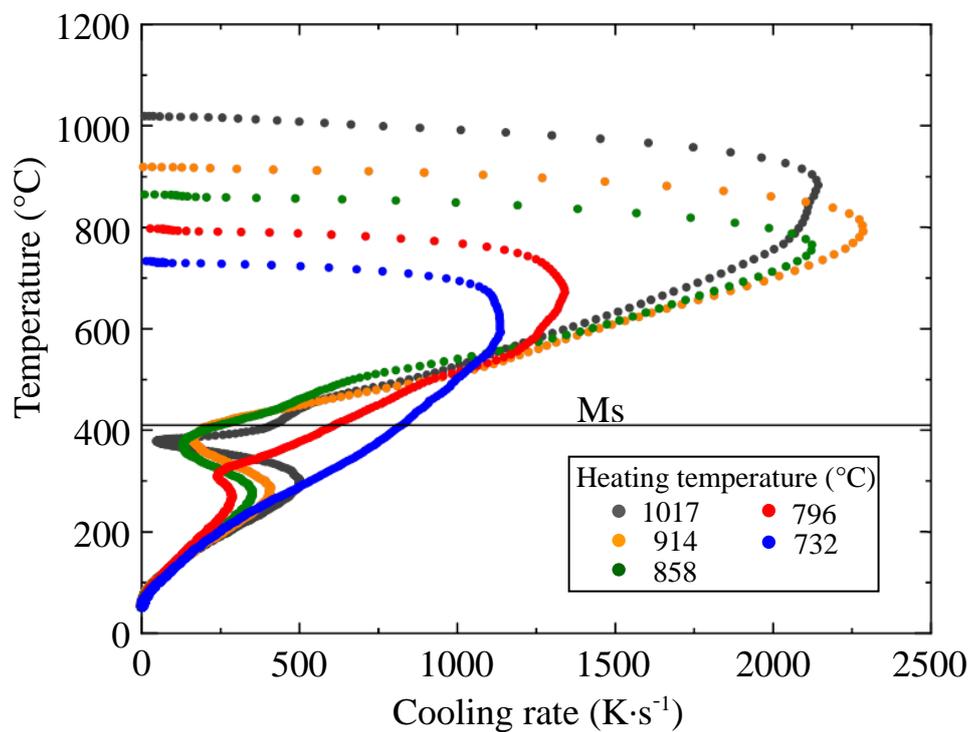
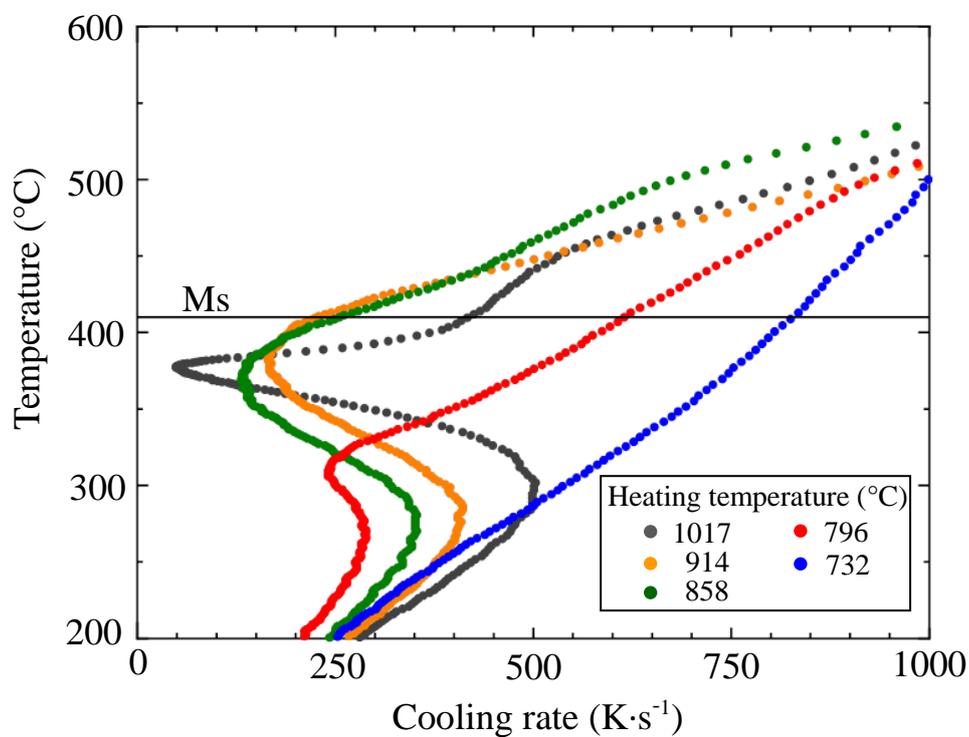


Fig.4.7 Temperature variation of process-annealed test pieces being resistance-heated to various heating temperature and die-quenched



(a) Full range



(b) Around 400°C

Fig.4.8 Cooling rate variation of process-annealed test pieces being die-quenched from various temperature

完全焼鈍試験片を実験材料とした通電加熱ダイクエンチ実験で、得られた加熱過程と冷却過程での試験片温度の時間変化を図 4.9 に示す。ダイクエンチでの接触圧力条件は 4.9MPa である。図 4.7 の中間焼鈍試験片の試験片温度の時間変化と比較すると、 Ac_3 変態温度以上の加熱温度 864, 896, 1024°C においてもマルテンサイト変態による冷却速度の低下は小さい。式(4.1)を用いて同様に温度の時間変化から算出した冷却速度の時間変化を図 4.10(a)に示し、400°C 付近の冷却速度変化の詳細を図 4.10(b)に示す。特に加熱温度 1024°C の条件では、明瞭な冷却速度の低下が見られるが、中間焼鈍試験片の結果と比較すると冷却速度の低下のピークが小さくなる。また、加熱温度 864, 896°C は、 Ac_3 変態温度以上の条件であるが、マルテンサイト変態にともなう冷却速度の低下が小さい。これは完全焼鈍試験片の組織粒径が大きく、急速な加熱では十分な炭素拡散が得られず、加熱時に十分なオーステナイト化が起こらなかったことが原因と考えられる。同様に Ac_1 から Ac_3 変態温度の間の加熱温度 820°C の条件でも、マルテンサイト変態にともなう冷却速度の低下は小さい。

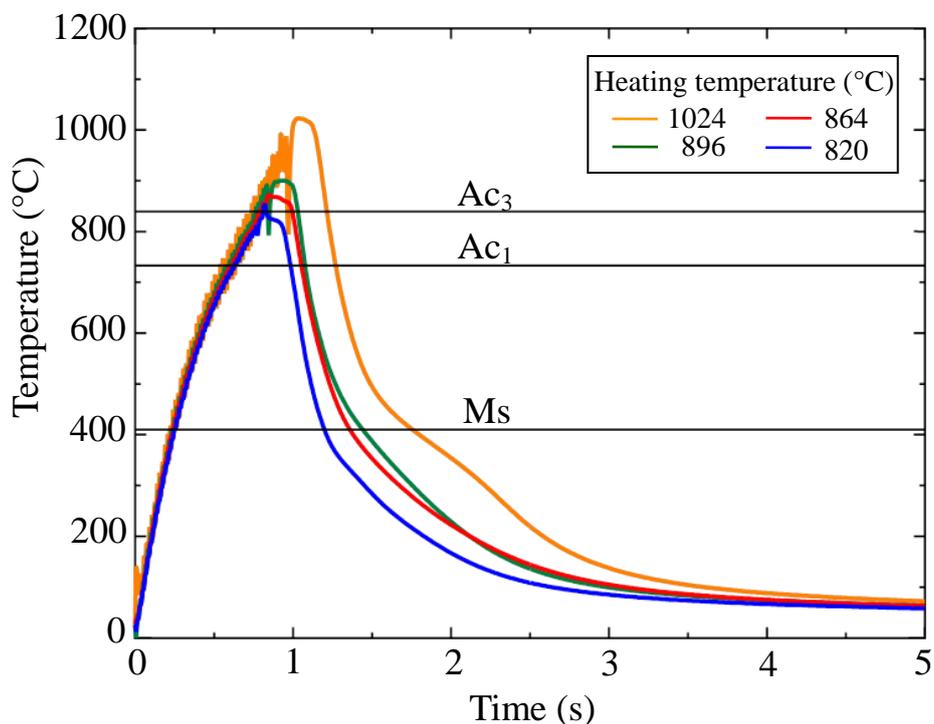
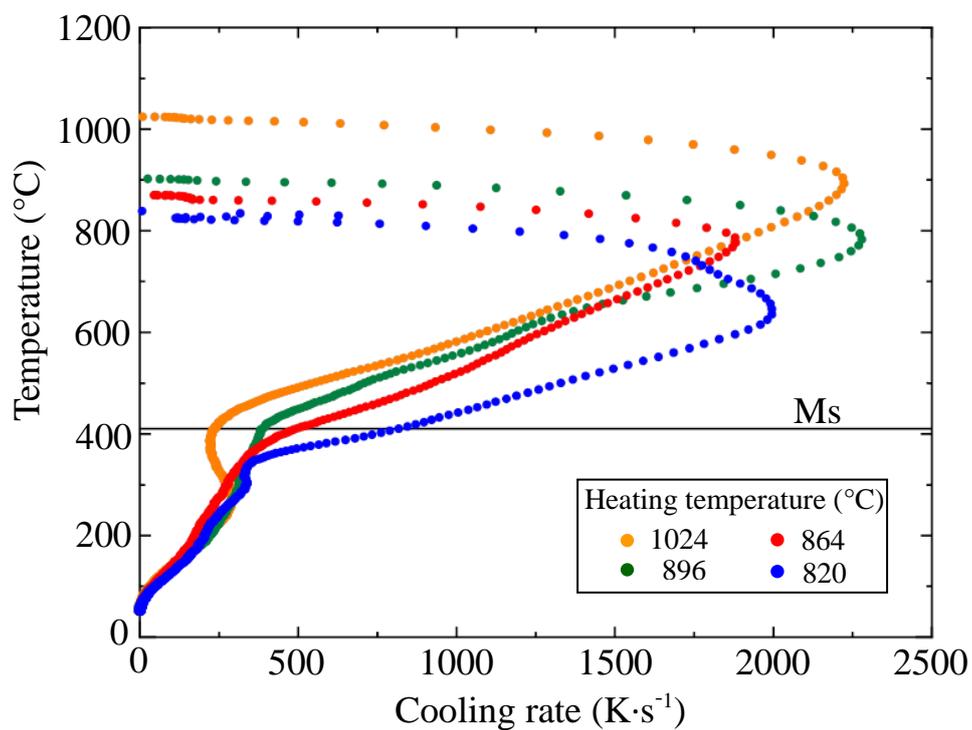
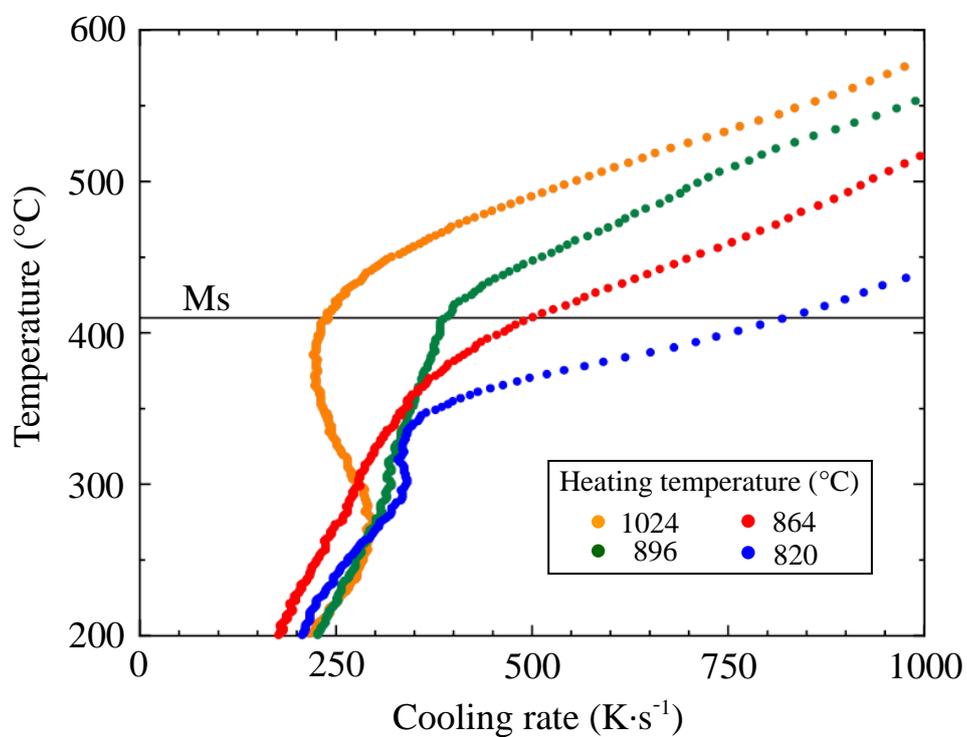


Fig.4.9 Temperature variation of fully annealed test pieces being resistance-heated to various heating temperature and die-quenched



(a) Full range



(b) Around 400°C

Fig.4.10 Cooling rate variation of fully annealed test pieces being die-quenched from various temperature

4.2.2 組織

図 4.11 に中間焼鈍試験片におけるクエンチ後の組織の加熱温度による変化を示す。加熱温度の増加にともない素材の組織が崩れていく様子がわかる。Ac₁ から Ac₃ 変態温度の間では加熱温度の増加にともない組織が崩れ、素材におけるフェライトの周りのパーライト相を起点に組織が細くなる。詳細に見ると、加熱温度 732, 752°C の条件については、素材の組織との変化が小さく、組織が細くなっていない。加熱温度 786, 796°C の条件については、素材のフェライト組織が残っているが、界面を起点にクエンチ後の組織が変態により細くなっていることがわかる。そして、加熱温度が 808, 826°C の条件については、細かい組織と粗い組織が混在しており、フェライトとマルテンサイトの二相組織が生成されていることがわかる。また、Ac₃ 変態温度である 839°C 付近を境に組織がより細くなっており、十分にマルテンサイト組織が得られていることがわかる。しかし、詳しく観察すると、加熱温度の増加にともない組織が粗大化する傾向が見られる。

図 4.12 に完全焼鈍試験片におけるクエンチ後の組織の加熱温度による変化を示す。加熱温度 820, 864, 896 と 940°C の 4 条件の組織は、粗いフェライト組織が残っている。これは、完全焼鈍試験片の素材の粒径が大きいため、加熱時に Ac₃ 変態温度を超えても十分にオーステナイト化せず部分的にフェライト相が残ったためと考えられる。この原因は、通電加熱による急速な加熱を利用しているため、十分な炭素拡散時間が得られずにフェライト相のオーステナイト化が進まなかったからであると考えられる。また、加熱温度 1025, 1122°C の組織は、素材の組織は変態と再結晶により分解し微細な組織が得られる。これらの条件については、加熱時に炭素拡散が活発であったため、短時間で十分な炭素拡散が進んだと考えられる。

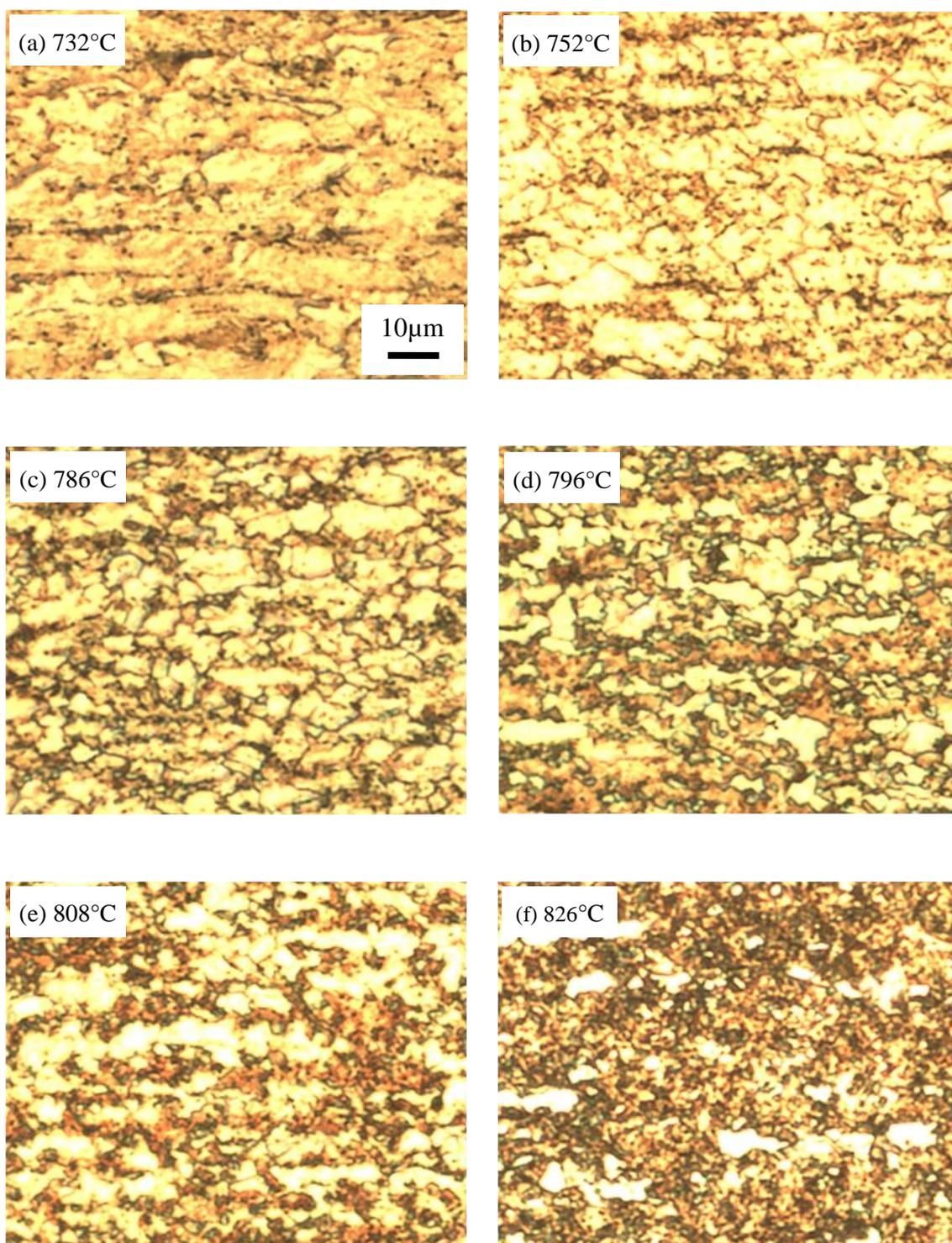


Fig.4.11 Microstructures of process-annealed test pieces after die-quenching from various heating temperatures

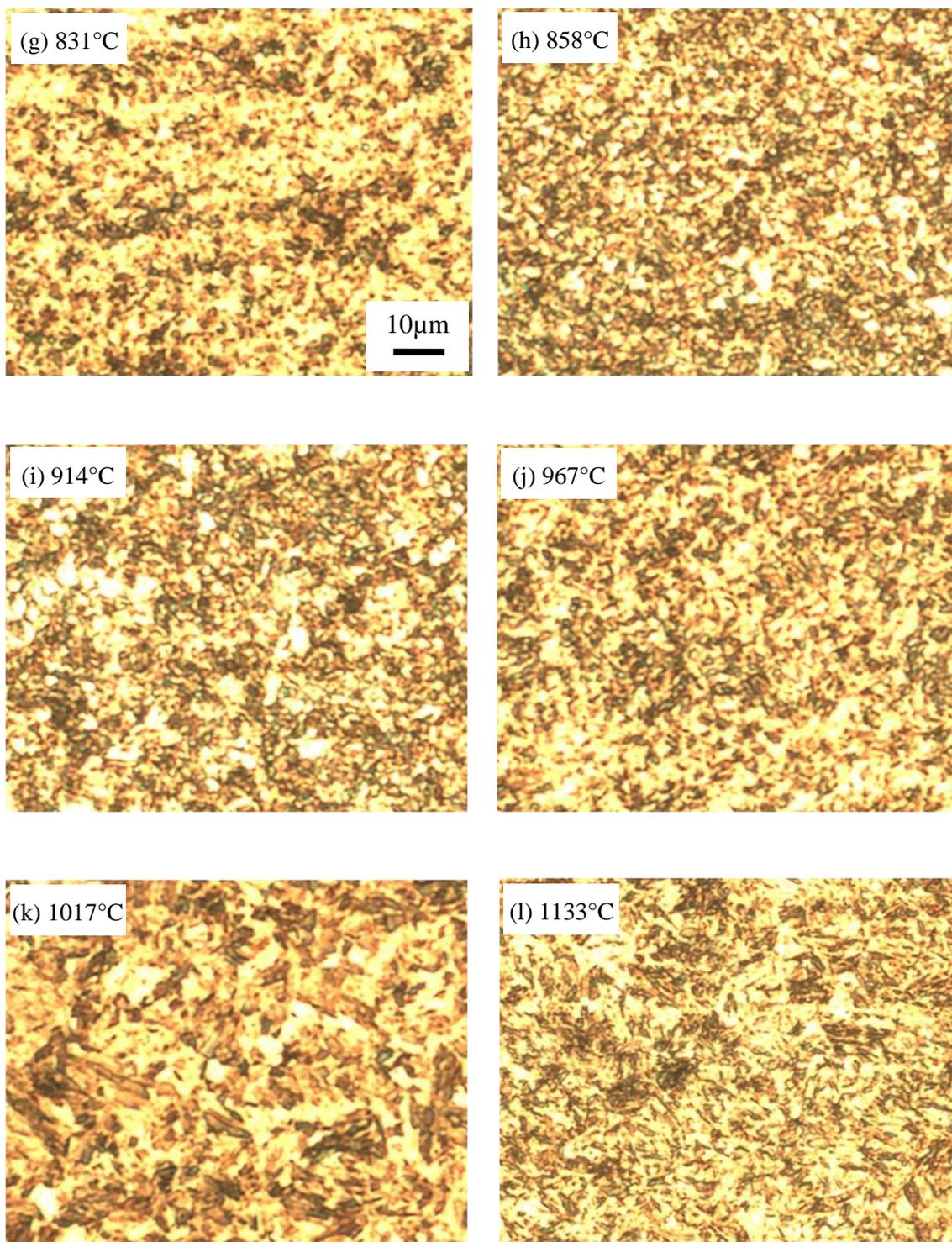


Fig.4.11 Microstructures of process-annealed test pieces after die-quenching from various heating temperatures

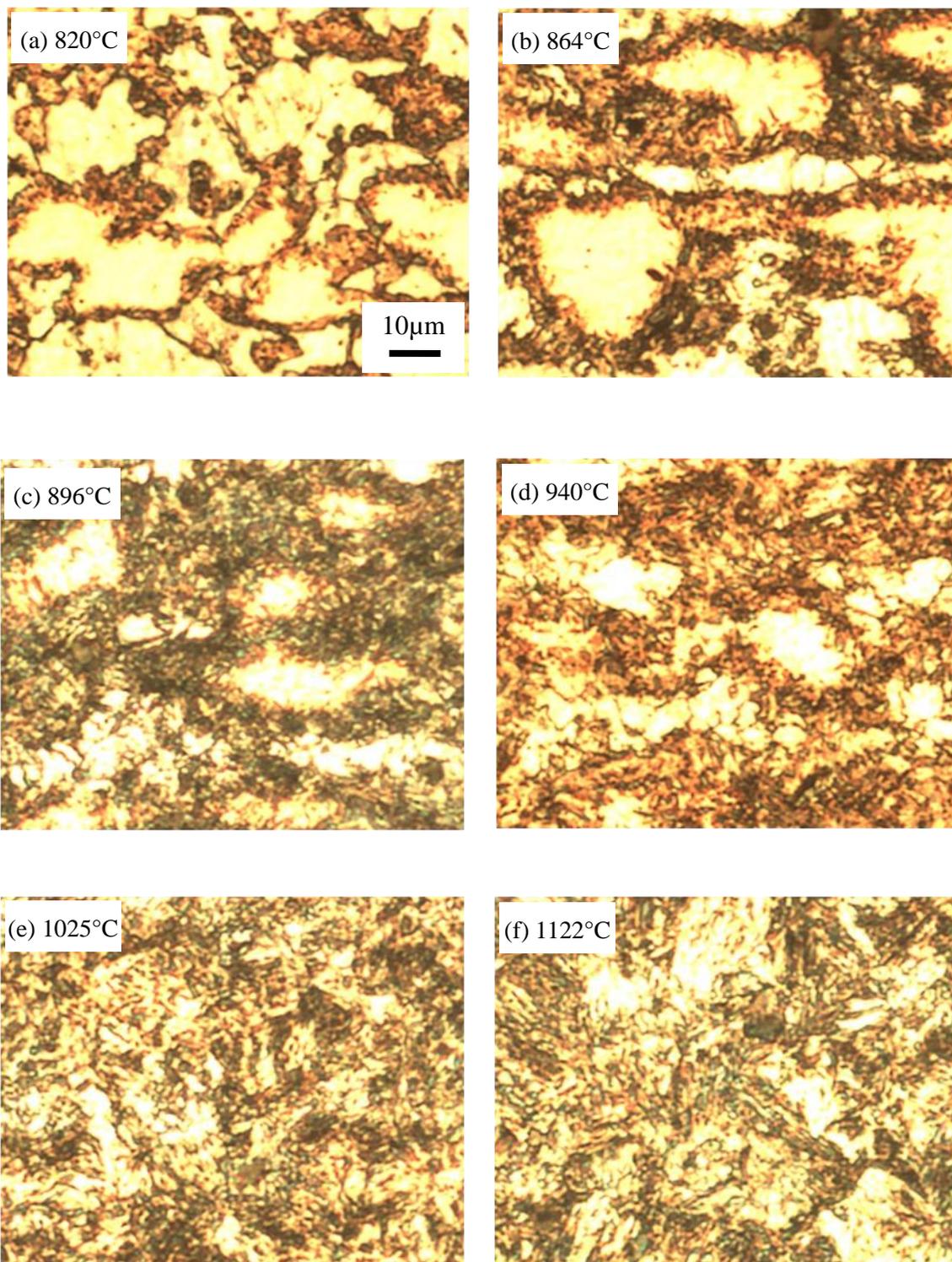


Fig.4.12 Microstructures of fully annealed test pieces after die-quenching from various heating temperatures

4.2.3 硬さ特性

クエンチ後のビッカース硬さと加熱温度の関係を図 4.13 に示す。図には中間焼鈍試験片と組織を粗くした完全焼鈍試験片の結果を示す。中間焼鈍試験片の結果については、加熱温度が Ac_1 から Ac_3 変態温度の間では $780^{\circ}C$ 付近まで硬さが増加せず、 $780^{\circ}C$ を超えると加熱温度の増加にともない硬さの増加がみられる。この硬さの増加は、加熱時のオーステナイト生成量の増加、すなわち、クエンチ後のマルテンサイト生成量の増加によって硬さが増加したためと考えられる。 $780^{\circ}C$ 付近まで硬さが増加しなかったのは、炭素の拡散が不十分でオーステナイト生成量が少なかったためと考えられる。加熱温度が Ac_3 変態点を超えると硬さが $500HV_5$ を超え、十分な焼入れが行われている。しかし、詳細に見ると、加熱温度の増加にともない硬さが少し減少する傾向が見られる。

組織状態の影響として中間焼鈍試験片と完全焼鈍試験片の結果を比較すると、加熱温度が $1000^{\circ}C$ 以下では、低い硬さを示した。これは前節の組織と同様に、完全焼鈍試験片は組織の粒径が大きいため、急速加熱では炭素の拡散が間に合わず、十分なオーステナイト化が達成できなかったためと考えられる。

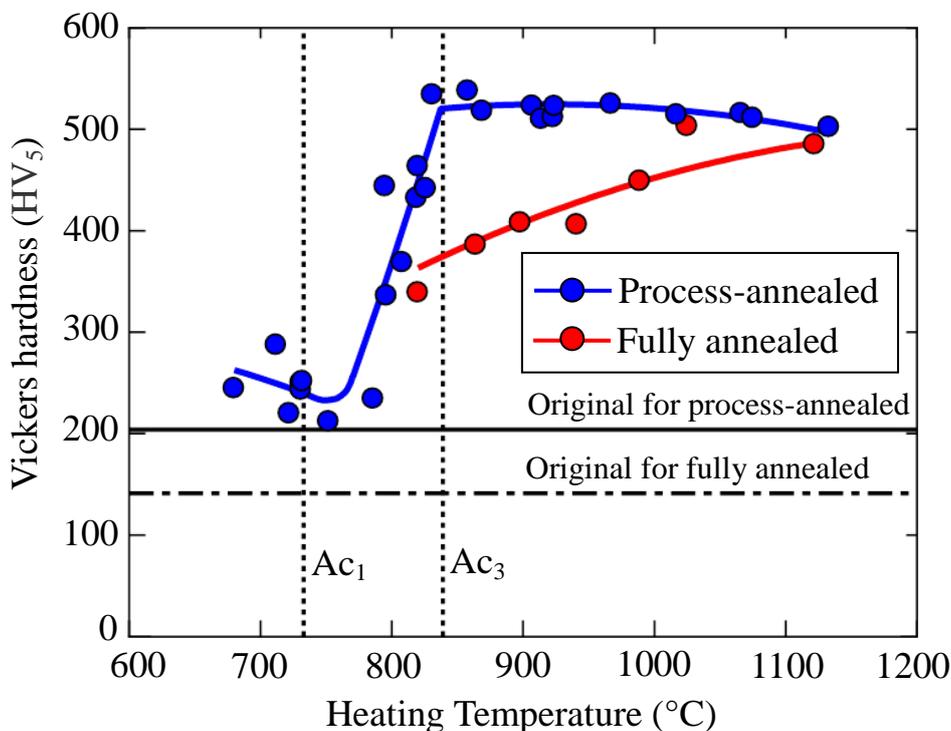


Fig.4.13 Effect of heating temperature on Vickers hardness

4.2.4 硬さ分布

図 4.14 には、各加熱温度からクエンチした中間焼鈍試験片に対してマイクロビッカース試験を実施し、硬さ分布を比率で示す。加熱温度 796°C と 914°C の条件を比較すると、加熱温度の増加にともない硬さの分布がより硬い値幅に移行している。これは、マルテンサイト生成量が増加したため、硬さが向上したと考えられる。また、両方の条件ともに、硬さの分布幅を持っている。加熱温度 796°C は、約 250 から 560MHV の範囲で分布幅を持ち、約 400MHV でピークを示す。加熱温度 796°C は Ac_1 から Ac_3 変態温度の間であるので、フェライトとマルテンサイトの 2 相組織を持っている。そのため、2 極化した硬さ分布が得られると予測されたが、2 極化せずに 200MHV 以下及び 600MHV 以上の硬さは示さなかった。これは、中間焼鈍試験片の素板の組織が細かく、クエンチ後に得られた組織が細かかったため、圧痕を微小にしたマイクロ硬さ試験においてもフェライトとマルテンサイトの複合的な硬さが現れたためと考えられる。一方で、加熱温度 914°C の条件では、約 360 から 690MHV の間で分布幅を持ち、約 500MHV でピークを示す。加熱温度 914 °C は、 Ac_3 変態温度を超えており炭素拡散が進むため硬さが向上している。しかし、急速加熱では加熱時間が短く炭素濃度に分布があると考えられるので、360MHV の低い硬さを示すと共に、600MHV を超える高い硬さも示した。

図 4.15 には同様に、各加熱温度からクエンチした完全焼鈍試験片に対してマイクロビッカース試験を実施し、硬さ分布を比率で示す。中間焼鈍試験片と比較すると、硬さの分布幅が広く現れている。特に加熱温度 820°C と 865°C の結果は、硬さが広い分布幅を持っており、約 200MHV で硬さのピークを示す。これは、完全焼鈍試験片の組織が粗く、加熱時に炭素拡散が進まず、クエンチ後に炭素の分布が大きくなったためと考えられる。そのため、フェライトと炭素濃度の高いマルテンサイトが生成されたため、200MHV の低い硬さを示すと共に、600MHV を超える硬さも示した。また、加熱温度 896°C、940°C と 1025°C を見ると、炭素の拡散が進みマルテンサイト生成量が増加するため硬さの分布幅が硬い範囲に移っている。これらの 3 条件では、硬さが硬い範囲でまとまる傾向が見られるが、加熱温度 896°C と 940°C については分布幅が大きく現れている。加熱温度 1025°C では約

400MHV でピークを示し、炭素の均質化による硬さの分布幅が狭まっている。これらの結果から、通電加熱ダイクエンチでは加熱が急速であるため、完全焼鈍試験片のように組織の粗い素板では Ac_3 変態温度を超えても炭素拡散が間に合わず、十分なオーステナイト化が行われない。そのため、クエンチ後の組織の相に分布が現れる。

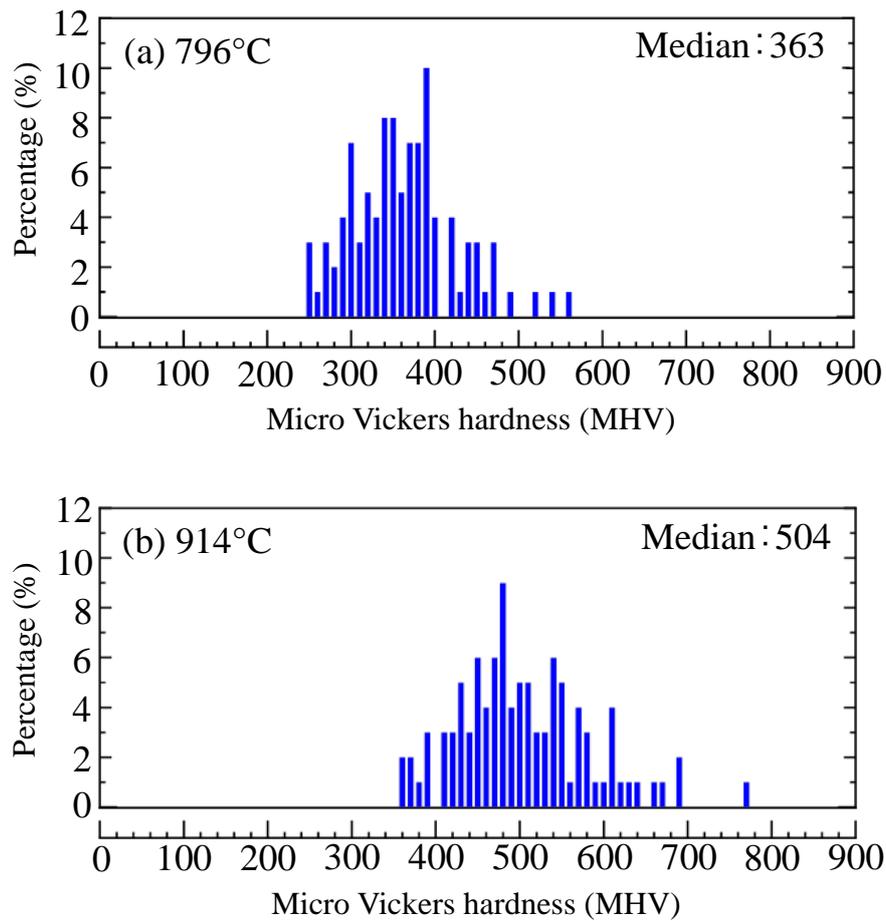


Fig.4.14 Micro Vickers hardness distribution of process-annealed test pieces after die-quenching from various heating temperatures

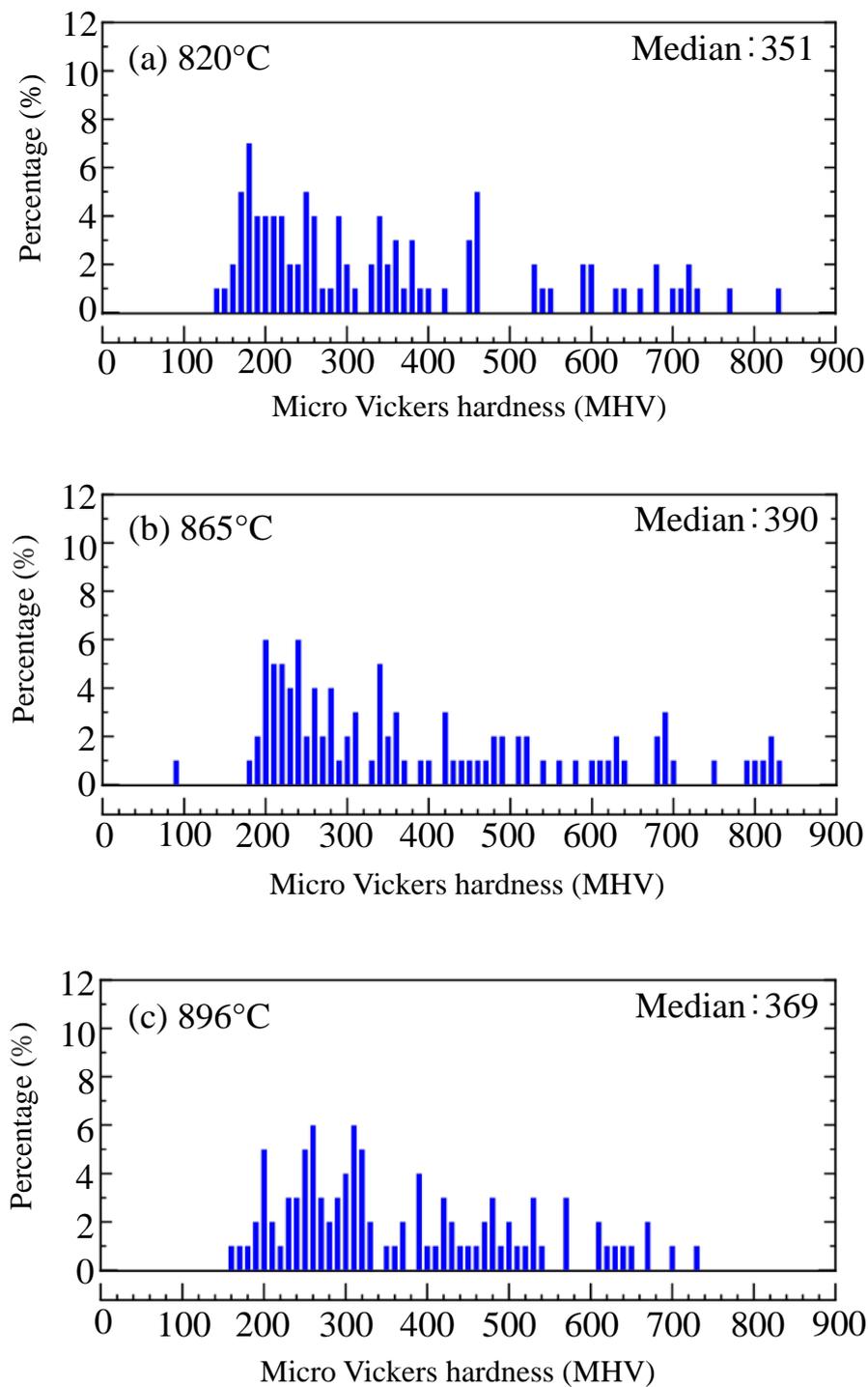


Fig.4.15 Micro Vickers hardness distribution of fully annealed test pieces after die-quenching from various heating temperatures

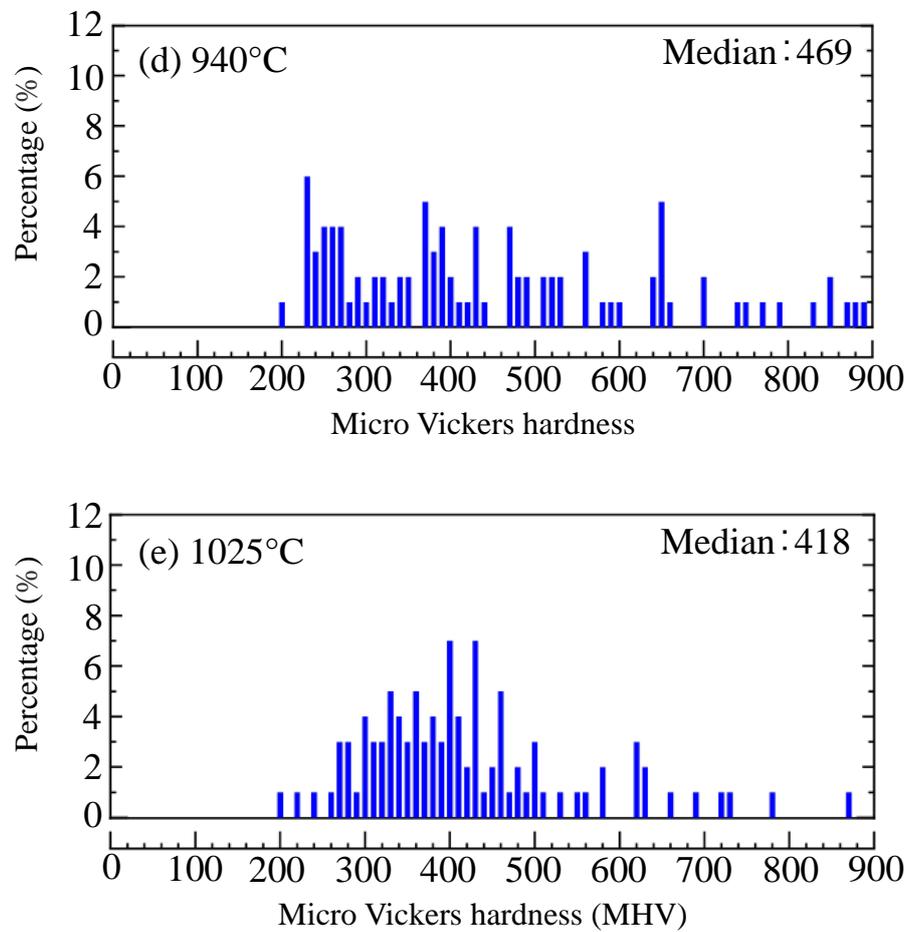


Fig.4.15 Micro Vickers hardness distribution of fully annealed test pieces after die-quenching from various heating temperatures

4.2.5 引張特性

図 4.16 に中間焼鈍試験片における各加熱温度からクエンチした材料の引張試験での公称応力-公称ひずみ曲線を示す。加熱温度 732°C では、明瞭な降伏点を示しているが、それ以上の加熱温度のものは明瞭な降伏点は認められない。加熱温度の増加にともない引張強さが増加し、破断伸びが小さくなる様子がよくわかる。図 4.17 に、完全焼鈍試験片における各加熱温度からクエンチした材料の引張試験での、公称応力-公称ひずみ曲線を示す。

図 4.18 にクエンチ後の各材料における引張強さと破断伸びに対する加熱温度との関係を示す。中間焼鈍試験片については、硬さと同様に、 A_{c1} から A_{c3} 変態温度の間での引張強さが、加熱温度の増加とともに大きくなる。そして、 A_{c3} 変態温度以上の加熱温度では 1500MPa 以上の高い引張強さを示すが、加熱温度の増加にともない少し引張強さが減少する傾向が見られる。一方、破断伸びは A_{c1} から A_{c3} 変態温度の間では、加熱温度の増加にともない小さくなる。 A_{c3} 変態温度以上の加熱温度では、7%付近ではほぼ一定の結果を示す。これらの結果は、組織や硬さと同様にマルテンサイトの生成量との関係で理解することができる。

中間焼鈍試験片と完全焼鈍試験片を比較すると、完全焼鈍試験片は引張強さと破断伸び共に低い結果を示す。特に 900°C 以下の加熱温度では差が大きく現れており、通電加熱を利用した急速な加熱では、 A_{c3} 変態温度を超えても十分なオーステナイト化が得られなかったことが考えられる。

図 4.19 にクエンチ後の各材料における一様伸びと加熱温度の関係を示す。中間焼鈍試験片では、 A_{c1} から A_{c3} 変態温度の間で加熱温度の増加にともない破断伸びと同様に減少する。 A_{c3} 変態温度以上の加熱温度では、5%付近ではほぼ一定の結果を示す。一方、完全焼鈍試験片では、 A_{c3} 変態温度付近においても加熱温度に対して大きな変化は見られず、5%付近でほぼ一定となる。これは、完全焼鈍試験片はフェライト相とマルテンサイト相の組織が大きく分布しており、延性のあるフェライト相がひずみを十分に吸収できなかったためと考えられる。そのため、マルテンサイト相が低いひずみで限界に達し、材料全体でも低いひずみで一様伸びに達したものと考えられる。

図 4.20 にクエンチ後の各材料における単位体積当たりの吸収エネルギーと加熱温度の関

係を示す。ここでの吸収エネルギーは、公称応力-公称ひずみ曲線から破断に至るまでの仕事を算出して求めたものである。中間焼鈍試験片においては、ばらつきはあるが、加熱温度に対して明瞭な変化は見られず、約 100 MJ/m^3 でほぼ一定となった。つまり、加熱温度の増加に対する引張強さの増加と破断伸びの増加は、引張強さと破断伸びの積がほぼ一定となるように変化している。完全焼鈍試験片においては、中間焼鈍試験片より低い結果を示す。これは相の分布が大きいため、マルテンサイト相がひずみを他の相に逃がすことができず、低いひずみで破断に至ったためと考えられる。

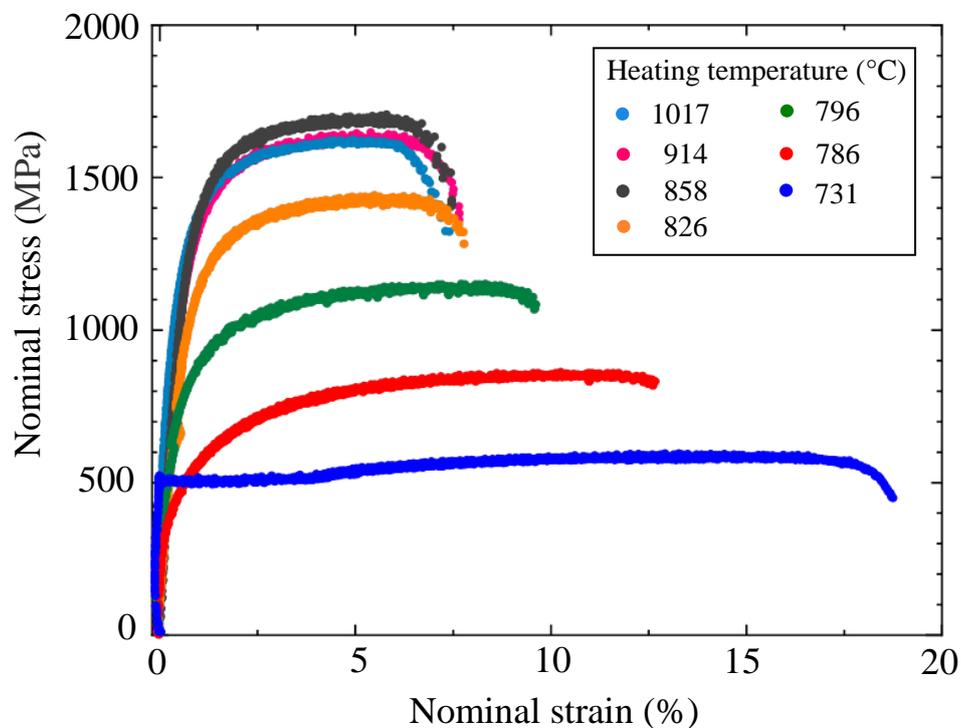


Fig.4. 16 Stress-strain curves of process-annealed test pieces after die-quenching from various heating temperatures

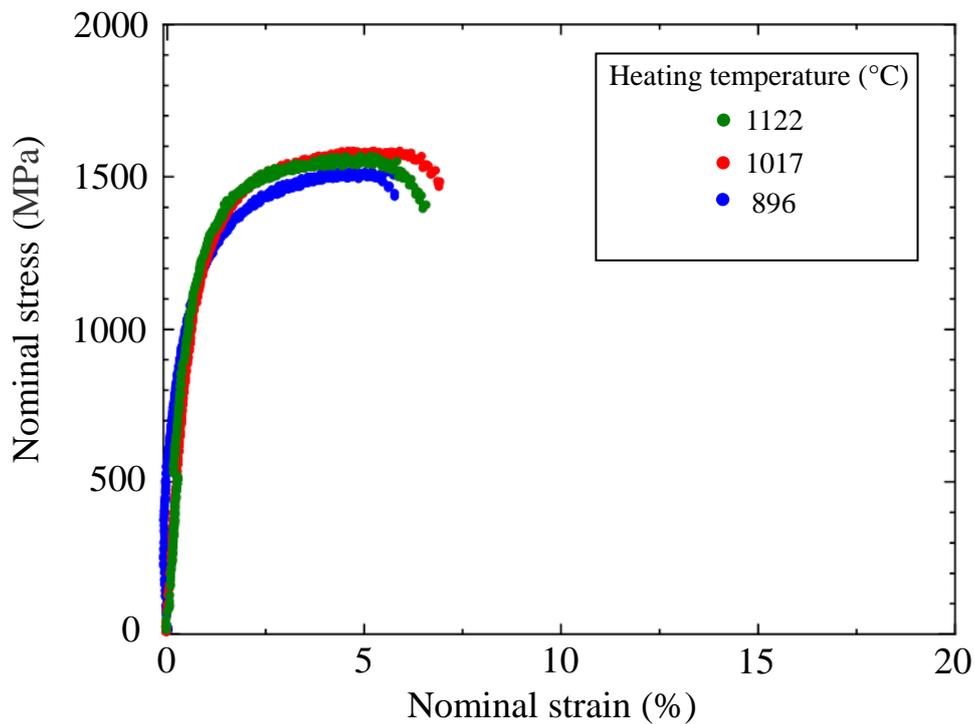


Fig.4. 17 Stress-strain curves of fully annealed test pieces after die-quenching from various heating temperatures

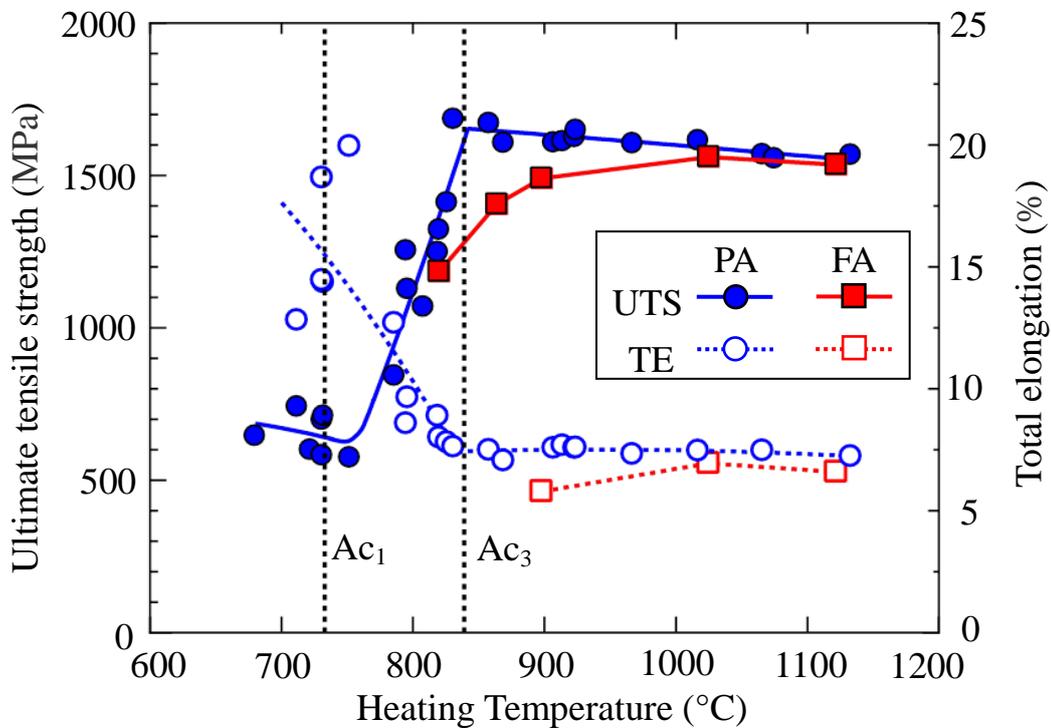


Fig.4.18 Effect of heating temperature on ultimate tensile strength (UTS) and total elongation (TE) (PA : Process-annealed, FA : Fully annealed)

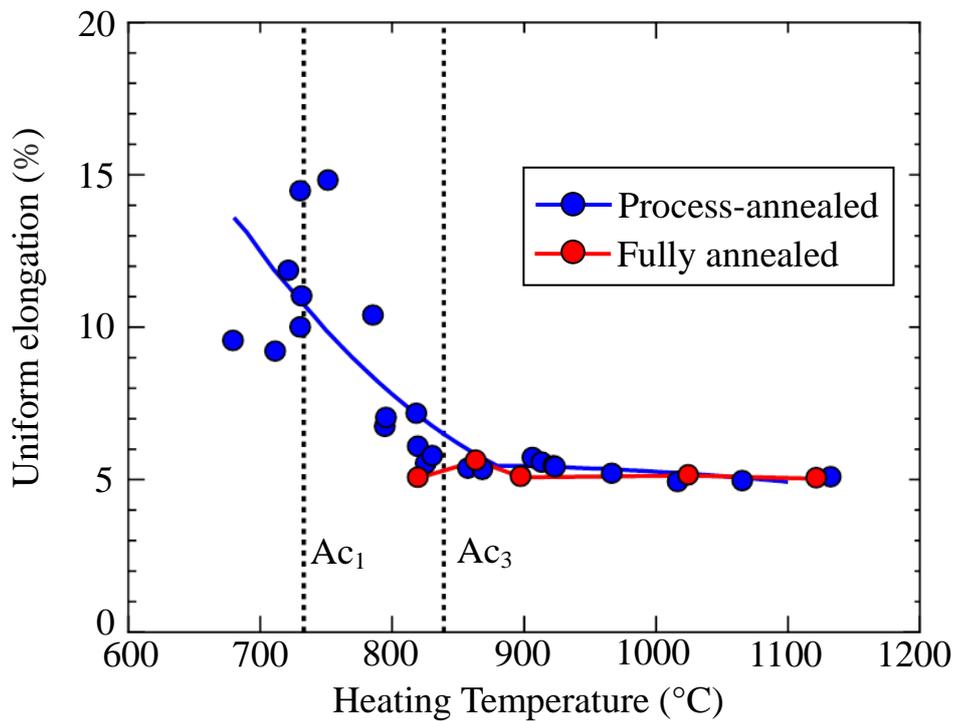


Fig.4.19 Effect of heating temperature on uniform elongation

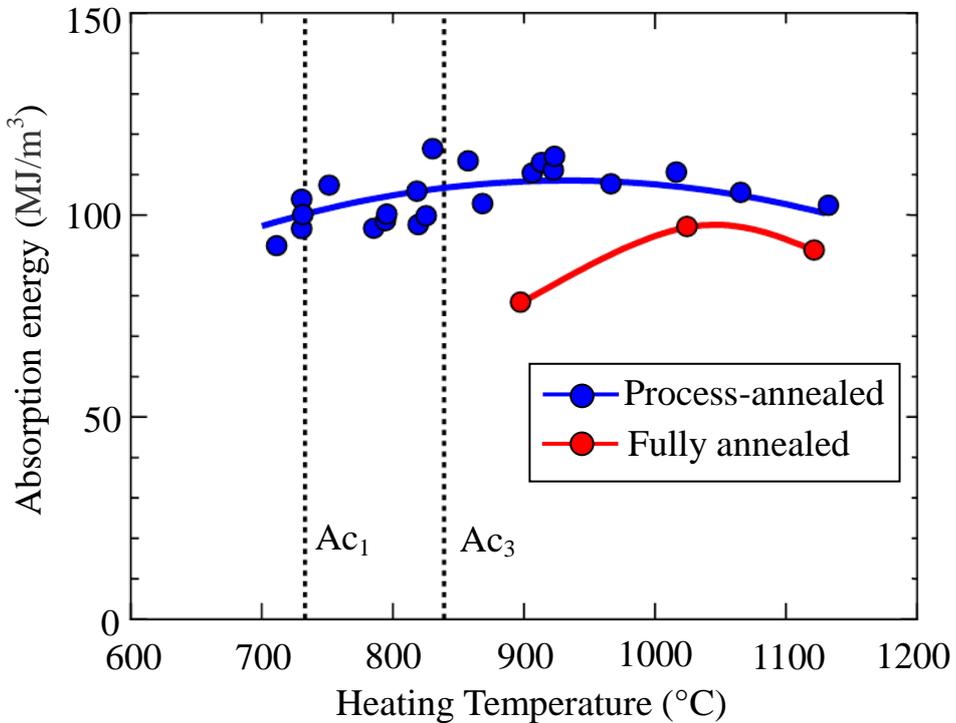


Fig.4.20 Effect of heating temperature on absorption energy

4.3 高温保持の影響

完全焼鈍試験片において、通電加熱では A_{c3} 変態温度を超えても十分なオーステナイト化が起こらなかった。そのため、加熱後に空气中で 3s 間保持後にダイクエンチをする実験を行い、炭素拡散時間の影響を調査した。結果を以下に示す。

4.3.1 加熱冷却特性

図 4.21 に、完全焼鈍試験片を実験材料とした加熱後に空气中で 3s 間保持した通電加熱ダイクエンチ実験で、得られた加熱過程と冷却過程での試験片温度の時間変化を図 4.21 に示す。図を見てわかる通り、加熱終了後に空气中で保持した際の空冷により試験片の温度の低下が起きるが、ダイクエンチを開始する温度は、 A_{c3} 変態温度以上を確保した。ちなみに、試験片は空冷により、約 $25\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ の冷却速度で冷える。

図 4.22 には、冷却過程での各温度での冷却速度の変化を示す。冷却速度は、測定した温度変化から式(4.1)を用いて同様に算出した。どちらの条件でも、マルテンサイト変態にともなう冷却速度の低下が大きく現れており、加熱時に生成されたオーステナイトが均一に近づきたいと考えられる。このことから、完全焼鈍試験片のように組織の粗い素板では、急速な加熱では炭素の拡散は不十分であり、高温で一定時間保持することで炭素拡散が進むことが考えられる。

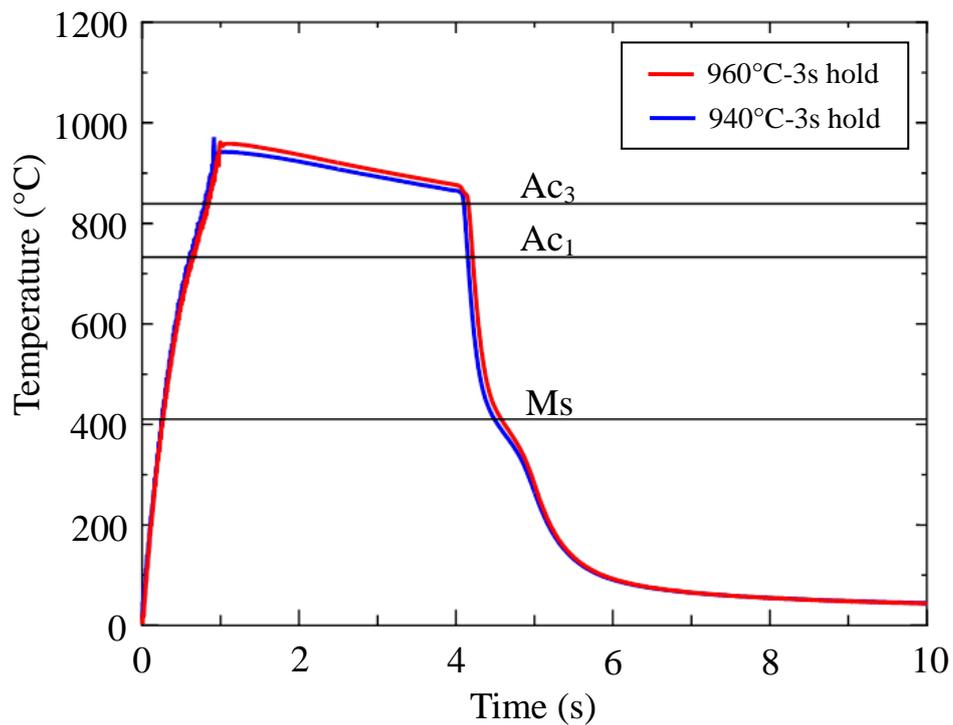


Fig.4.21 Temperature variation of process-annealed test pieces being resistance-heated to various heating temperature and held for 3s and die-quenched

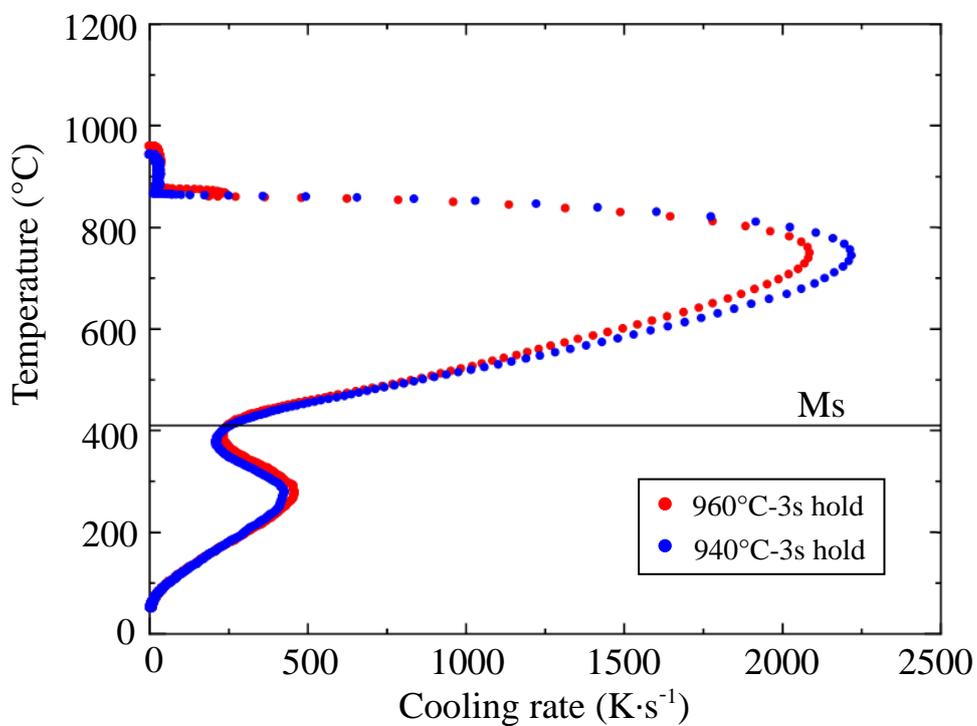


Fig.4.22 Cooling rate shift of fully annealed test pieces being die-quenched after heating and holding for 3s

4.3.2 組織

図 4.23 に完全焼鈍試験片における加熱後に空气中で 3s 間保持した通電加熱ダイクエンチ実験後の組織を示す。図 4.12(d)と比較すると、十分に細かい組織が得られている。このことから、通電加熱による急素加熱では組織の粗い素板では炭素拡散が間に合わず、一定時間の保持による影響が現れた。

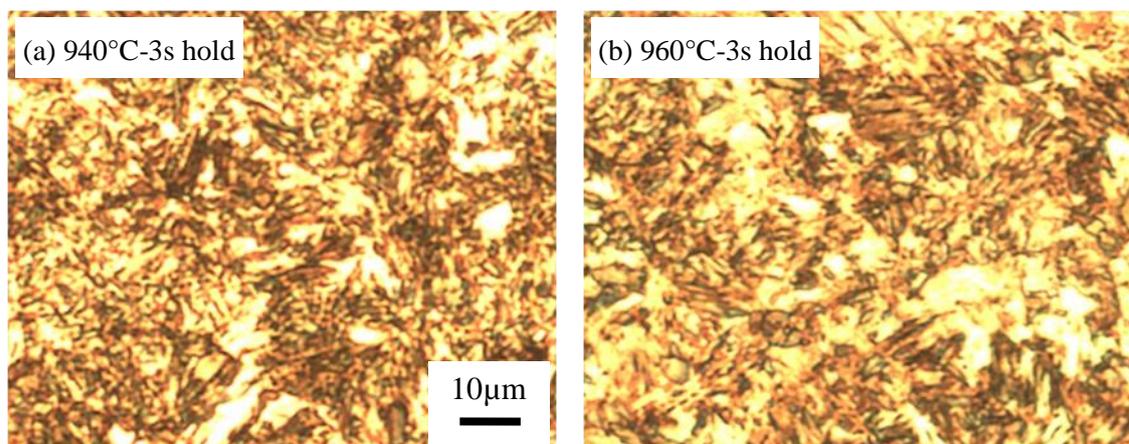


Fig.4.23 Microstructures of fully annealed test pieces which were die-quenched after heating and holding for 3s

4.3.3 硬さ特性

図 4.24 に完全焼鈍試験片における高温保持の硬さへ影響を示す。図の通り、高温で 3s 間保持した条件については、500HV₅ 近くまで硬さが向上している。このことから、高温で 3s 間保持することで、炭素拡散が進みオーステナイト生成量が増加し、マルテンサイト生成量が増加したと考えられる。つまり、通電加熱は加熱が急速であるため、完全焼鈍試験片のような組織の粗い素板では、加熱時に Ac₃ 変態温度を超えても十分なオーステナイト化が起こらない。

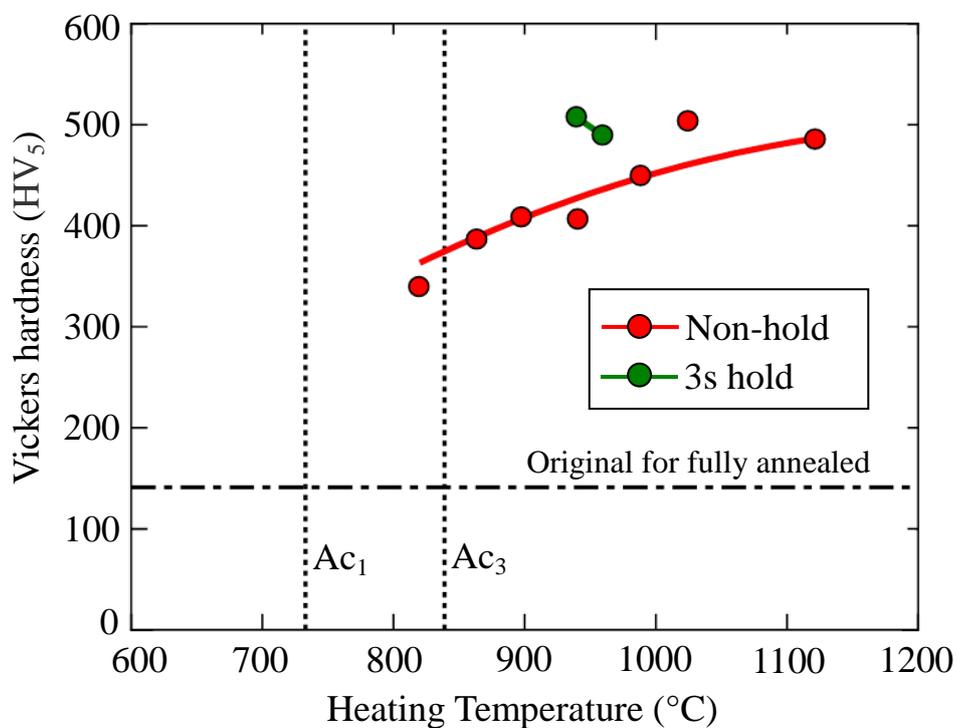


Fig.4.24 Effect of high temperature hold on Vickers hardness

4.3.4 硬さ分布

図 4.25 に完全焼鈍試験片を実験材料とした 940°C に加熱後、空気中で 3s 間保持した通電加熱ダイクエンチ実験で得られた材料に対してマイクロビッカース試験を実施し、硬さ分布を比率で示す。図 4.15 と比較すると、硬さの分布幅は狭くなっており、炭素拡散が進んだため、より均一に近い組織が得られていることがわかる。

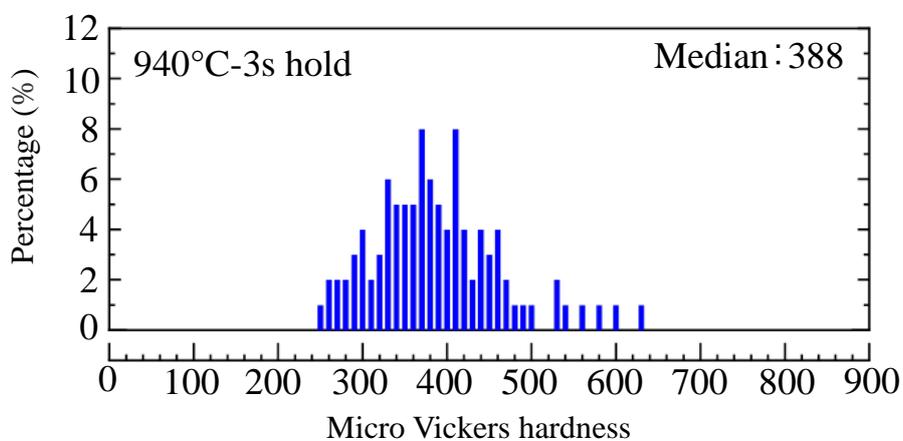


Fig.4.25 Micro Vickers hardness distribution of fully annealed test pieces which were die-quenched after heating and holding for 3s

第5章 結言

Ac_1 温度以上で加熱温度を変化させた通電加熱・ダイクエンチ実験を、実用鋼板を用いて行った。その結果以下の知見を得た。

- (1) Ac_1 から Ac_3 変態温度の間の加熱では、加熱温度の増加にともないマルテンサイトの生成量が増加するため、硬さおよび引張強さは共に大きくなる。加熱温度が Ac_3 変態温度を超えると硬さが 500HV₅ を超え、引張強さは 1500MPa を超える。
- (2) 破断伸びは加熱温度が Ac_1 から Ac_3 変態温度の間で、加熱温度の増加とともに低下し、 Ac_3 変態温度以上ではほぼ一定となる。
- (3) 組織観察から、 Ac_1 から Ac_3 変態温度の間での加熱温度の増加とともに素材の組織が崩れていく様子が確認でき、細かい組織と粗い組織から成る二相組織が現れることも確認できた。
- (4) クエンチ後の材料の塑性変形による吸収エネルギーは、加熱温度に対して明瞭な変化は見られず、ほぼ一定となった。
- (5) 通電加熱・ダイクエンチでは加熱が急速であるため、組織が粗い素板では Ac_3 変態温度を超えても炭素の拡散が間に合わず、十分なオーステナイトが行われないので注意が必要である。

参考文献

- 1) M. Naderi, M. Ketabchi, M. Abbasi and W. Bleck: “Semi-hot Stamping as an Improved Process of Hot Stamping” *J. Mater. Sci. Technol*, 2011, 27(4), pp. 369-376.
- 2) A. Bardelcik, C. P. Salisbury, S. Winkler, M. A. Wells, M. J. Worswick: “Effect of cooling rate on the high strain rate properties of boron steel” *International Journal of Impact Engineering* 37 (2010) pp. 694-702.
- 3) 牧 清二郎, 濱本 篤, 齊藤 翔一, 森 謙一郎: “抵抗発熱を利用した超高張力鋼板のダイクエンチ” *塑性と加工*, 第 41 巻, 第 553 号(2007), pp. 140-144
- 4) 森 謙一郎, 奥田 裕也, 内田 光隆, 上菌 俊: “強度分布を有する超高張力鋼製品のための熱間プレス成形における局部ダイクエンチ” *Journal of the JSTP* vol. 50 no. 586 (2009) pp. 1049-1053
- 5) 谷野 満, 鈴木 茂: “鉄鋼材料の科学” 内田老鶴圃, 2001, pp. 73-107
- 6) 高橋 昇, 浅田 千秋, 湯川 夏夫: “金属材料学” 森北出版, 1989, pp. 86-98
- 7) 打越 二彌: “機械材料” 東京電機大学出版局, 2001, pp. 68-119
- 8) B. Maffei, W. Slavatore, R. Valentini: “Dual-phase steel rebars for high-ductile r. c. structures, Part 1: Microstructural and mechanical characterization of steel rebars” *Engineering Structures* 29(2007) pp. 3325-3332
- 9) 社団法人 日本溶接協会 溶接情報センター
“http://www-it.jwes.or.jp/weld_simulator/cal1.jsp”

謝辞

本研究を遂行するにあたり、終始懇切丁寧なる御指導を賜りました牧 清二郎教授に深く感謝いたします。また、論文作成、実験遂行にあたり、多くの御助言、御協力いただきました中西 栄徳助教に深く感謝するとともに、実験の遂行に際して多大なる御協力を頂きました中川 浩希技術専門職員に厚く御礼申し上げます。

最後に、幾多の協力をいただきながら、ここに御氏名を掲載できなかった方々に対し、その失礼をお詫びするとともに、謹んで御礼申し上げます。