

(論文)

+ 2相域での大歪加工による微細粒鋼の延性に及ぼす第2相マルテンサイトの影響

The Influence of Secondary γ on the Ductility of Fine Grained Steels Produced through Heavy Deformation in the $\alpha + \gamma$ Dual Phase Region



難波茂信*
Shigenobu Nanba



野村正裕*
Masahiro Nomura



楨井浩一*(工博)
Dr. Koichi Makii



忞倉功和**
Norikazu Matsukura

Micro-alloyed low carbon steels with a 1 μ m ferrite grain size with various secondary phases were obtained by rolling. These steels were characterized by a more than 90% reduction in the alpha and gamma dual phase region. Uniform elongation becomes smaller as the grain size decreases when the secondary phase is pearlite. However, by introducing martensite as the secondary phase, uniform elongation was improved. Reducing the secondary martensite size improved uniform elongation even more. It is clear that not only the species and volume fraction of the secondary phase but also their size is important to obtain ultra-fine grained steels with an excellent balance between strength and elongation properties.

まえがき = 鉄鋼材料の強度と靱性を同時に改善するには、結晶粒の微細化が不可欠である。結晶粒微細化の方法として、変態、再結晶の核生成サイトを増加させ、核生成した微細結晶粒の成長を抑制することが有効である。析出物の微細分散や合金元素の添加などによる核生成サイトの増加や粒成長の抑制も一つの方法であるが、鉄鋼材料のリサイクル性向上を考慮すると、単純成分系での結晶粒微細化がより有利である。そこで、オーステナイト-フェライト2相組織の大歪加工を含む加工熱処理で結晶粒の微細化を試みた。これは大歪加工により材料に多数の欠陥を導入し、これらを核生成サイトとすることで結晶粒を微細化し、また2相組織であるため互いに他相の結晶粒成長を抑制しあう効果を狙ったものである^{1)~5)}。

オーステナイト-フェライトの2相域で大歪加工をすると結晶粒径が微細化することは知られているが、加工条件によっては粗大粒になることも報告されており⁶⁾⁷⁾、その機構には不明な点がある。そこで、微細フェライト粒が得られるオーステナイト-フェライト2相域での大歪加工条件について研究を行った。さらに、超微細フェライト結晶粒に、第2相としてマルテンサイトを導入すれば、超微細組織の課題であった均一延性を改善できることが期待されるため⁸⁾、均一延性を最大化するための第2相の分散状態制御についての検討を、スーパーメタルプロジェクトの一環として行った。

1. 実験方法

圧延実験は多機能統合型圧延機を用いて行った。加工熱処理パターンを図1に示す。圧延条件は、再加熱温度

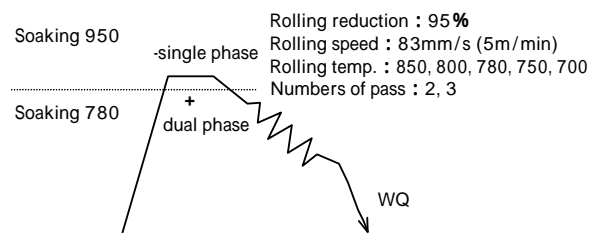


図1 温度加工履歴
Fig. 1 Applied thermo-mechanical treatments

をオーステナイト単相域である950で行う場合と、オーステナイト-フェライト2相域である780で行う場合の2種類に大別される。

圧延に用いた組成は、0.14%C-0.4%Si-1.3%Mn-0.02%Nb-0.01%Ti-40ppmN(濃度はmass%もしくはmass ppm)の転炉溶製材を用いた。圧延に用いた試験片サイズは、高さ50mm、幅50mm、長さ350mmである。詳細な圧延条件を、金属組織および機械的性質とともに表1に示す。

これまでの2相域大歪下圧延実験では、オーステナイト域での圧下を行わずに2相域に加熱後に直ちに大歪下圧延を行っていたが、今回の圧延ではオーステナイト域圧延の効果を確かめるために、2相域の圧延の前に1~2パスのオーステナイト域の圧延を行っている。また、2パス圧延では1パス、2パスの圧下率をそれぞれ、45%、80%にし、3パス圧延では表1中のR5およびR7を除きそれぞれ45%、45%、70%の圧下率を与え、R5およびR7はそれぞれ45%、70%、35%の圧下率にて圧延した。全圧下率は、いずれの圧延条件でも90%となっている。全ての圧延条件にて大歪下圧延での加工発熱を抑制するために、83mm/sという本圧延機で最も低速な条件で圧延を行った。また、全ての圧延条件にて、第2相としてマ

*技術開発本部 材料研究所 **鉄鋼部門 チタン本部 チタン技術部

表 1 2相域圧延条件と機械的性質

Table 1 Rolling conditions and mechanical properties of heavy deformation at + region

Specimen	Rolling condition					Mechanical properties							
	Soaking temp. ()	Rolling temp.			Total reduction (%)	YP (MPa)	TS (MPa)	YR (%)	El.		Dia.of (μ m)	TS \cdot u (MPa \cdot %)	TS \cdot l (MPa \cdot %)
		1st step	2nd step	3rd step					(%) ^u	(%) ^l			
R1	950	800	750	-	90 (2pass)	453	844	54	16.6	26.0	1.10	14 010	21 916
R3	950	750	700	-	90 (2pass)	460	780	59	18.1	28.4	1.29	14 092	22 178
R5	950	800	750	700	90 (3pass)	691	733	94	8.8	22.0	0.99	6 475	16 126
R7	950	750	750	700	90 (3pass)	710	748	95	9.5	23.8	1.19	7 081	17 777
R9	950	850	750	700	90 (3pass)	548	594	92	17.1	34.2	0.96	10 157	20 335
R11	950	850	800	700	90 (3pass)	452	727	62	12.0	20.4	0.93	8 748	14 855
R12	950	850	800	750	90 (3pass)	459	804	57	16.0	25.5	1.00	12 864	20 529
R15	780	780	750	700	90 (3pass)	576	686	84	14.1	22.9	1.00	9 645	15 679
R20	780	780	700	-	90 (2pass)	541	688	79	17.4	25.8	1.39	11 965	17 719

YP (MPa): Yield strength, TS (MPa): Tensile strength, YR (%): Yield ratio (YP/TS), (%): Total elongation, (%): Uniform elongation

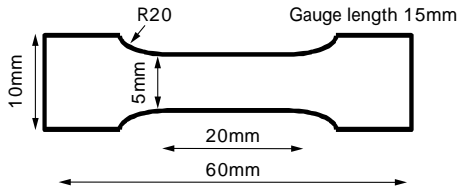


図 2 サンプル形状

Fig. 2 Dimensions of tensile specimen

ルテンサイトを得ることを狙い、圧延終了後直ちに水冷を行った。

機械的性質は、圧延板の上面下面を研削し中心部から2mm厚の引張試験片を作成して測定した。その試験片サイズを図2に示す。同じ圧延材から3つの試験片を切出して測定し、各機械的性質はその平均値をとった。また、降伏点が観察された場合は降伏応力としては上降伏点を取り、降伏点が観察されない場合は0.2%耐力を降伏点とした。

金属組織評価はFE-SEM（日立製作所製S4500）を用いて行った。結晶粒径は、表面から0.1mmの位置（以後、表面部）、1/4厚さ部（同、1/4t部）、中心部の3箇所で見組織観察を行い、板厚方向の組織変化も観察した。結晶粒径はFE-SEM組織写真から平均切片長さを求め、さらに1.128倍して得られた公称粒径⁹⁾で示した。

2. 実験結果

2.1 2相域圧延による組織微細化

表1に圧延条件とフェライト粒径、機械的性質をまと

めて示す。

表1より、1/4t部の結晶粒径は、5つの圧延条件にて1 μ m以下となったが、全て3パス圧延の材料であり、2パス圧延ではわずかながら1 μ mより大きいフェライト粒しか得られなかった。また、3パス圧延材でも全パスとも2相域で加熱したものは、2相域加熱材（R15）では1 μ mに到達したものの、オーステナイト単相域に再加熱したもの（R7）は1 μ mに到達しなかった。最終圧延温度を750と700に変化させても、フェライト粒径の大きな変化はみられていない。微細組織の例としてR12の板厚方向の金属組織を図3に示す。

本圧延材は、板厚中心部と1/4t部および表面部で第2相が大きく異なっていることが観察された。中心部は、わずかにパーライトがみられるが、第2相のほとんどがマルテンサイトであり、フェライト粒径は整粒でその大きさは1.6 μ mであった。観察位置を1/4t部にするとパーライトがほとんどみられず、第2相はセメンタイトおよびマルテンサイトとなり、マルテンサイトがみられる頻度が低下していた。フェライト粒径は1.0 μ mであった。表面部のフェライト粒径は0.7 μ m、第2相はそのほとんどがセメンタイトであった。このように表面部と中心部では組織が異なっているが、表面から1/4t部までは1 μ m以下の結晶粒が得られている。本圧延材は5mmであったことから、全板厚の半分以上の2.5mm厚で1 μ m以下のフェライト粒径が得られたことになる。図4にEBSP評価結果の例を示すが、顕著な集合組織は観察さ

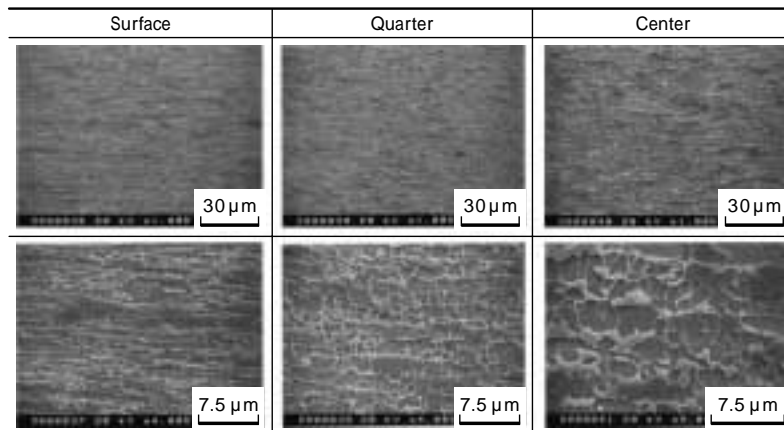


図 3 2相域大圧下圧延材の金属組織例 (R12)

Fig. 3 Typical example of microstructure heavily rolled in + region (R12)

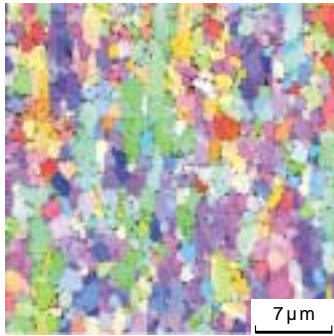


図4 大角傾粒界に囲まれた1μmサイズのフェライト結晶粒を示すEBSPイメージ(R12)

Fig. 4 EBSP analysis showing ferrite grain size of 1 μm and their boundaries consisting high angle boundaries in R12

れない。また、ほとんどの結晶粒界が大傾角粒界であることがわかる。

2.2 機械的性質

表1より、引張強度TSは594MPaから844MPaまで大きく変化した。また降伏比YRも54%から95%まで大きく変化している。強度が大きく変化したため、延性を表す指標として、均一伸びと全伸びだけでなく、それらとTSの積である $TS \cdot \epsilon_u$ および $TS \cdot \epsilon_t$ を導入し、表1に示す。800MPa以上の高強度材料でも、均一伸びで16%を超えるものがあった。これは結晶粒径が20μm程度の材料とほぼ同じ均一伸びである。

950 というオーステナイト域で再加熱した場合は、2パス圧延の方が均一延性が高いという結果となった。同じ950 加熱でも、3パス圧延では均一延性が10%に満たないものと15%以上あるものとは大きく分かれた。また、引張強度も2パス圧延材は780MPa、844MPaと高い値を示したのに対し、3パス圧延材は594MPaから804MPaと大きく変化した。同様にYRも2パス圧延材では50%台なのに対して、3パス圧延材は57%から95%まで大きく振れている。したがって、 $TS \cdot \epsilon_u$ および $TS \cdot \epsilon_t$ の値は2パス圧延の方が3パス圧延材よりも大きい。

780 での2相域加熱材では、2パス、3パス材ともTS、YR、均一伸び、全伸びともほぼ同じ程度のものであったが、わずかに2パス圧延材の方が均一延性に優れた結果となった。

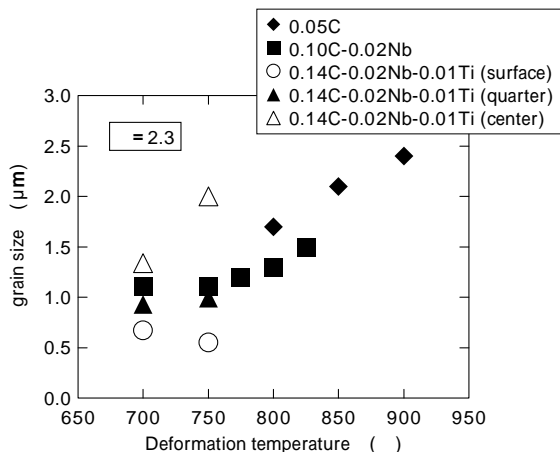


図5 フェライト結晶粒サイズに及ぼす変形温度の影響

Fig. 5 Deformation temperature dependence of ferrite grain size

3. 考察

3.1 結晶粒径微細化

今回の2相域圧延結果では、1/4t部で0.93μmまで微細化していた。図5に全圧下率が90%と同じ場合のフェライト粒径に及ぼす加工温度の影響を示す。この図は、加工フォーマスタによって単軸圧縮した結果(0.05Cおよび0.10C-0.05Nb)と圧延実験によって得られた結果を重ねて示したものである。

今回の結果は、表面部、1/4t部、中心部をそれぞれプロットしている。0.05Cおよび0.10C-0.02Nb材の結果は単軸圧縮試験片の中心部の観察結果である。圧延材の中心部は表面部より高い温度と思われるが、確かな温度が不明であるために、圧延実験にて測定した表面温度でプロットした。

この図から、炭素量が増すほど、かつ変形温度が低下するほどに結晶粒径が小さくなっていることがわかる。また、同一加工温度では炭素量が増すほど結晶粒径が小さくなっているのがわかる。2相域圧延をより低温で行うことは、加工前のフェライト分率が高い状態で加工することになるが、フェライトの再結晶がおこななければ微細化できないため、フェライトの再結晶が重要になってくるものと思われる。

オーステナイト-フェライトの2相域ではフェライトの方が軟質であり、圧延変形の歪がより集中する。2相域圧延でも炭素量が増すほど結晶粒径が微細になっているのは、同一温度では炭素量が増すほど、フェライト分率が低下し、フェライト相が担う歪が大きくなっているために、再結晶が進行しやすくなるためではないかと思われる。

3.2 機械的性質と金属組織

今回得られた強度延性バランスを $TS \cdot \epsilon_u$ および $TS \cdot \epsilon_t$ という指標をとって、フェライト粒径依存性をみてみたものを図6に示す。比較のために前回の結果¹⁰⁾も一緒に示してある。今回の結果のみでなく前回の結果でも、結晶粒径が小さくなればなるほど $TS \cdot \epsilon_u$ および $TS \cdot \epsilon_t$ のいずれも小さくなっている。これは、結晶粒径微細化は、延性にとってはマイナスの効果を示すことにほ

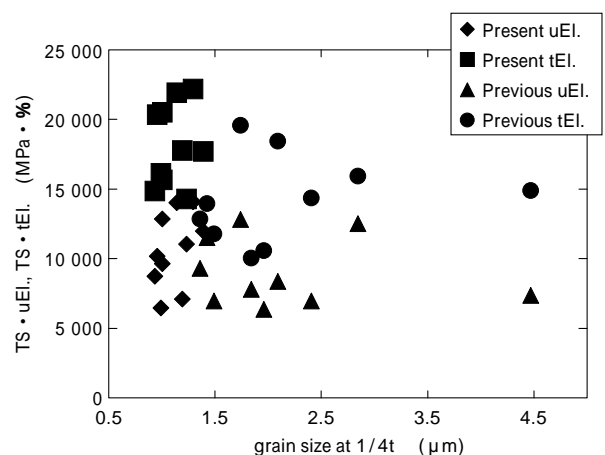


図6 TS-EI. バランスに及ぼすフェライト結晶粒径の影響

Fig. 6 Ferrite grain size dependence of strength-ductility balance

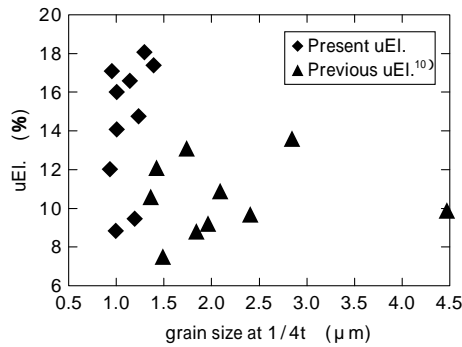


図7 均一伸びに及ぼすフェライト結晶粒径の影響
Fig. 7 Ferrite grain size dependence of uniform elongation

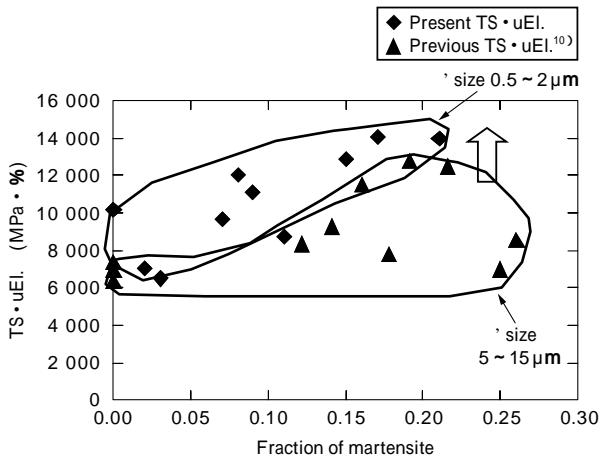


図8 マルテンサイト()体積率とTS·uEl.の相関
Fig. 8 Relationship between TS·uEl. and martensite fraction

かならない。しかしながら、今回の結果では結晶粒径が細くなっているにもかかわらず、TS・ σ_u およびTS・ σ_t のいずれも前回の値よりも高いレベルにあることがわかる。これは、図3に示したように、今回の実験のほうが第2相がより微細分散していたためと思われる。

次に、図7に均一伸びだけを比較した図を示す。この図からも、結晶粒径が微細化したにもかかわらず、今回の結果のほうが均一延性が大きく改善しているのがわかる。これは結晶粒径微細化によって損なわれる延性、特に均一延性の改善の大きな指針であり、フェライトばかりでなく第2相をさらに微細化する方法の検討が重要になってくるものと思われる。

図8にTS·uEl.をマルテンサイト体積率との相関で示す。一般的にマルテンサイト体積率が多いほどTS·uEl.が高くなる。さらに、第2相マルテンサイトのサイズに

も依存し、マルテンサイトサイズが小さいほど良好な結果になっている。

図8では、マルテンサイト分率を横軸にとって示しているが、その分率が低い場合は、図3に一例を示しているようにセメンタイトもしくはパーライトの分率が高くなっている。すなわち、第2相がセメンタイトもしくはパーライトの場合は、マルテンサイトより延性を向上させる効果が小さいということがわかる。

むすび=鉄鋼材料の強度延性バランス改善を目的に、オーステナイト-フェライト2相域大圧下圧延によるフェライトと第2相マルテンサイトの微細化が可能かどうかの検討を行い、次のことがわかった。

- 1) 2相域圧延を行う前にオーステナイト域での圧下を1~2パス行い、2相域で大圧下圧延を行えば表面近傍から1/4t部まで1μm以下の結晶粒径が得られる。
- 2) 第2相はパーライト、セメンタイト、マルテンサイトが観察されたが、マルテンサイトが微細分散している場合のみ優れた均一延性を示した。
- 3) さらに第2相が同じマルテンサイトの場合はより微細に分散しているほうが優れた均一延性、強度-延性バランスを示した。

スーパーメタルプロジェクトの後継プロジェクトで、より現実的な条件で結晶粒微細化可能な条件を検討している。

参考文献

- 1) 委倉功和ほか：第1回スーパーメタルシンポジウム講演集(1998)p.229.
- 2) 委倉功和ほか：第2回スーパーメタルシンポジウム講演集(1999)p.163.
- 3) 新倉正和ほか：CAMP-ISIJ, No.11, Vol.6(1998)p.1021.
- 4) 委倉功和ほか：CAMP-ISIJ, No.12, Vol.6(1999)p.1311.
- 5) 横井浩一ほか：CAMP-ISIJ, No.13, Vol.6(2000)p.1191.
- 6) 橋本 保ほか：鉄と鋼, Vol.65(1979)p.1425.
- 7) 渡辺國男：鉄と鋼, Vol.71(1985)p.1926.
- 8) 委倉功和ほか：日本機械学会2000年年次大会.
- 9) 梅本 実ほか：熱処理, Vol.24(1984)p.234.
- 10) 横井浩一ほか：第3回スーパーメタルシンポジウム講演集(2000)p.61.