



Title	鉄鋼材料のマルテンサイトを利用した結晶粒超微細化と機械的性質の向上に関する研究
Author(s)	上路, 林太郎
Citation	大阪大学, 2004, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/2293
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

鉄鋼材料のマルテンサイトを利用した結晶粒超微細化と
機械的性質の向上に関する研究

2003 年

上路 林太郎

目次

第1章 序章	1
1.1 本研究の背景	1
1.1.1 構造用金属材料の結晶粒超微細化	1
1.1.2 マルテンサイトを出発組織とした加工・熱処理による結晶粒超微細化	7
1.2 本論文の構成	9
第2章 低炭素鋼のマルテンサイトを出発組織とした冷間圧延・温間焼鈍による結晶粒超微細化	14
2.1. 緒言	14
2.2 実験方法	15
2.3 低炭素鋼マルテンサイトの冷間圧延・焼鈍中の組織変化	17
2.3.1 焼入材のマルテンサイト組織	17
2.3.2 50%圧延材の組織	18
2.3.3 焼鈍材の組織	22
2.4 結言	26
Appendix 2A 結晶方位差の計算方法	28
第3章 低炭素鋼マルテンサイトの冷間圧延・温間焼鈍により得られた複相超微細粒組織の機械的性質	29
3.1. 緒言	29
3.2 実験方法	29
3.3 実験結果	32
3.3.1 室温引張試験	32
3.3.2 微小衝撃試験	34
3.4 考察	38
3.4.1 引張特性	38
3.4.2 靱性	47
3.5 結言	47

第4章 マルテンサイトの冷間圧延・焼鈍により得られる 複相超微細粒鋼の特性に及ぼす圧下率の影響	49
4.1. 緒言	49
4.2. 実験方法	49
4.3. 実験結果	50
4.3.1 圧延材の室温引張特性	50
4.3.2 圧延材の組織	52
4.3.3 焼鈍材の室温引張特性	55
4.3.4 焼鈍材の組織	57
4.4. 考察	60
4.5. 結言	64
第5章 炭素鋼マルテンサイトの冷間圧延・焼鈍による 組織の形成過程と機械的性質に及ぼす含有炭素量の影響	66
5.1. 緒言	66
5.2. 実験方法	66
5.3. 実験結果および考察	68
5.3.1 焼入材の組織および室温引張特性	68
5.3.2 圧延材の組織と室温引張特性	75
5.3.3 焼鈍材の組織と室温引張特性	80
5.4. 結言	84
第6章 マルテンサイトを出発組織とした冷間圧延・温間焼鈍 による結晶粒超微細化機構	86
6.1. 緒言	86
6.2. 実験方法	87
6.3. 強ひずみ加工における結晶粒超微細化機構	88
6.4. マルテンサイトの冷間圧延・温間焼鈍における結晶粒超微細化機構	96
6.5. 結言	102
第7章 総括	104
謝辞	107
研究業績	108

第1章 序章

1.1 本研究の背景

1.1.1 構造用金属材料の結晶粒超微細化

金属材料は、構造用材料の一種として、超高層ビルなどの大型建築部材から、冠動脈治療に用いられるステントのようなものまで、種々の用途で用いられており、我々にとって不可欠なものである。構造用金属材料には、種々の特性が要求されるが、それらのうち強度は最も基本的かつ重要な特性として、重要視されている。

金属材料の強度を向上させる強化機構には、結晶粒微細化強化、転位強化(加工硬化)、固溶強化、析出強化、および分散強化の5つがある[1-3]。いずれの強化機構でも、塑性変形を担う転位の障害物を金属材料中に存在させることで、強度を向上させている。Table 1.1 にそれぞれの強化機構における転位運動の障害物を示している[2]。これらの強化機構のうち、結晶粒微細化強化は韌性を損なうことなく、高強度化を達成する方法とされる[3]。また、結晶粒微細化強化は、合金元素の添加を必要としないため、リサイクル性にも優れており、近年、特に注目されている。

一般に、多結晶体の平均粒径 d と降伏応力 σ の間には次式(1.1)に示す Hall[4]と Petch[5]により見出された関係式が、経験的に成り立つことが知られている。

$$\sigma = \sigma_0 + kd^{-1/2} \quad (1.1)$$

Table 1.1 *Hardening mechanisms in crystalline materials.*

Hardening mechanism	Obstacle against dislocation slip
Dislocation hardening (Work hardening)	Other dislocations
Grain refinement hardening	Grain boundaries
Solution hardening	Solute atoms
Dispersion hardening	Undeformable particles
Precipitation hardening	Deformable particles

ここで、 σ_0 と k は材料による定数である。この関係式は種々の金属において成り立つことが知られている。Fig.1.1 は、Fe[6]、Al[7]、Cu[8]および 70/30 黄銅[9]の室温での降伏応力と平均粒径の-1/2 乗との関係を示す。個々の金属のデータは一本の直線上に乗り、Hall-Petchの関係が成立していることを示している。また、図中では、実際に得られた種々の平均粒径を有する各種金属の降伏応力のデータ点を示している。図中のデータ点の存在範囲から分かるように、得ることのできる最小平均粒径は、これまでは、せいぜい $3\mu\text{m}$ 程度であった。もし、平均粒径 $1\mu\text{m}$ 以下にまで結晶粒超微細化を達成できれば、飛躍的な強度の向上が期待できる。

さらに、鉄鋼材料のフェライト相やマルテンサイト相に代表されるBCC金属は、低温で延性-脆性遷移を生じ、遷移温度以下では脆性破壊することが知られている。延性-脆性遷移温度が平均結晶粒径の-1/2 乗に比例して低下するという関係が Petch[9]により見出だされている。すなわち、結晶粒微細化により、高強度化のみならず靱性の向上も達成される。

結晶粒微細化の方策として、従来は(1)回復・再結晶による方法、および(2)加工熱処理による方法が用いられてきた[10]。以下に個々の方策について説明する。

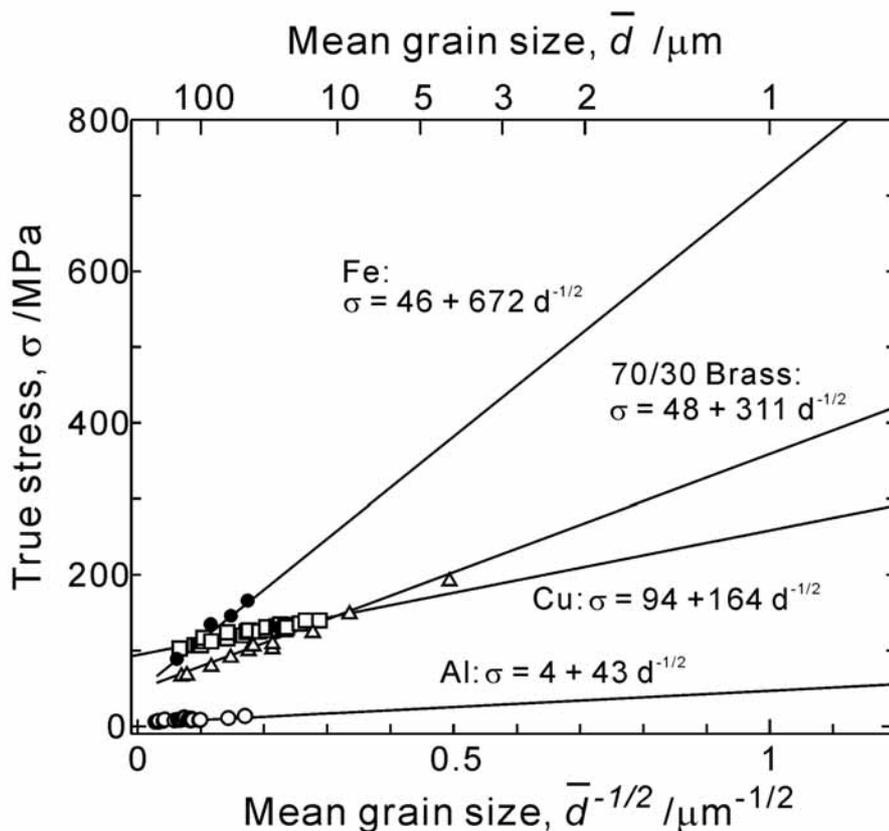


Fig.1.1 Relationship between the yield stress and mean grain size (Hall-Petch relationship) of the various crystalline materials.

(1) 回復・再結晶による結晶粒微細化

一般に、塑性変形された金属材料を適当な温度で加熱することにより、回復と再結晶が生じ、変形前よりも結晶粒が微細化されることは良く知られている[11]。回復は塑性変形により材料中に導入された格子欠陥が消滅・再配列する過程である。格子欠陥の一種であり、塑性変形により導入される転位に関しては、すべり運動、上昇運動、交差すべりによる対消滅が回復の素過程として考えられる。転位の消滅と再配列の結果、(i)転位線の形成、(ii)転位セルの形成(ポリゴニゼーション)、(iii)転位セル内部の転位の消滅、(iv)サブグレインの形成、(v)サブグレインの成長といったマイクロ組織変化が生じる[11]。そして、引き続き再結晶(不連続再結晶)段階において、試料の一部の領域に内部に転位を含まず易動度の高い粒界に囲まれた新粒が形成(核生成)し、その成長により材料全体が再結晶粒で埋め尽くされ、結晶粒微細化が達成される。

(2) 加工熱処理による結晶粒微細化

加工熱処理は、塑性加工と熱処理を組み合わせた組織制御プロセスを意味し[3]、特に鉄鋼材料においては、相変態を利用して盛んに用いられている。鉄鋼材料の場合、オーステナイトから、フェライト、ベイナイト、あるいはマルテンサイトへの相変態と塑性加工が組み合わされることが一般的である。塑性加工を行うタイミングには変態前、変態中、および変態後の三種類があり得るため、加工と相変態の組み合わせの種類は非常に多い。しかし、実際によく用いられているのは、相変態前の加工である[3]。特に、比較的低温のオーステナイト域あるいは準安定オーステナイト域で塑性加工を施し、その後に適切な条件でフェライト変態を起こさせると、結晶粒微細化が達成されることがよく知られている。このプロセスは厚鋼板の熱間圧延工程において、制御圧延・制御冷却プロセス[12]として利用されている。

以上に述べた回復・再結晶あるいは加工熱処理により、結晶粒微細化が達成される。しかし、これらの方策により得られる結晶粒微細化には、従来限界があった。現在実用大型構造材料で得られてい最も細かい平均結晶粒径は、鉄鋼材料の場合で $5\ \mu\text{m}$ 程度、アルミニウム合金の場合で $10\ \mu\text{m}$ 程度である[10]。Fig.1.1 から分かるように、もし、結晶粒径を $1\ \mu\text{m}$ 以下にまで超微細化することが出来れば、機械的性質の飛躍的な向上が実現できる可能性がある。そこで、近年では、結晶粒超微細化を実現するために、新たな方策が種々試みられている。

大型バルク材の結晶粒超微細化を試みる場合では、上述の加工熱処理の条件を限界まで最適化する方策[13-14]と、非常に大きな塑性変形を材料に与える強ひずみ加工[13,15]が用いられている。強ひずみ加工の方法には、Fig.1.2 に模式的に示すように、屈曲した溝のついたダイスに繰り返し材料を通し、単純せん断変形による大きな塑性変形を行う Equal Channel Angular Pressing (ECAP)法(a)[16-28]や、ディスク状の試料に対して圧縮力を加えながら大きなねじり変形(円周方向のせん断変形)を行う High Pressure Torsion (HPT)法(b)[29-33]、各変形パスごとに

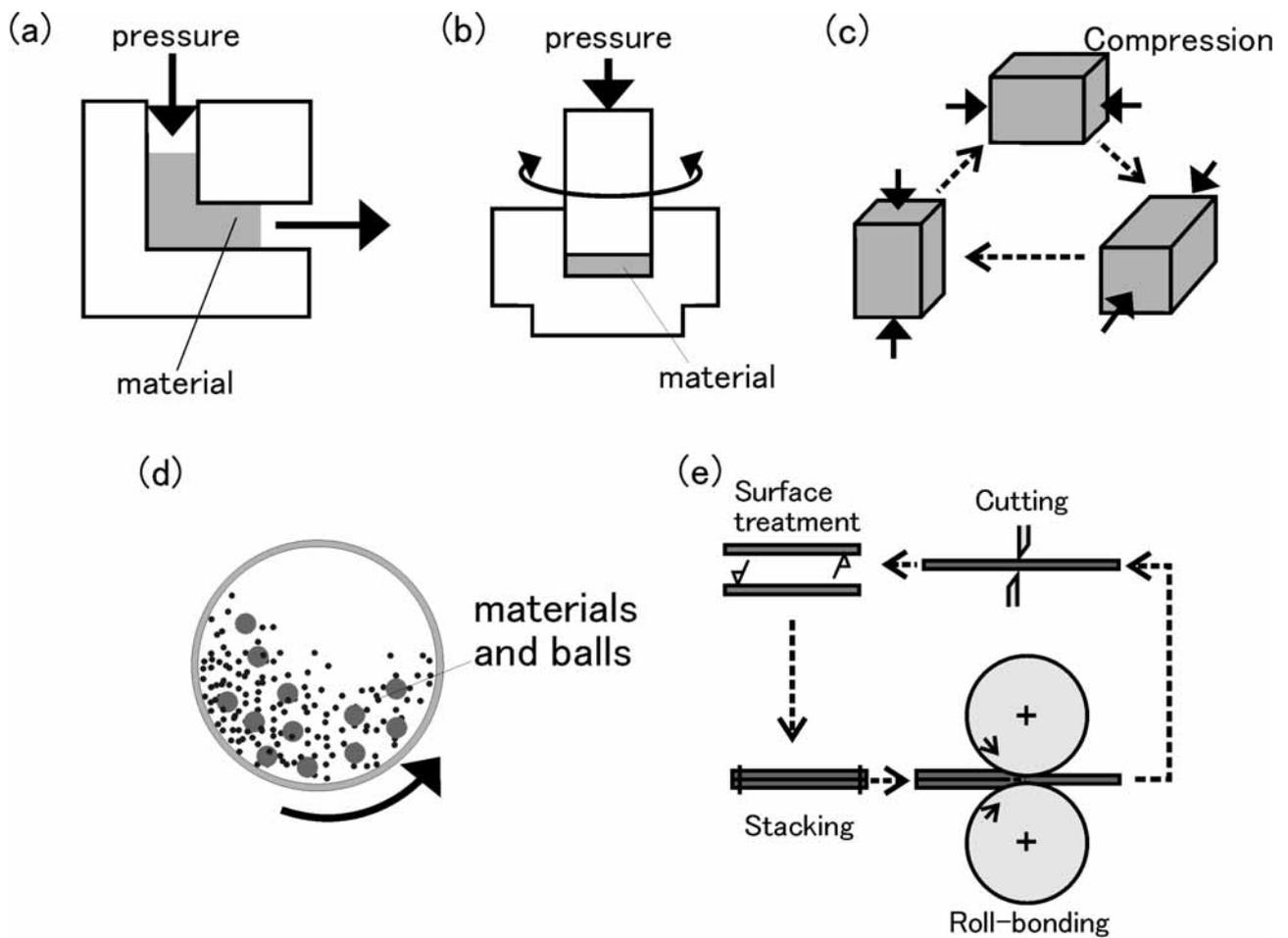


Fig.1.2 Severe plastic deformation processes. (a) ECAP, (b) HPT, (c) multiple compression, (d) MM and (e) ARB.

圧縮方向を 90 度変化させることにより試験片寸法をほぼ一定に保って繰り返し圧縮を行う多軸圧縮 (Multiple compression)(c) [34-37]、および粉末の Mechanical Milling(MM)法(d) [38-42] などがある。また、我々の研究グループでは圧延を利用した強ひずみ加工法である繰り返し重ね接合圧延法(Accumulative Roll-Bonding: ARB)(e)[43-66]を独自に考案している。ARB 法は、現時点で大型バルク材の連続加工に適用可能な唯一の強ひずみ加工プロセスであり、接合圧延、切断、表面処理、積層よりなる手順を繰り返して大ひずみを材料に与える。Table1.2 には、種々の強ひずみ加工プロセスにより実際に到達された結晶粒径をプロセスごとに示している。同じ金属で比べた場合、プロセスによって得られる粒径が異なる場合もあるが、いずれの方法においても種々の合金で粒径 $1\ \mu\text{m}$ 以下の超微細結晶粒組織を得ることに成功している。

しかしながら、これまでの研究により強ひずみ加工による結晶粒超微細化は、少なくともひずみ 4 以上の塑性変形を材料に与える必要があるとされる[45]。また、加工熱処理による結晶粒超微細化の場合も、低温でしかも出来れば 1 パスで大きなひずみを導入することが必要となる[14]。

Table 1.2 *Ultrafine grain sizes obtained by various processes for severe plastic deformation.*

Process	Materials	Grain size	Reference
ARB	Interstitial free (IF) steel	270nm in thickness*	[44-45]
	0.13wt%C steel (JIS-SS400) (Ferrite+ Pearlite)	110nm in thickness*	[46]
	1100-Al	270nm in thickness*	[47-48]
	5083-Al	80nm	[49]
	OFHC Cu	160nm in thickness*	[50]
	36wt%Ni steel	87nm in thickness*	[51]
ECAP	Ultra low carbon steel (Ferrite)	200nm	[16]
	0.08wt%C steel (Ferrite+Pearlite)	200nm	[17]
	0.15wt%C-1.1Mn steel (Ferrite+Pearlite)	200nm	[19]
	4N-Al	1300nm (500-1500nm)	[20-21]
	Al-1wt%Mg	450nm	[22-23]
	Al-3wt%Mg	270nm	[22-23]
	Al-3%Mg	200nm	[24]
	Al-0.2wt%Zr	700nm	[22]
	Al-1.7at%Cu ($\alpha+\theta$)	50nm in thickness 500nm in longitudinal length*	[25-26]
	Al-1.7at%Cu (single phase)	100nm	[26]
	3N-Cu	210nm	[27]
	4N-Cu	200nm	[28]
TS	3N-Fe (ARMCO iron)	100nm	[29]
	Ferritic stainless steel (25wt%Cr)	50nm	[30]
	Al-1.5%Mg	200nm	[31]
	Al-Zn-Mg-Cu-Fe	300nm	[32]
	Mg-1.5%Mn-0.3%Ce	100nm	[33]
Multiple compression	304 type austenite stainless steel (8.35wt%Ni-18.09%Cr)	250nm	[34-36]
	4N-Cu	200nm	[37]
MM	Fe	30nm	[38]
	Fe-0.2%O (Fe/Fe ₃ O ₄ powder)	700nm**	[39]
	Fe-0.6%O (Fe/Fe ₃ O ₄ powder)	350nm**	[39]
	Fe-1.5%O (Fe/Fe ₃ O ₄ powder)	200nm**	[39-40]
	316L type austenite stainless steel (12.09wt%Ni-16.26%Cr)	15nm	[41]
	3N-Al	26nm	[42]

* Pancake-shape grains.

** Consolidated by hot-rolling at 700°C after mechanical milling.

これらの大きな塑性ひずみを与えるためには、莫大な塑性加工エネルギーと巨大な容量を持つ加工が必要になる。さらに、新しい装置の導入や大幅なプロセスの変更が必要となる可能性もある。これらは、強ひずみ加工あるいは極限条件下での加工熱処理による結晶粒微細化の、実用上の大きな問題点である。

ところで、超微細結晶粒材料には、もう一つの問題点がある。最近の研究[48, 61]により、少なくとも単相超微細粒材料は、高強度を示すものの均一伸びが大きく低下することが明らかになっている。Fig.1.3 には、Tsujiら[48]により報告された、種々の超微細結晶粒径を有するTi添加IF (Interstitial free)鋼の応力-ひずみ曲線を示している。この研究では結晶粒超微細化はARBにより達成され、その後、種々の条件で焼鈍を行うことにより、平均粒径を様々に変化させている。降伏応力は結晶粒超微細化に伴い著しく増加しているものの、均一伸び(引張強さを示した公称ひずみ)、及び全伸びは結晶粒径 $1\mu\text{m}$ を境に大きく低下している。こうした挙動は、例えば純アルミニウムなどでも報告されており[61]、単相超微細粒材料に広く見られる特性であると考えられている。超微細粒材料における均一延性の著しい低下は、くびれなどの塑性不安定現象により説明できることも明らかとなっている[48,61]。そこで、近年では何らかの方法で、塑性不安定現象

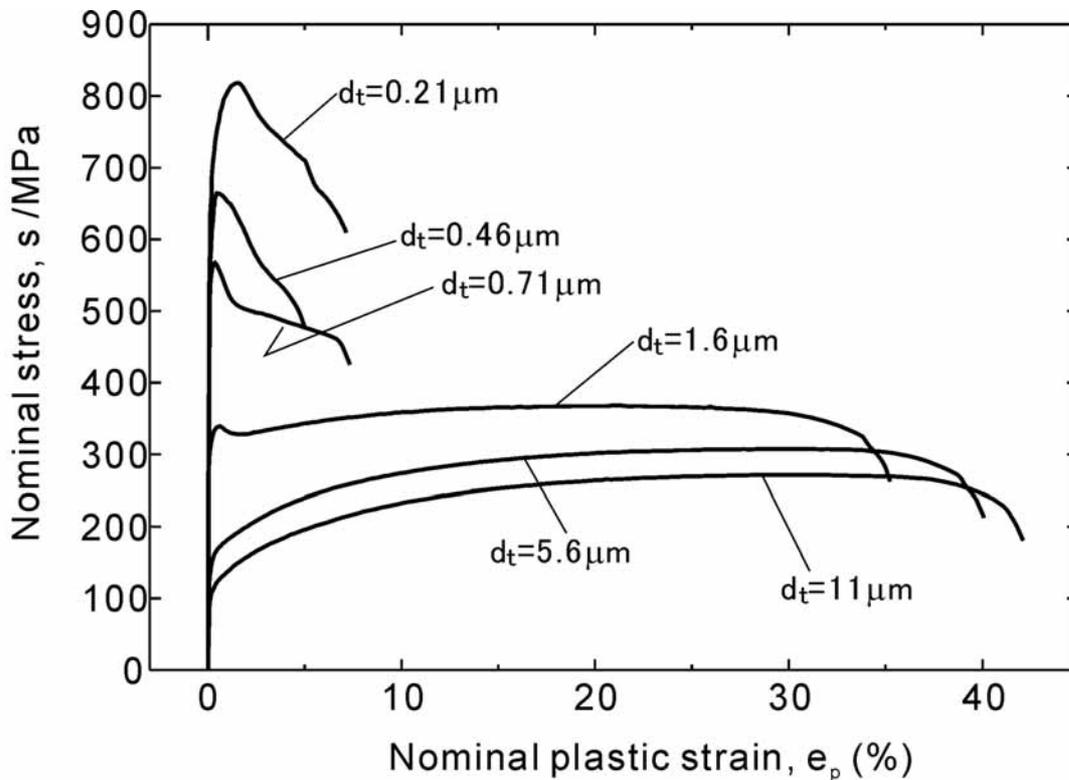


Fig.1.3 Nominal stress -nominal plastic strain curves of the interstitial free (IF) steel with various grain sizes ranging from submicron size ($0.21\mu\text{m}$) to conventional grain size ($11\mu\text{m}$). The specimens were fabricated by the ARB process. (After N.Tsuji et al.[61].)

発現を抑えて、超微細粒材料に延性を持たせようという試みがなされつつある。

以上のように、近年では、主として強ひずみ加工により、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ 以下までの結晶粒超微細化は達成されている。しかし、(1)超微細化には相当ひずみ4以上の大きな塑性変形が必要であること、(2)少なくとも単相超微細粒材料の場合には、高強度は達成されるものの、延性(均一伸び)が低下することの、二点の大きな問題点が明らかとなっている。

1.1.2 マルテンサイトを出発組織とした加工熱処理による結晶粒超微細化

前節で指摘した結晶粒超微細化の問題点を解決する方法として、本研究では、低炭素鋼の結晶粒超微細化を実現する簡便かつ新たな加工熱処理法を提案する。この新たな加工熱処理法の特徴は、炭素鋼のマルテンサイト組織を出発組織とする点にある。

マルテンサイト変態はせん断型無拡散相変態であるため、母相オーステナイトとマルテンサイトとの間に特定の結晶方位関係が存在することになるが、低炭素鋼のラスマルテンサイトの場合、次に示す Kurdjumov-Sachs (K - S) の結晶方位関係[67]が成り立つことが知られている。

$$\{111\} // \{110\} \quad , \quad \langle 110 \rangle // \langle 111 \rangle \quad \cdot \quad (6.1)$$

この関係式は FCC 構造を有する母相オーステナイト()の $\{111\}$ 面と BCT 構造を有するマルテンサイト()の $\{110\}$ 面が平行、かつ、オーステナイトの $\langle 110 \rangle$ 方向とマルテンサイトの $\langle 111 \rangle$ 方向が平行になることを示している。

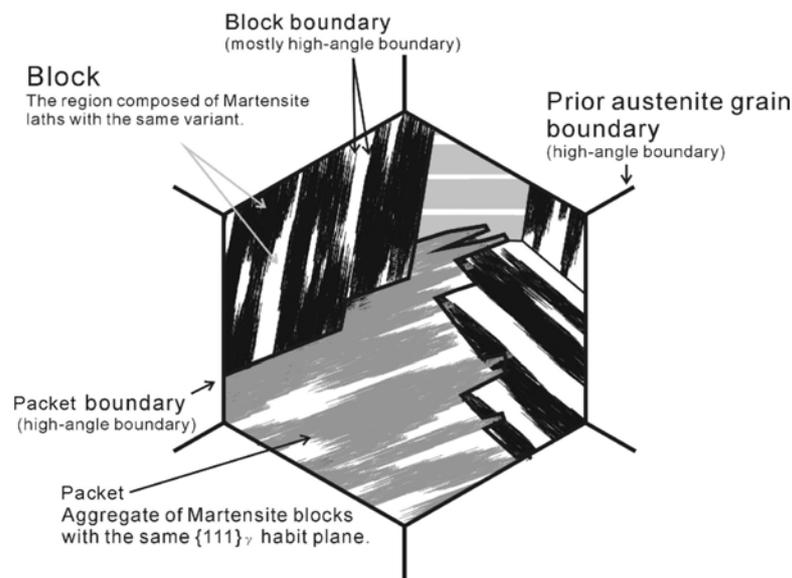


Fig.1.4 Schematic illustration of the lath martensite.

K - Sの方位関係が存在するために、ラスマルテンサイト組織は階層的な組織構成を有する。Fig.1.4 にラスマルテンサイト組織の模式図を示す。一つの旧オーステナイト粒内部に生じるマルテンサイトは、(1)マルテンサイトラス、(2)母相オーステナイトと同じ方位関係を有するマルテンサイトラスの集合体であるブロック(バリエント)、(3)同じオーステナイトの{111}面を有するブロックの集団であるパケットという3つの組織単位から構成される。隣接するブロック間やパケット間、あるいはブロック/パケット間のバウンダリは方位差 15 度以上の大角粒界になりうることが知られている[68]。これらの変態により導入されたバウンダリにより、旧オーステナイト粒は分断されているため、ラスマルテンサイト組織は一種の微細粒組織となっている。さらに、ブロックやパケットは矩形形状を有するなど、マルテンサイト組織は複雑な組織形状を示す。

また、マルテンサイト変態時には塑性変形による補足変形が生じる[67]ため、内部に多数の転位、あるいは変形双晶を有する。ラスマルテンサイト組織の場合、大部分は転位による補足変形が生じる。Fig.1.5に、Kehoeら[69]と西山ら[70]によって報告されている種々の炭素量を含有する鋼のマルテンサイト中の転位密度を示している。研究者によって相違があるものの、いずれも 10^{15}m^{-2} オーダーの高い値を示し、炭素量の増大とともに、転位密度が増加していることが知られている。さらに、マルテンサイト変態は無拡散変態であることから、母相オーステナイト中にある固溶炭素原子は、そのままマルテンサイトに引き継がれ、マルテンサイトは炭素の過飽和固溶体となる。

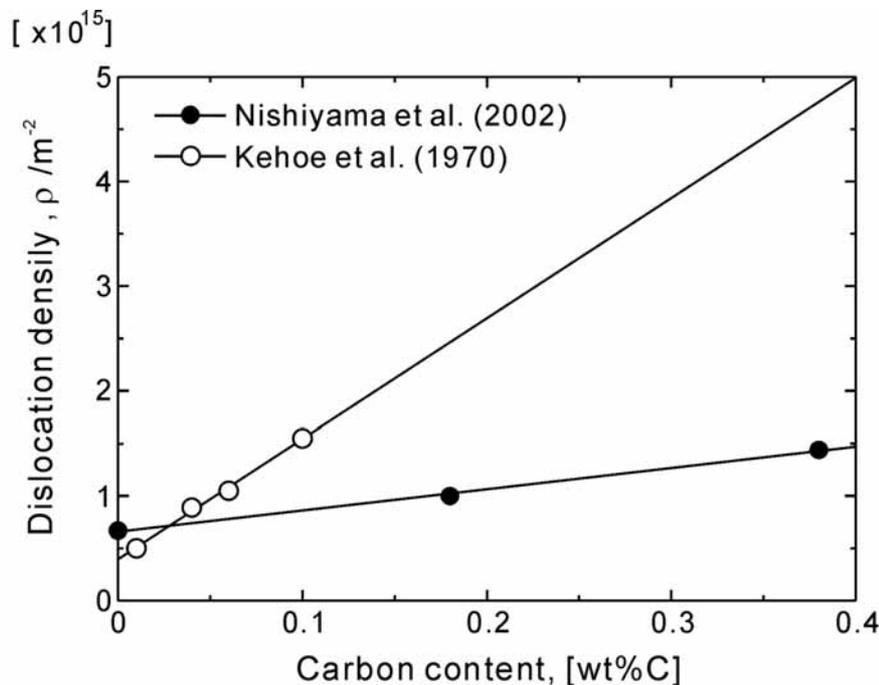


Fig.1.5 Dislocation density in carbon steel martensite. (after Kehoe et al.[69], and Nishiyama et al.[70])

以上のように、ラスマルテンサイト組織は、(1)一種の微細粒組織であること、(2)複雑な形状を有すること、(3)高い転位密度を有すること、および(4)炭素の過飽和固溶体であることという、4つの組織的特徴を有する。

特徴(1)(3)(4)にあるように、マルテンサイト組織には、ブロック境界やパケット境界といったバウンダリや転位および過飽和固溶炭素といった格子欠陥が多数存在する。そのため、マルテンサイト組織の自由エネルギーは非常に高い。したがって、もし、マルテンサイト組織を加工熱処理の出発組織とすれば、強ひずみ加工のように大きな塑性加工エネルギーを投じなくとも、結晶粒超微細化が達成される可能性がある。これが本研究のそもそもの着眼点である。

鋼のマルテンサイトは、一般に非常に硬い組織であるとされ、製造プロセスにおける最終組織として用いられているのが常である。本研究のようにマルテンサイトを加工熱処理の出発組織に用いる研究は、従来ほとんど存在しない。数少ない例として、これまでに、時実ら[70]や高木ら[71]により、低炭素鋼マルテンサイトを出発組織とする加工熱処理が研究されている。しかし、時実ら[70]は低炭素鋼マルテンサイトに対して冷間圧延を施した後に、オーステナイト域に再加熱し、逆変態によって母相であるオーステナイト結晶粒を微細化することを目的とした。従って、彼らの研究の目的は、本研究とは大きく異なる。また、高木ら[71]の研究では、マルテンサイトを冷間圧延後、比較的高温(600 以上)のフェライト域で焼鈍することにより、加工されたマルテンサイトのフェライト域での再結晶挙動が検討されているが、超微細フェライト粒が得られたとする報告はなされていない。

以上の背景のもと、本研究では、(1)鉄鋼材料のマルテンサイト組織を出発組織とした加工熱処理により、強ひずみ加工を行わずに結晶粒超微細化する新しい方法を確立すること、および、(2)マルテンサイトを出発組織とした加工熱処理により得られた超微細粒組織を有する材料の機械的性質を明らかにすること、そして、(3)マルテンサイトを出発組織とした加工熱処理による結晶粒超微細化機構を解明することを目的とした。

1.2 本論文の構成

本論文は全7章より構成される。

第1章では研究の背景と目的を述べた。

第2章では、低炭素鋼のマルテンサイトを出発組織として、圧下率 50%の冷間圧延と焼鈍を施すプロセスにより、実際に結晶粒超微細化が可能であることを明らかにする。また、マルテンサイトの冷間圧延・焼鈍プロセス中の微細粒組織形成過程と強ひずみ加工による結晶粒微細化過程

を比較し、両者の類似点と相違点を明らかにする。

第3章では、マルテンサイトの冷間圧延・焼鈍により得られた超微細粒組織を有する低炭素鋼の室温引張特性、および衝撃試験による靱性を明らかにする。

第4章では、マルテンサイトの冷間圧延・焼鈍プロセスにおける冷間圧下率(ひずみ量)が組織と機械的性質におよぼす影響を明らかにする。また、組織と機械的性質の関係についても考察する。

第5章では、マルテンサイトの冷間圧延・焼鈍プロセスにより得られる組織と機械的性質におよぼす含有炭素量の影響を明らかにする。

第6章では、マルテンサイトの冷間圧延・温間焼鈍中の結晶粒超微細化機構を明らかにする。

第7章では、本研究により得られた知見を総括する。

参考文献

- [1] 加藤雅治, 「入門 転位論」, 裳華房, (1999).
- [2] T.H. Courtney, "Mechanical behaviour of materials", 2nd edition, McGraw-Hill, (2000).
- [3] 田村今男, 「鉄鋼材料強度学」, 日刊工業新聞社, (1969).
- [4] E.O.Hall, Proc. Phys. Soc., B64(1951), 742.
- [5] N.J.Petch, J. of Iron and Steel Inst., 174(1953), 25.
- [6] R.Jago and N.Hansen, Acta Metall., 34(1986), 1711.
- [7] N.Hansen, Acta Metall., 25(1977), 863.
- [8] N.Hansen, "Strength of Metals and Alloys", edited by P.Hassen et al., Pergamon press, (1979), vol.2, 849.
- [9] N.J.Petch, Phil. Mag., 3(1958), 1128.
- [10] 牧 正志, 「超微細結晶粒材料の創製と新たな可能性—その基礎と応用—」, 日本鉄鋼協会・日本金属学会 関西支部, (2002), p.1.
- [11] F.J.Humphreys and M.Hatherly, "Recrystallization and Related Annealing Phenomena", Pergamon Press, (1995).
- [12] 小指軍夫, 「制御圧延・制御冷却」, 地人書館, (1997).
- [13] 辻 伸泰, 鉄と鋼, 88(2002), 359.
- [14] 新倉正和, ふえらむ, 8(2003), 718.
- [15] N.Tsuji, Y.Saito, S.H.Lee, Y.Minamino, Adv. Eng. Mater., 5 (2003), 338.
- [16] Y.Iwahashi, Z.Horita, M.Nemoto and T.G.Lasngdon, Acta Mater., 45(1997), 4733.

- [17] A. Azushima, 材料とプロセス(日本鉄鋼協会講演論文集), 16(2002), 1292.
- [18] Y. Fukuda, K. Oh-ishi, Z. Horita and T.G. Langdon, *Acta Mater.*, 50(2002), 1359.
- [19] D.H. Shin, B.C. Kim, K.-T. Park and W.Y. Choo, *Acta Mater.*, 48(2000), 3245.
- [20] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T.G. Langdon, *Acta Mater.*, 45(1997), 4733.
- [21] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T.G. Langdon, *Acta Mater.*, 46(1998), 3317.
- [22] H. Hasegawa, S. Komura, A. Utsunomiya, Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto and T.G. Langdon, *Mater. Sci. and Eng. A*, A265(1999), 188.
- [23] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T.G. Langdon, *Metall. Mater. Trans. A*, 29A(1998), 2503.
- [24] J. Wang, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, R.Z. Valiev and T.G. Langdon, *Acta Mater.*, 44(1996), 2973.
- [25] M. Murayama, K. Hono and Z. Horita, *Mater. Trans. JIM*, 40(1999), 938.
- [26] M. Murayama, Z. Horita and K. Hono, *Acta Mater.*, 49(2001), 21.
- [27] R.Z. Valiev, E.V. Kozlov, Y.F. Ivanov, J. Lian, A.A. Nazarov and B. Baudelet, *Acta Metall. Mater.*, 42(1994), 2467.
- [28] N.A. Akhmedeev, N.P. Kobelev, R.R. Mulyukov, YA.M. Soifer and R.Z. Valiev, *Acta Mater.*, 41(1993), 1041.
- [29] R.Z. Valiev, Y.W. Ivanisenko, E.F. Rauch and B. Baudelet, *Acta Mater.*, 44(1996), 4705.
- [30] A. Belyakov and R. Kaibyshev, *Nanostruct. Mater.*, 6(1995), 893.
- [31] R.Z. Valiev, F. Chmelik, F. Bordeaux, G. Kapelski and B. Baudelet, *Scripta Metall. Mater.*, 27(1992), 855.
- [32] R.Z. Valiev, R.S.H. Musalimov and N.K. Tsenev, *Phys. Stat. Sol. (a)*, 115(1989), 451.
- [33] R.Z. Valiev, A.V. Korznikov and R.R. Mulyukov, *Mater. Sci. Eng. A*, A168(1993), 141.
- [34] A. Belyakov, K. Tsuzaki, H. Miura and T. Sakai, *Acta mater.*, 51(2003), 847.
- [35] A. Belyakov, T. Sakai, H. Miura and R. Kaibyshev, *Phil. Mag. Lett.*, 42(2000), 711.
- [36] A. Belyakov, T. Sakai, H. Miura, R. Kaibyshev and K. Tsuzaki, *Acta Mater.*, 50(2002), 1547.
- [37] A. Belyakov, T. Sakai, H. Miura and K. Tsuzaki, *Phil. Mag. A*, 81(2001), 2629.
- [38] Y. Kimura, H. Hidaka and S. Takaki, *Mater. Trans. JIM*, 40(1999), 1149.
- [39] A. Belyakov, Y. Sakai, T. Hara, Y. Kimura, K. Tsuzaki, *Metall. Mater. Trans. A*, 32A(2001), 1769.
- [40] A. Belyakov, Y. Sakai, T. Hara, Y. Kimura and K. Tsuzaki, *Scripta Mater.*, 45(2001), 1213.
- [41] H. Hujiiwara, H. Inomoto, R. Sanada and K. Ameyama, *Scripta Mater.*, 44(2001), 2039.
- [42] F. Zhou, J. Lee and E.J. Lavernia, *Scripta Mater.*, 44(2001), 2013.
- [43] Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji and T. Sakai, *Acta Mater.*, 47(1999), 579.

- [44] N.Tsuji, Y.Saito, H.Utsunomiya and S.Tanigawa, *Scripta Mater.*, 40(1999), 795.
- [45] 紙川尚也, 辻 伸泰, 齋藤好弘, *鉄と鋼*, 89 (2003), 273.
- [46] N.Tsuji, R.Ueji and Y.Minamino, *Trans. MRS Japan*, (2003), in press.
- [47] Y.Saito, N.Tsuji, H.Utsunomiya, T.Sakai and R.G.Hong, *Scripta Mater.*, 39(1998), 1221.
- [48] 伊藤良規, 辻 伸泰, 齋藤好弘, 宇都宮裕, 左海哲夫, *日本金属学会誌*, 64(2000), 429.
- [49] N.Tsuji, K.Shitsuki and Y.Saito, *Mater. Trans. JIM*, 40(1999), 765.
- [50] 西山 剛, 大阪大学大学院工学研究科, 修士論文, (2002).
- [51] 澤田 映, 大阪大学工学部, 卒業論文, (2001).
- [52] N.Tsuji, K.Shitsuki, H.Utsunomiya and Y.Saito, *Mater. Sci. Forum*, 304-306(1999), 73.
- [53] S.H.Lee, T.Sakai, Y.Saito, H.Utsunomiya and N.Tsuji, *Mater. Trans. JIM*, 40(1999), 1422.
- [54] 辻 伸泰, 上路林太郎, 齋藤好弘, *まてりあ*, 39(2000), 961.
- [55] S.H.Lee, Y.Saito, T.Sakai, H.Utsunomiya and N.Tsuji, *Mater. Sci. Forum*, 331-333(2000), 1169.
- [56] S.H.Lee, Y.Saito, N.Tsuji, H.Utsunomiya and T.Sakai, *Scripta Mater.*, 46(2002), 281.
- [57] N.Tsuji, R.Ueji and Y.Minamino : *Scripta Mater.*, 47(2002), 69.
- [58] N.Tsuji, Y.Ito, H.Nakashima, F.Yoshida and Y.Minamino, *Mater. Sci. Forum*, 396-402(2002), 423.
- [59] X.Huang, N.Tsuji, N.Hansen and Y.Minamino, *Mater. Sci. Forum*, 408-412(2002), 715.
- [60] H.W. Kim, S-B. Kang, Z.P. Xing, N.Tsuji and Y.Minamino, *Mater. Sci. Forum*, 408-412(2002), 727.
- [61] N.Tsuji, Y.Ito, Y.Saito and Y.Minamino, *Scripta Mater.*, 47(2002), 893.
- [62] X.Huang, N.Tsuji, N.Hansen and Y.Minamino, *Mater. Sci. Eng. A340*(2003), 265.
- [63] N.Tsuji, T.Toyoda, Y.Minamino, Y.Koizumi, M.Kiritani, M.Komatsu and T.Yamane, *Mater. Sci. Eng.A. A350*(2003), 108.
- [64] Y.Koizumi, M.Ueyama, N.Tsuji, Y.Minamino and K.Ota: *J. of Alloys and Compounds*, 355(2003), 47.
- [65] N.Tsuji, S.Okuno, T.Matsuura, Y.Koizumi and Y.Minamino, *Mater. Sci. Forum*, 426-432(2003), 2667.
- [66] R.Ueji, X.Huang, N.Hansen, N.Tsuji and Y.Minamino, *Mater. Sci. Forum.*, 426-432(2003), 405.
- [67] 西山善次, 「マルテンサイト変態」, 丸善, (1974)
- [68] S.Morito, H.Tanaka, R.Konishi, T.Furuhara and T.Maki, *Acta. Mater.*, 51(2003), 1789.
- [69] M.Kehoe and P.M.Kelly, *Scripta Metall.*, 4(1970), 473.
- [70] 西川、森戸、牧, *CAMP-ISIJ*(日本鉄鋼協会講演概要集), 15(2002), p.12.

[71]M.Tokizane, N.Matsumura, K.Tsuzaki, T.Maki and I.Tamura, Metall. Trans A, 13A(1982), 1379.

[72]高木節雄, 飯塚俊治, 富村宏紀, 徳永洋一, 日本金属学会誌, 55(1991), 1151.

第2章 低炭素鋼のマルテンサイトを出発組織とした冷間圧延・温間焼鈍による結晶粒超微細化

2.1. 緒言

本研究の目的は、マルテンサイトを出発組織とした加工熱処理により、強ひずみ加工によらずに結晶粒を超微細化し、高強度化を達成することにある。本章ではまず、実際にマルテンサイトを出発組織とした加工熱処理により、結晶粒超微細化が可能であるかどうかを実験により検証する。

加工熱処理には、Fig.2.1 に示したように、冷間圧延と焼鈍のみからなる、最も簡便な方法を用いた。冷間圧延の圧下率は、通常の前下率の範囲内である50% ($v_M=0.8$)とした。また、強ひずみ加工による結晶粒超微細化において、温間域での加工または冷間加工と温間域焼鈍により、結晶粒超微細化が達成されるという報告[1]があるため、圧延後の焼鈍は500℃近傍の温間域で行った。以上のプロセス中の組織変化を詳細に観察し、マルテンサイトを出発組織とした圧延・焼鈍プロセスによる結晶粒超微細化の可能性を明らかにすることを本章の目的とした。

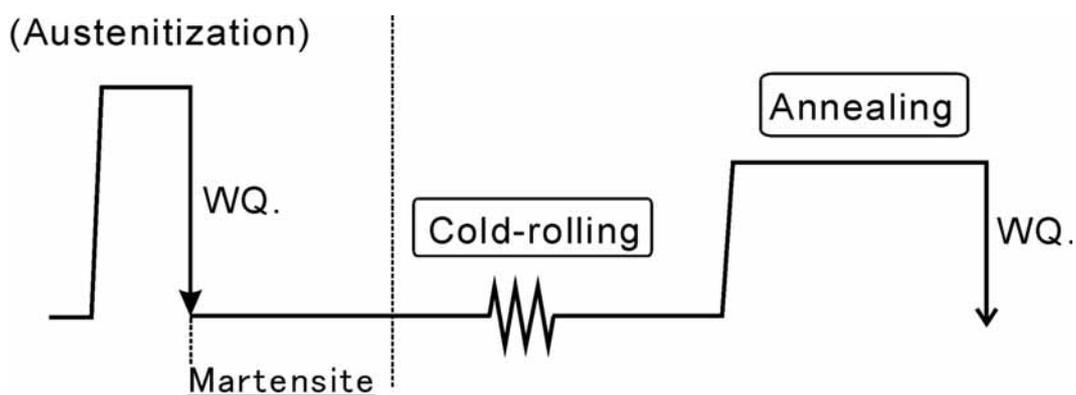


Fig.2.1 Thermomechanical history.

2.2 実験方法

試料にはTable.2.1 に示す組成を有する普通低炭素鋼(JIS-SS400)の熱延板 (板厚2mm×板幅25mm×長さ200mm) を用いた。受入材は、Fig.2.2 の走査型電子顕微鏡(SEM)組織に示す様にフェライト・パーライト組織を示した。平均フェライト粒径は5.6μmであった。また、ポイントカウンティング法により測られた炭化物の体積率は2.3%であり、Fe-C平衡状態図より計算されるセメンタイトの体積率(2.0%)とほぼ一致した。受入材に対して、Ar+10vol%H₂雰囲気炉を用い、1000×0.9ksオーステナイト化熱処理後、水冷により焼入し、組織をマルテンサイトとした。通常、低炭素鋼は焼入性が悪いとされるが、オーステナイト化熱処理を高温で行ってオーステナイト粒径を粗大にすることにより、焼入性を確保した。焼入まま材に対して圧下率50% (相当ひずみ^{注1)}ε_{VM}=0.8)の冷間圧延を施した。冷間圧延は、ロール径310mmの二段圧延機を用いて、ロール周速17.5m/minで、3パスに分けて施された。また、ロール表面をマシン油(出光製、ダフニーメカニックオイル)を塗布した潤滑状態とした。マルテンサイトの冷間圧延は、割れ等の欠陥を生じることなく行う事ができた。圧延材に対し、200 から 700 までの各種温度で1.8ks(30分間)焼鈍を施し、その後水冷した。

Table.2.1 Chemical composition of the material studied.(wt%)

	C	N	Si	Mn	P	S	Fe
0.13%C	0.13	0.004	0.01	0.37	0.020	0.004	bal.

^{注1)} 圧延前後の板厚をそれぞれ t_0 , t_1 であった場合、相当圧下ひずみ ϵ_{VM} は次式(2.1)で計算される[4]。

$$\epsilon_{VM} = -\frac{2}{\sqrt{3}} \ln\left(\frac{t_1}{t_0}\right) \quad (2.1)$$

ただし、圧延により板は平面ひずみ圧縮されると仮定している。

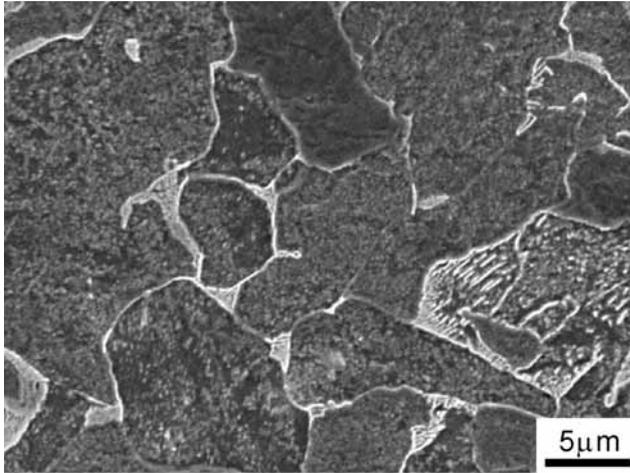


Fig.2.2 SEM microstructure of the 0.13%C (JIS-SS400) steel as received (hot-rolled sheet).

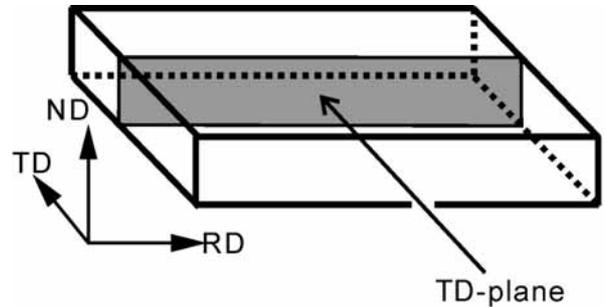


Fig.2.3 Schematic illustration showing the observed plane in a rolled sample by Optical Microscopy (OM), Transmission Electron Microscopy (TEM), and Scanning Electron Microscopy (SEM).

組織観察は光学顕微鏡(光顕)、走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope; SEM)および透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope; TEM)を用いて行った。SEM観察は日本電子製JEOL-5600を用いて、加速電圧 25kVで行い、TEM観察は日立製H-800、または、Philips社製CM-200を用いて加速電圧 200kVで行った。観察面はFig.2.3に示すように、板幅方向(Transverse Direction; TD)を法線方向とする面(TD面)とした。光顕観察用試料とSEM観察用試料は、観察面をアルミナ粉末を用いたバフ研磨により表面を鏡面とした後に、3%ナイトール(3vol% NHO_3 +97vol% CH_3OH)中に、約 60s(光顕観察)、あるいは 3-5s(SEM観察)浸すことにより組織を現出させた。また、TEM観察用試料は、機械研磨によりTD面に平行な厚さ 50 μmの薄片を作製後、10vol%過塩素酸 + 酢酸溶液を電解液として、ツインジェット型電解研磨装置(Tenupole-8)により薄膜化した。また、一部の試料についてはTEM観察時にKikuchi線による局所方位解析も行った。Kikuchi線とは、入射電子線が一度非弾性散乱してわずかにエネルギーを失った後に、再びブラッグ反射を起こす結果生じる黒白の直線対からなる回折図形である[2]。Kikuchi線回折図形を用いることにより、局所領域の結晶方位を誤差 0.1 度の高い精度で測ることができる[2]。TEM(Philips社製CM-200)により、Kikuchi線回折図形を得て、Zaefferer [3]によって開発されたプログラムにより解析した。

2.3 低炭素鋼マルテンサイトの冷間圧延・焼鈍中の組織変化

2.3.1 焼入材のマルテンサイト組織

焼入ままのマルテンサイト組織を Fig.2.4 に示す。それぞれ光顕組織(Fig.2.4(a))、SEM 組織(Fig.2.4(b))及び TEM 組織(Fig.2.4(c))である。光顕組織(Fig.2.4(a))は典型的なラスマルテンサイト組織[4-5]を示した。旧オーステナイト()粒径は約 $270\mu\text{m}$ であった。このようにオーステナイトを粗大化させることにより、普通低炭素鋼であっても焼き入れ性を向上させ、マルテンサイト組織を得ることができた。一部の旧 粒界近傍や、板の表面から $50\mu\text{m}$ 以内の脱炭領域では初析フェライトも観察されたが、試料中の面積率で 95%の領域がラスマルテンサイト組織を示していた。SEM 組織(b)ではパケットやブロック[5-6]からなる複雑で微細な組織が観察され、TEM 組織(c)では典型的なマルテンサイトラス[5-6]が観察された。ラスの平均間隔は約 170nm であり、ラスの内部には高密度の転位が観察された。

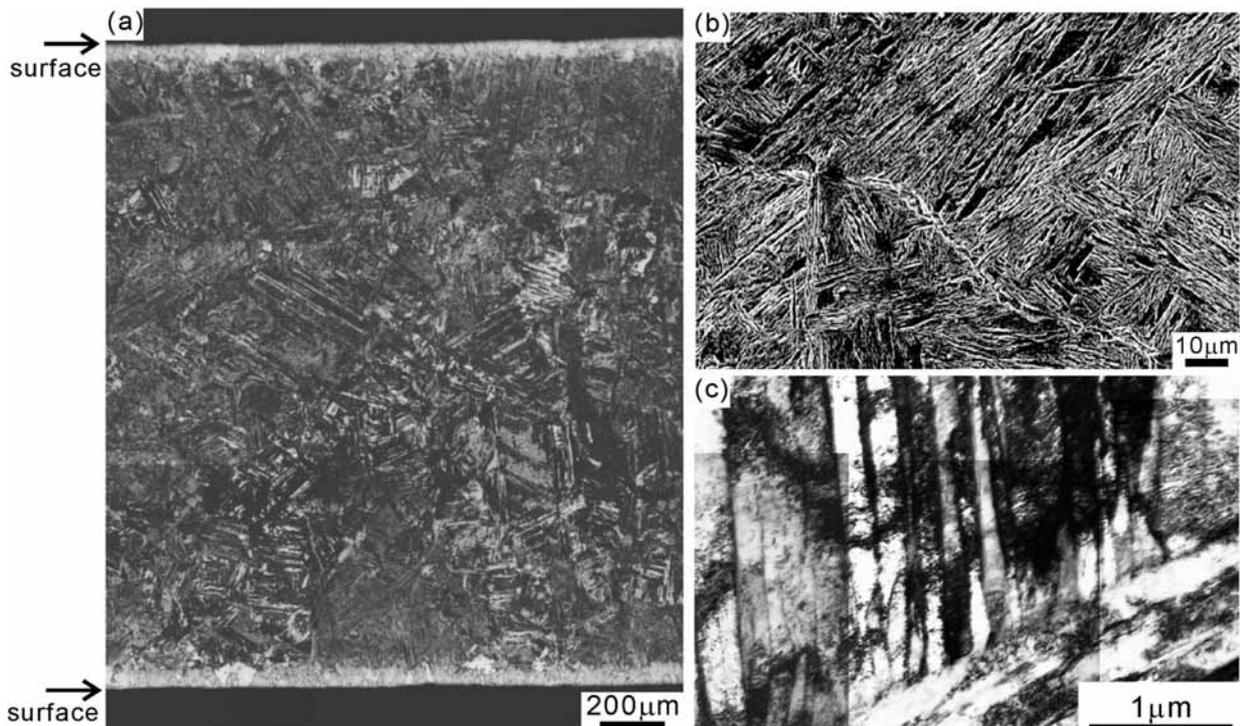


Fig.2.4 OM (a) , SEM (b) and TEM(c) microstructures of the as-quenched martensite in the 0.13%C steel. (Lath martensite)

2.3.2 50%圧延材の組織

Fig.2.5(a)に 50% ($v_M=0.8$) 圧延材のTD面光顕組織を示す。図中の組織の方向は、水平方向が圧延方向(Rolling Direction; RD)であり、それと垂直な方向が板厚方向(Normal Dorection; ND)である。光顕観察では圧延方向に長く伸びた黒い帯状の組織が認められた。黒い帯状組織はその形態から、旧粒界に沿って出現したと考えられる。しかし、板厚方向に沿って測った帯状組織の平均間隔は $79\ \mu\text{m}$ であり、旧粒が試料の外観形状と同様に变形すると仮定して見積もられる旧粒界の間隔($135\ \mu\text{m}$)よりもかなり小さかった。このことから、観察された黒い帯状の組織は旧粒界だけでなく、一部のポケット境界やブロック境界にも沿って出現していると考えられる。また、旧粒内部には複雑なメタルフローが観察された。

Fig.2.5(b)は 50% ($v_M=0.8$) 圧延材のSEM組織である。SEM組織では光顕で観察された複雑なメタルフローの詳細が観察され、図中にアルファベット(A、B、C)で示した三種類の特徴的な組織に分類することが出来た。三種類の変形組織の個々の特徴は以下のとおりである。

- A: 圧延方向に長く伸びた非常に微細なラメラ組織
- B: 不規則に屈曲したラメラ状組織
- C: せん断帯を伴う屈曲したマルテンサイトラス組織

Fig.2.5(b)中の白い破線はそれぞれの組織の境界を示している。SEM組織よりポイントカウンティング法により測定された個々の組織を示す領域の面積率はそれぞれ、50%(A)、43%(B)、および7%(C)であった。また、矢印で示したバウンダリの近傍では局所的に複雑なメタルフローが観察された。これは光顕組織(Fig.2.5(a))で観察された黒い帯状組織に対応すると考えられる。

SEMにおいて観察された3種類の形態はTEM観察においても認められた。Fig.2.6に50% ($v_M=0.8$) 圧延材のTD面TEM組織を示す。Fig.2.6(a)にはFig.2.5(b)のAに相当する組織を示している。この組織はラメラ状転位セル組織(Lamellar Dislocation Cell; LDC)により構成されていた。LDC組織は圧延方向に長く伸びたラメラ状バウンダリと、隣接するラメラバウンダリを板厚方向に繋ぐバウンダリから形成されており、ラメラ状バウンダリの平均間隔は $60\ \text{nm}$ と非常に微細であった。また、一部にはせん断帯も観察された。図には、白丸で示した領域(直径 $1.6\ \mu\text{m}$) から得た制限視野回折図形(SADパターン)も合わせて示す。LDC組織から採取したSADパターンは大きく弧を描いており、微小領域内に異なる結晶方位が多数存在することを示唆している。

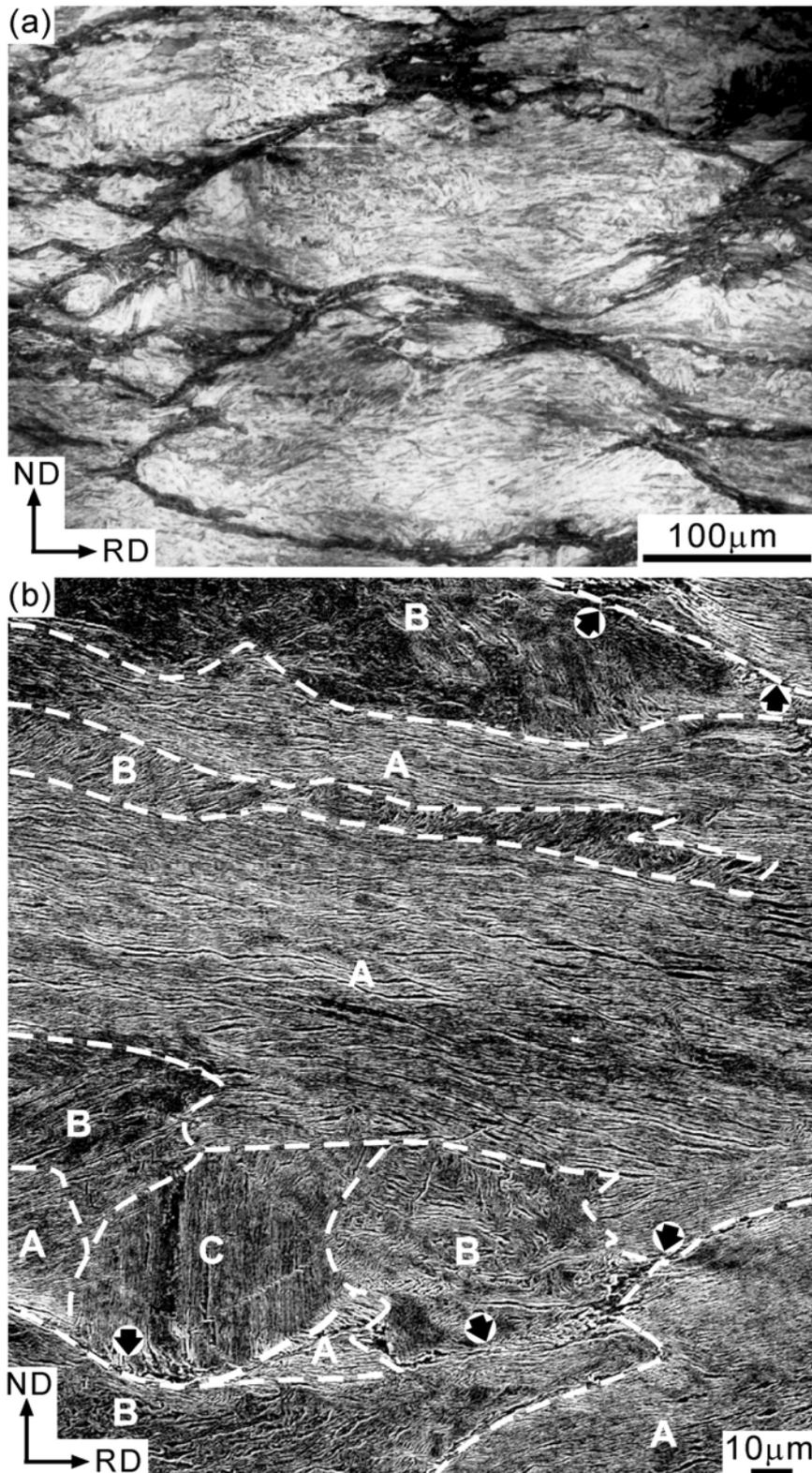


Fig.2.5 OM (a) and SEM (b) microstructures of the 0.13%C steel 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) cold-rolled. The starting microstructure was martensite. Observed from TD.

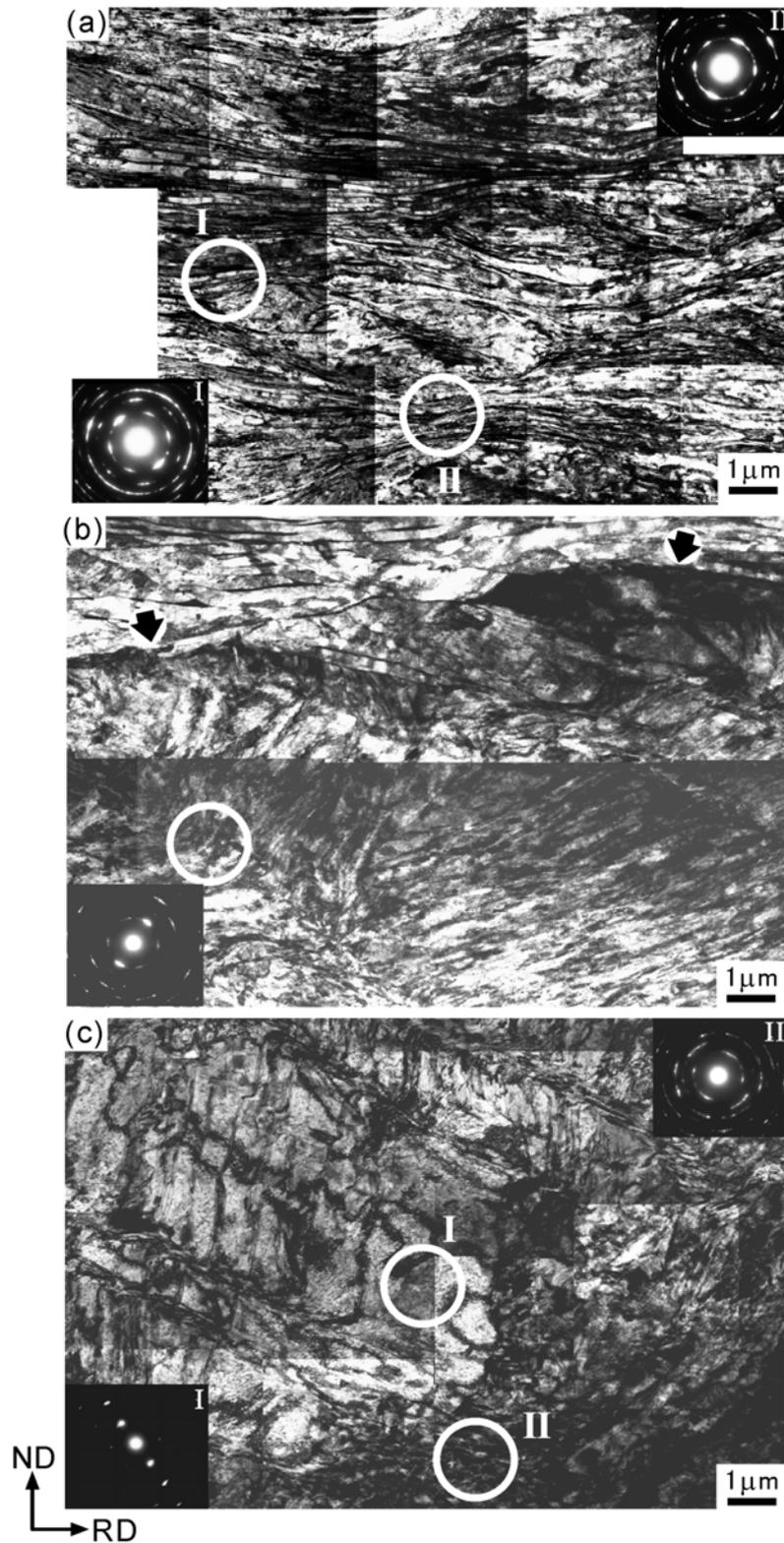


Fig.2.6 TEM microstructures (a,b,c) of the 0.13%C steel 50% ($\epsilon_{\text{vM}}=0.8$) cold-rolled, corresponding to the microstructure A (lamellar dislocation cells; LDC), B (irregularly bent laths; IBL) and C (kinked laths; KL) in Fig.2.5, respectively. The starting microstructure was martensite. Observed from TD.

Table 2.2 Characteristics of the lamellar deformation structures in various kinds of deformed materials.

Material	Deformation process & temperature	Total strain	Boundary spacing	Mean misorientation	References
Ni(99.99%)	rolling, RT	4.5	about 100nm	about 20°	[8]
Al(A1200)	rolling, RT	5.0	about 300nm	29.2°	[9]
Al(A1100)	ARB, 473K	4.8	270nm	37.3°	[11]
0.13%C-steel (ferrite + pearlite starting structure)	ARB, RT	4.0	110nm	ring-like SAD pattern	[9]
0.13%C-steel (Martensite starting structure)	rolling, RT	0.8	60nm	ring-like SAD pattern	this work

LDC組織と同様のラメラ状組織(Lamellar boundary structure)[7]は、圧延により強加工されたFCC金属[7-9]やARBにより強ひずみ加工された種々の金属[10-11]において観察されている。Table 2.2には種々の金属において報告されているラメラ状組織の特徴を示している。通常、ラメラ状組織は相当ひずみ4以上の強ひずみ加工材で観察されている。また、ARBや圧延により強加工されたNiやAlにおいて観察されるラメラバウンダリは、その多くが15度以上の大きな結晶方位差を担う大角粒界(High Angle Boundary; HAB)であることが証明されている。通常は強ひずみ加工を行うことによって初めて得られるラメラ状組織が、マルテンサイト組織を出発組織とした場合、圧下率50% ($v_M=0.8$)のみの冷間圧延により得られたことは注目に値する。

Fig.2.6(b)中の矢印をつけた部分には旧粒界が観察され、旧粒界の上方にはLDC組織が認められる。さらに、旧粒界の下領域には、不規則に湾曲したラメラ状の組織(Irregularly Bent Lamella; IBL)が観察された。この領域はFig.2.5(b)のBに相当すると考えられる。IBL組織を構成しているバウンダリは、焼入まま材のラスバウンダリやLDC組織中のラメラバウンダリと比較すると不明瞭であった。IBL組織から採取したSADパターンは、LDC組織から採取したものと同様に大きな弧を描いており、IBL組織中にも大きな局所方位差が存在していることが示唆される。また、旧粒界近傍では複雑なメタルフローが観察され、高い転位密度を示唆する黒いコントラストも観察された。これらの領域は光顕(Fig.2.5(a))で観察された黒い帯状組織に対応する。すなわち、光顕組織で黒く優先的にエッチングされた領域は、粒界による変形の拘束効果により、局所的に大きなひずみまで塑性変形された不均一変形領域であると考えられる。旧粒界近傍には、マルテンサイト組織と比べると低い強度を有する初析フェライト組織が存在したと

も考えられるが、その場合には、同様の拘束効果はより顕著に生じると考えられる。

Fig.2.6(c)には、SEM組織で観察されたFig.2.6(b)中のCの組織に対応する、屈曲したマルテンサイト組織(Kinked lath; KL)が観察された。KL組織は、圧延方向と約30度の角度をなす大きなせん断帯により局部的にせん断されたマルテンサイトブロックの形態を有していた。KL組織は、マルテンサイトの伸長方向がNDに平行な場合に生じているようであった。このことは、マルテンサイトの伸長方向がNDに平行なマルテンサイトブロックは、圧延により変形しにくいことを示している。KL組織から採取したSADパターンは、ほぼ単一のネットパターンを示しており、KL組織がマルテンサイトの形態を引き継いでいることを示す。せん断帯の発生に伴い、KL組織を取り囲む境界はジグザグ形状を有していた。その結果、KL組織の境界近傍では、複雑なメタルフローが生じていた。こうした領域から採取したSADパターンは大きく弧を描き、大きな局所方位差が存在することを示していた。

2.3.3 焼鈍材の組織

Fig.2.7は50%圧延後、種々の温度で1.8ks焼鈍した試料のTD面TEM組織である。400以下の焼鈍材では圧延まま材とほぼ同じ組織が観察された。Fig.2.7(a)に示した400焼鈍材のTEM組織には、主にLDC組織が観察される。一方、500焼鈍材(b)では超微細フェライト粒が大部分の領域で観察された。また、超微細フェライト粒の平均粒径は180nmであり、それぞれの粒は明瞭なバウンダリにより囲まれていた。また、粒の形状は等軸形状のものが多くわかる。さらに、粒内や粒界に、直径50-200nmの炭化物が均一に分散していた。これは、出発組織であるマルテンサイトが炭素の過飽和固溶体であるため、焼鈍中に析出したものと考えられる。一方で、(b)の右上の領域で観察されるように、典型的な焼戻マルテンサイト組織と良いブロック形状の領域も一部に認められた。また、焼戻マルテンサイト組織を示す領域の中に、超微細フェライト粒が圧延方向と約45度の角度を成す帯に沿って観察された。こうした領域は、50% ($v_M=0.8$)圧延材で観察されたKL組織に対応する。以上の観察結果より、50% ($v_M=0.8$)圧延材中の大きな局所方位差を有していたLDC組織やIBL組織が温間域焼鈍により等軸超微細粒組織となり、せん断帯を示した部分を除くKL組織は焼戻マルテンサイト組織となると考えられる。超微細フェライト粒、炭化物および焼戻マルテンサイトからなる複相超微細粒組織は、550焼鈍材(d)においても観察された。600以上の焼鈍材(d)では、粒径数 μm にまで粒成長した粗大粒が観察され、また、炭化物も直径300nm以上にまで粗大化したものが認められた。以上より、複相超微細粒組織は500から550の温間域で得られることが明らかとなった。

複相超微細粒組織が観察された500焼鈍材において、局所結晶方位の解析を行った結果をFig.2.8およびFig.2.9に示す。Fig.2.8には500焼鈍材のTD面TEM組織(a)と、対応する領域

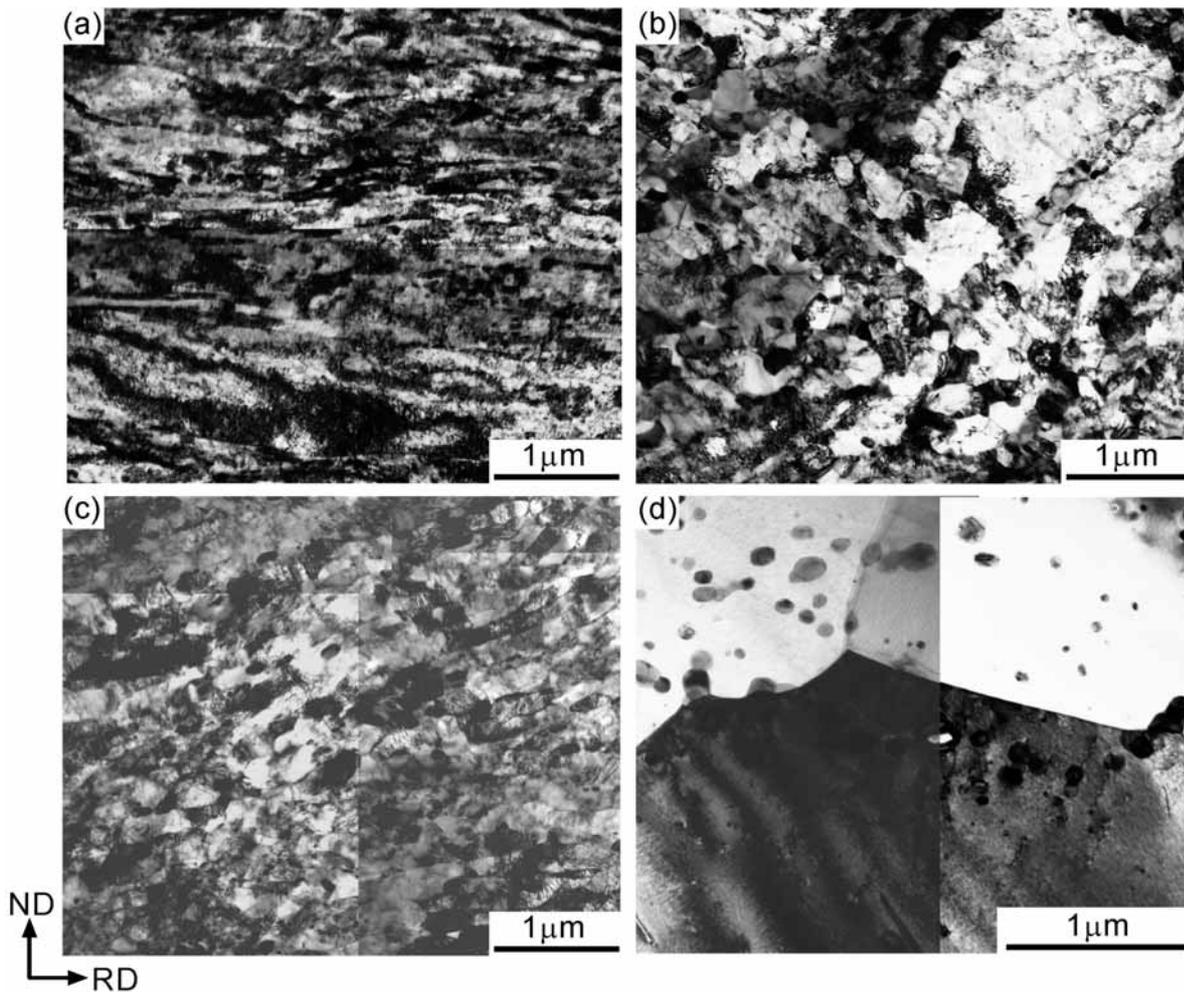


Fig.2.7 TEM microstructures of the 0.13%C steel 50% ($\epsilon_{\text{RM}}=0.8$) cold-rolled and subsequently annealed at 400°C(a), 500°C(b), 550°C(c) and 600°C(d) for 1.8ks. Starting microstructure was martensite. Observed from TD.

内において観察されたバウンダリの方位差を示したマップを示している。(b)の方位差マップにおいては、方位差15度以上の大角粒界(HAB)は太線で、方位差15度未満の小角粒界(LAB)は細線で示されている。破線で示した粒界の方位差は測定していない。また、炭化物は灰色で示している。ここで、方位差はKikuchi線回折図形により個々の超微細フェライト粒あるいはサブグレインの方位を決定し、隣接する粒間の結晶方位差を計算して得た。結晶方位差の計算方法は、章末のAppendixで詳しく述べている。(a)ではほぼ等軸形状の超微細フェライト粒組織が観察された。結晶方位差を評価すると、(b)の方位差マップが示すように、超微細フェライト粒は大部分、大角粒界により囲まれていた。測定されたバウンダリの方位差の平均値と大角粒界の割合をTable2.3に示している。測定されたすべてのバウンダリの平均方位差は28.6度であり、大角粒界の占める割合は70%であった。この結果は、本研究で新しく提案したプロセスにより得られる超微細フェライト粒組織が、大角粒界によりサブミクロンサイズに分断された多結晶体である

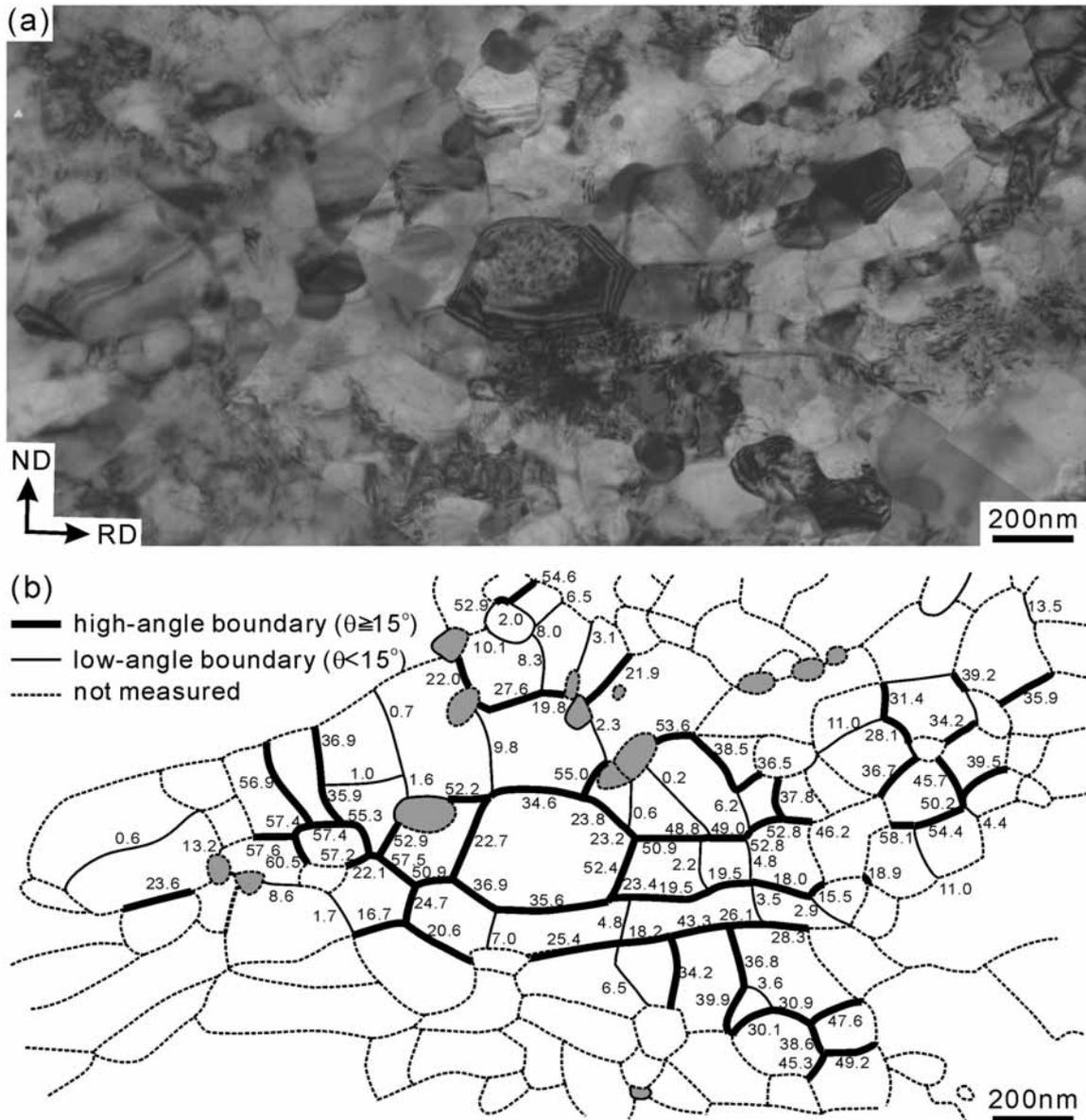


Fig.2.8 TEM microstructure (a) and corresponding misorientation map (b) of the 0.13% C steel 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) cold-rolled and annealed at 500°C for 1.8ks. Starting microstructure was martensite. Observed from TD. Misorientation angles (deg.) of the boundaries are also written in (b).

ことを示している。表では、観察されたバウンダリを圧延方向に平行に近いバウンダリと圧延方向に垂直なバウンダリの二種類に分類し、それぞれの平均方位差、および大角粒界の割合も示している。ただし、方位差を測定されたバウンダリのうち、13個のバウンダリはRDとほぼ45度の角度を成していたため、どちらのグループにも分類しなかった。大角粒界の割合に関しては、RDに平行に近いバウンダリの方が、RDに垂直なバウンダリよりも、大きな値を示した。同様の傾向は強ひずみ加工により得られたラメラ状組織において報告されている[7-11]。

Table 2.3 Mean misorientation and fraction of HAB in the ultrafine grained microstructure of the 0.13%C steel 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) cold-rolled and annealed at 500°C. The starting microstructure was martensite. Corresponding to the data of Fig.2.8.

	mean misorientation	fraction of HAB
whole boundaries	28.6 °	70% (73/104)
near parallel to RD	35.0 °	96% (48/50)
near perpendicular to RD	20.2 °	20% (19/41)

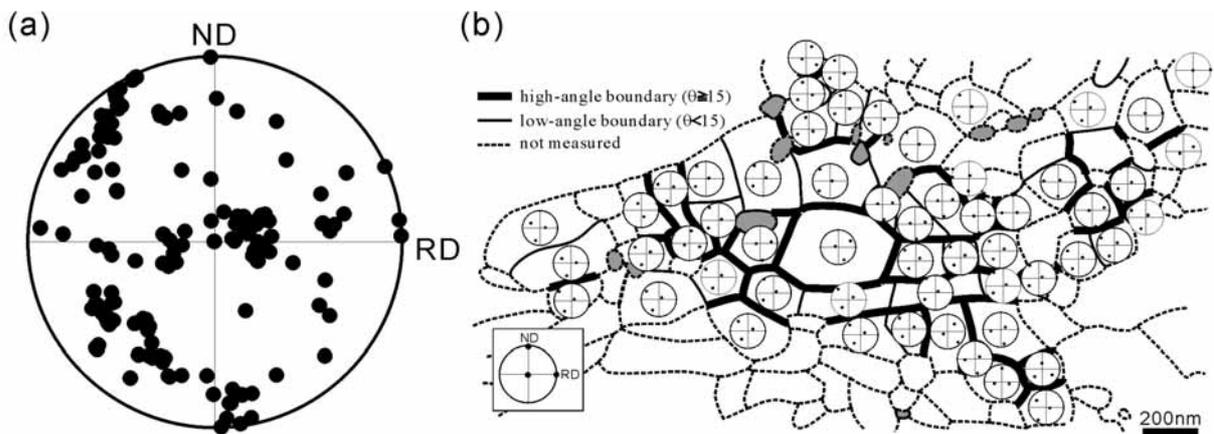


Fig.2.9 Crystallographic features of the 0.13%C steel 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) cold-rolled and annealed for 1.8ks at 500°C. Starting microstructure was martensite.
 (a) {001} pole figure of all the orientations measured in Fig.2.8.
 (b) Orientation map indicating the orientation of each ultrafine grain by {001} pole figure.

Fig.2.9 は、個々の粒の結晶方位をすべて示した{001}極点図(a)および各測定点の方位を示したマップ(b)である。1個の旧オーステナイト粒内に対応する狭い領域(13 μm × 7 μm)にて測定されたにも関わらず、極点図(a)中のデータ点は非常に散乱しており、特定の集合組織を有していないことがわかる。しかしながら、(b)が示すように、良く似た方位を有する結晶同士は密集して小さなコロニーを形成している傾向を示した。これはプロセスの出発組織であるラスマルテンサイトのブロックやパケットといった初期の構造に由来すると考えられる。

2.4 結言

本章では、普通低炭素鋼(0.13%C:JIS-SS400)に対して、マルテンサイトを出発組織とし、圧下率 50% ($v_M=0.8$)の冷間圧延と温間域での焼鈍を施すことにより、結晶粒超微細化が可能であることを示した。また、強ひずみ加工プロセスにより得られる超微細粒組織の詳細を検討した。本章において得られた主要な知見を以下に述べる。

- (1) マルテンサイトを出発組織として、圧下率 50% (相当ひずみ $v_M=0.8$)まで冷間圧延された低炭素鋼には特徴的な三種類の組織、(a)圧延方向に伸長したラメラ状転位セル組織(LDC組織)、(b)不規則に屈曲したラメラ状組織(IBM組織)および(c)せん断帯を伴う座屈したマルテンサイトラス組織(KL組織)が観察された。LDC組織が最も広い領域で観察され、また、ラメラバウンダリの平均間隔は 60nmと非常に微細であった。LDC組織は大きな局所方位差を有しており、強ひずみ加工された金属に観察されるラメラ状組織と同様の特徴を有していた。
- (2) 温間(500)焼鈍により、平均粒径 180nm の超微細フェライト粒組織が得られた。超微細フェライト粒のバウンダリの結晶方位差を評価したところ、70%以上が方位差 15 度以上の大角粒界であった。温間焼鈍材は、超微細フェライト粒組織に加えて、炭化物が均一に分散しており、また、一部には焼戻マルテンサイト組織も存在する、複相超微細粒組織を有していた。
- (3) 以上の結果より、マルテンサイトを出発組織とすれば、圧下率 50%程度の冷間圧延と温間域焼鈍という簡単な加工熱処理により、複相超微細粒組織が得られることが明らかとなった。この方法は、強ひずみ加工を必要としない画期的な新プロセスとなりうる可能性を有している。以下の章では、得られた複相超微細粒組織の機械的性質を明らかにする(第3章)とともに、冷延圧下率の影響(第4章)、炭素量の影響(第5章)、そして本法による超微細粒組織の形成過程(第6章)について順番に論じることとする。

参考文献

- [1] A.Belyakov, T.Sakai, H.Miura and K.Tsuzaki, Phil. Mag. A, 81(2001), 2629.
- [2] D.B.Williams and C..Carter, "Transmission electron microscopy", Plenum press, (1996).
- [3] S.Zaefferer, J. of Appl. Crystall., 33(1999), 10.
- [4] 野田直剛, 中村 保, 「基礎塑性力学」, 日新出版, (1994)

- [5] S.Morito, H.Tanaka, R.Konishi, T.Furuhara and T.Maki, *Acta Mater.*, 51(2003), 1789.
- [6] 森戸茂一, 牧 正志, *まてりあ*, 40(2001), 629.
- [7] N.Hansen, D.Juul Jensen, *Phil. Trans. R. Soc. Lond.*, A357(1999), 1447.
- [8] N.Hansen, X.Huang and D.A.Hughes, *Mat. Sci. Engng.*, 2001, A317, 3.
- [9] Q.Liu, X.Huang, D.J.Lloyd and N.Hansen, *Acta Mater.*, 50(2002), 3789.
- [10] N.Tsuji, R.Ueji, Y.Ito, and Y.Saito, *Proc. of the 21st Risø Int. Symp. on Mater. Sci.*, edited by N.Hansen, X.Huang, D.Juul Jensen, E.M.Lauridsen, T.Leffers, W.Pantleon, T.J.Sabin and J.A.Wert, *Risø National Laboratory, Denmark*, (2000), 607.
- [11] 伊藤良規, 辻 伸泰, 齋藤好弘, 宇都宮裕, 左海哲夫, *日本金属学会誌*, 64(2000), 429.

Appendix 2 A 結晶方位差の計算方法

圧延材の場合、個々の粒の結晶方位は、圧延方向(RD)、板面方向(ND)および板幅方向(TD)に平行な結晶方位、 $[h k l]$ 、 $[u v w]$ および $[p q r]$ を用いて、

$$M = \begin{pmatrix} u & p & h \\ v & q & k \\ w & r & l \end{pmatrix} \quad (2 A.1)$$

で示される方位行列 M により記述することが出来る。ただし、個々の結晶方位、 $[h k l]$ 、 $[u v w]$ および $[x y z]$ は、

$$h^2 + k^2 + l^2 = 1 \quad (2 A.2)$$

$$u^2 + v^2 + w^2 = 1 \quad (2 A.3)$$

$$p^2 + q^2 + r^2 = 1 \quad (2 A.4)$$

$$[h k l] \quad [u v w] \quad (2 A.5)$$

の関係有する。

結晶Aと結晶Bの結晶方位が、それぞれ M_A と M_B であった場合、二つの結晶方位の関係は次式(2 A.5)で規定される回転行列 R を用いて示すことが出来る。

$$M_A = R M_B \quad (R = (r_{ij}) \quad i, j = 1-3) \quad (2 A.6)$$

回転行列は、結晶方位 M_A と結晶方位 M_B の回転関係を示し、共通回転軸を示す固有ベクトル $(H K L)$ は

$$\begin{pmatrix} H \\ K \\ L \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} r_{32} - r_{23} \\ r_{13} - r_{31} \\ r_{21} - r_{12} \end{pmatrix} \quad (2 A.7)$$

と示される。固有ベクトルに垂直なベクトル $(-K, L, 0)$ と、このベクトルに対して回転操作 R により回転させたベクトル間の角度が結晶間の方位差 θ_{AB} となる。 θ_{AB} は回転行列の成分を用いると、次式により与えられる。

$$\theta_{AB} = \cos^{-1} \left(\frac{r_{11} + r_{22} + r_{33} - 1}{2} \right) \quad (2 A.8)$$

ただし、BCC結晶の場合、結晶構造の対称性により、結晶方位 M_A 、 M_B はそれぞれ24通りの表現の仕方が存在するため、一方の方位 M_A を固定し、 M_B のすべての表現に対して θ_{AB} を算出し、その値が最小となるものを結晶方位差として採用した。

第3章 低炭素鋼マルテンサイトの冷間圧延・温間焼鈍により得られた複相超微細粒組織の機械的性質

3.1. 緒言

前章では、低炭素鋼のマルテンサイト組織を出発組織とすることにより、圧下率50%(相当ひずみ $v_M=0.8$)の冷間圧延と500 から 550 の温間域での焼鈍のみで、粒径 100nm 200nmの等軸形状の超微細フェライト粒と均一に分散析出した微細炭化物および焼戻マルテンサイトからなる複相超微細粒組織が得られることを明らかにした。本章では、上記のプロセスにより得られた材料の機械的性質を明らかにすることを目的とする。

超微細粒材料の機械的性質に関しては、強ひずみ加工により得られた材料を用いた研究が盛んに行われている。これらの研究において、最も基本的な機械的性質である室温引張特性に関する報告は多数ある[1-2]。そうした結果より、少なくとも単相超微細粒材料の場合、高強度化は達成されるものの、延性が大幅に低下することが明らかとなった。そのため、現在は何らかの方法により超微細粒材料の延性を向上させようという試みが精力的に行われている。一方、引張特性と同様に重要な特性である靱性に関する研究例は非常に少ない。そこで本章では、室温引張特性および衝撃試験により測られる靱性の両方を明らかにする。また、得られた機械的性質と、第2章で明らかにした組織との関係を考察する。

3.2 実験方法

試料として、普通低炭素鋼(JIS-SS400)の熱延板(サイズ:厚さ2mm×長さ200mm×幅25mm)を用いた。これは、第2章で用いたものと同じ試料である。第2章で示したマルテンサイトの冷間圧延・焼鈍プロセスを施して得られた各種試料(焼入材、圧延材、各種温度での1.8ks焼鈍材)に対して、引張試験および微小衝撃試験を行った。引張試験は、Fig.3.1に示す平行部幅5mm×長さ10mmのJIS-5号試験片の1/5サイズの試験片に対して、インストロン型万能試験機を用い

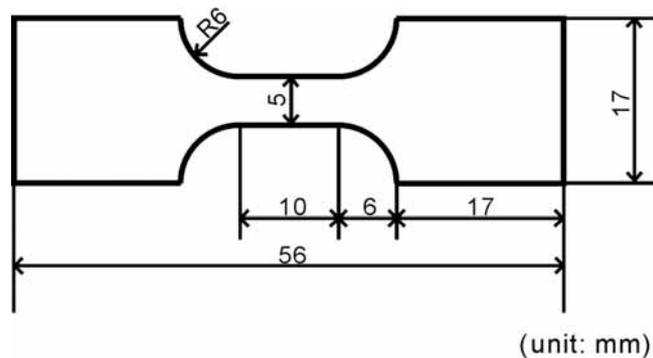


Fig.3.1 Specimen for tensile test.

て、クロスヘッドスピードを $0.5\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ と一定 (初期ひずみ速度: $8.3\times 10^{-4}\text{s}^{-1}$) にして行った。公称応力 s 、および公称 (塑性) ひずみ e_p は次式を用いて算出した。

$$s = \frac{P}{S_0} \quad (3.1)$$

$$e_p = \frac{\Delta l}{L_0} - \frac{s}{E'} \quad (3.2)$$

ここで、 P はロードセルにより測定した荷重、 S_0 は平行部初期断面積、 Δl は平行部の変位 ($\Delta l > 0$)、 L_0 は平行部初期長さ (10mm)、および E' は見かけのヤング率である。強度の指標として、塑性ひずみ 0.2% での公称応力である 0.2% 耐力、および公称応力の最大値である引張強さを求めた。また、引張強さを示した時点での公称ひずみを均一伸びとし、破断後の試験片をつき合わせて、試験前にあらかじめ付けておいた標点間距離の変化より求めた伸びを全伸びとして求めた。一部の試料に関しては、真ひずみ および真応力 を次式により求めた。

$$\varepsilon = \ln(1 + e) \quad (3.3)$$

$$\sigma = s(1 + e) \quad (3.4)$$

加工硬化率 d_i/d_{i+1} は、以下の手順により求めた。応力-ひずみ曲線は、真ひずみの間隔約 5.0×10^{-5} で採られたデータ (σ_i, ε_i) により構成されている。そこでまず、隣接する二点の値を用いて、加工硬化率 $h_i = (\sigma_{i+1} - \sigma_i) / (\varepsilon_{i+1} - \varepsilon_i)$ を、すべてのひずみ ε_i に対して求める。ただし、ロードセルにより測定される荷重データは、その測定誤差や機械的振動に起因したばらつきを含んでいるため、この時点では h は正負に交互に振れた値を示すなど、大きくばらついている。そこで次に、加工硬化率-ひずみ曲線中のデータ点 ($(\varepsilon_i + \varepsilon_{i+1})/2, h_i$) に対して、隣接する二点の平均値を計算し、その値を元の値の代わりに用いる。こうした平均をとる作業をもう一度繰り返して得られたデータ点により、加工硬化率-真ひずみ曲線を得た。

衝撃試験は Fig.3.2 に示す微小シャルピー衝撃試験機 [3-4] を用いて行った。本研究で得られる材料は板厚 1mm の薄板であるため、Fig.3.3 に示したようなサイズ $1\text{mm}\times 1\text{mm}\times 20\text{mm}$ 、ノッチの深さ 0.2mm、開き角 30 度およびノッチ底の曲率半径 0.08mm の小型試験片を用いて衝撃試験を

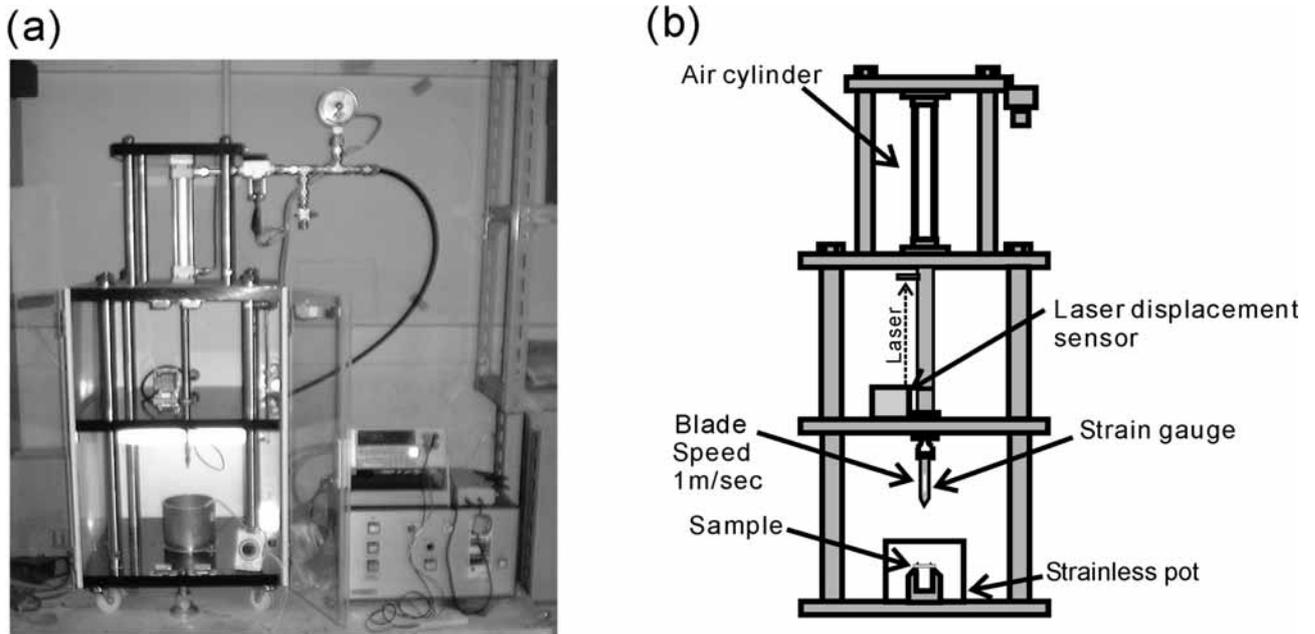


Fig.3.2 Photograph (a) and schematic illustration (b) of the miniaturized Charpy impact tester.

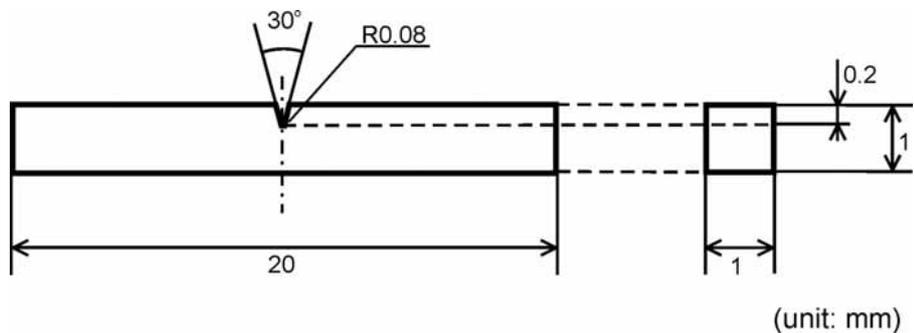


Fig.3.3 Notched specimen for miniaturized impact test.

行った。長手方向が圧延方向と平行になるように試験片を放電加工機により切り出し、ノッチはND面上に加工した。なお、焼入材に関しては、板厚が2mmであったため、試料の両圧延面に対して均等に面削を行い、板厚を1mmとした後に試験片を切り出した。ステンレス製の冷媒容器中で、2点支持により試験片をセットし、ノッチをつけた面の対面に対して、圧縮空気により高速で押し出されたブレードにより衝撃荷重を与えた。ブレードのスピードは $1\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ とした。試験片にかかる荷重はブレードに取り付けられたひずみゲージにより測定し、レーザー変位計によりブレードの変位を測定した。得られた荷重-変位曲線を積分して算出された吸収エネルギーにより靱性を評価した。低温で試験を行う際には、液体窒素を試験片を取り囲む容器中に注入して、試験片の温度を所定の温度にした後に破断させた。この際、試料ステージの試験片近傍の位置に、熱

伝対を溶接し、試験温度を測定した。破面観察は、SEM(日本電子製JEOL-5600)により加速電圧 20kVにて行われた。また、一部の試料に対してはTEM観察を行った。第2章と同様の方法で、日立製H-800を用いて、加速電圧 200kVにて行った。

3.3 実験結果

3.3.1 室温引張試験

Fig.3.4 に 0.13% C鋼のマルテンサイトを出発組織として 50% ($\epsilon_{VM}=0.8$) 冷間圧延した試料および各種温度で 1.8ks 焼鈍された試料の公称応力-公称ひずみ曲線を示す。図には、フェライト・パーライト組織を有する受入材と、出発組織であるラスマルテンサイト組織を有する焼入材の応力ひずみ曲線も示した。また、Fig.3.5 に焼鈍温度の変化に伴う0.2%耐力と引張強さ (Fig.3.5(a))、

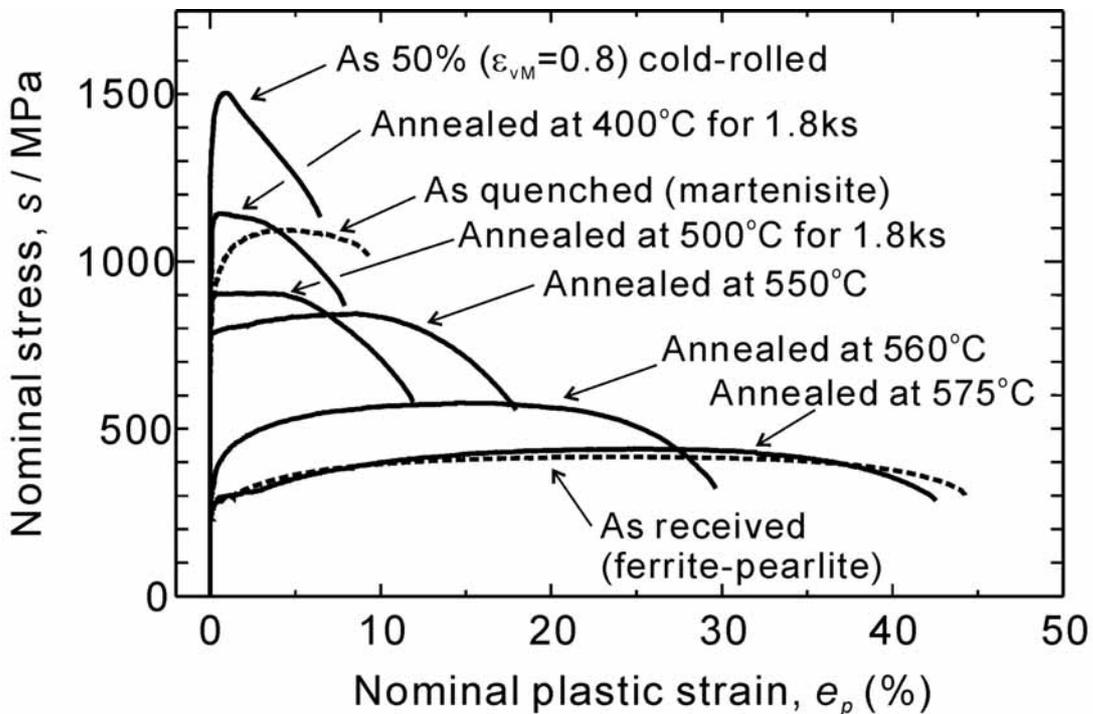


Fig.3.4 Nominal stress- nominal strain curves of the 0.13% C steel 50% ($\epsilon_{VM}=0.8$) cold-rolled and subsequently annealed at various temperatures for 1.8ks. Strating microstructure was martensite. Initial strain rate is $8.3 \times 10^{-4} s^{-1}$.

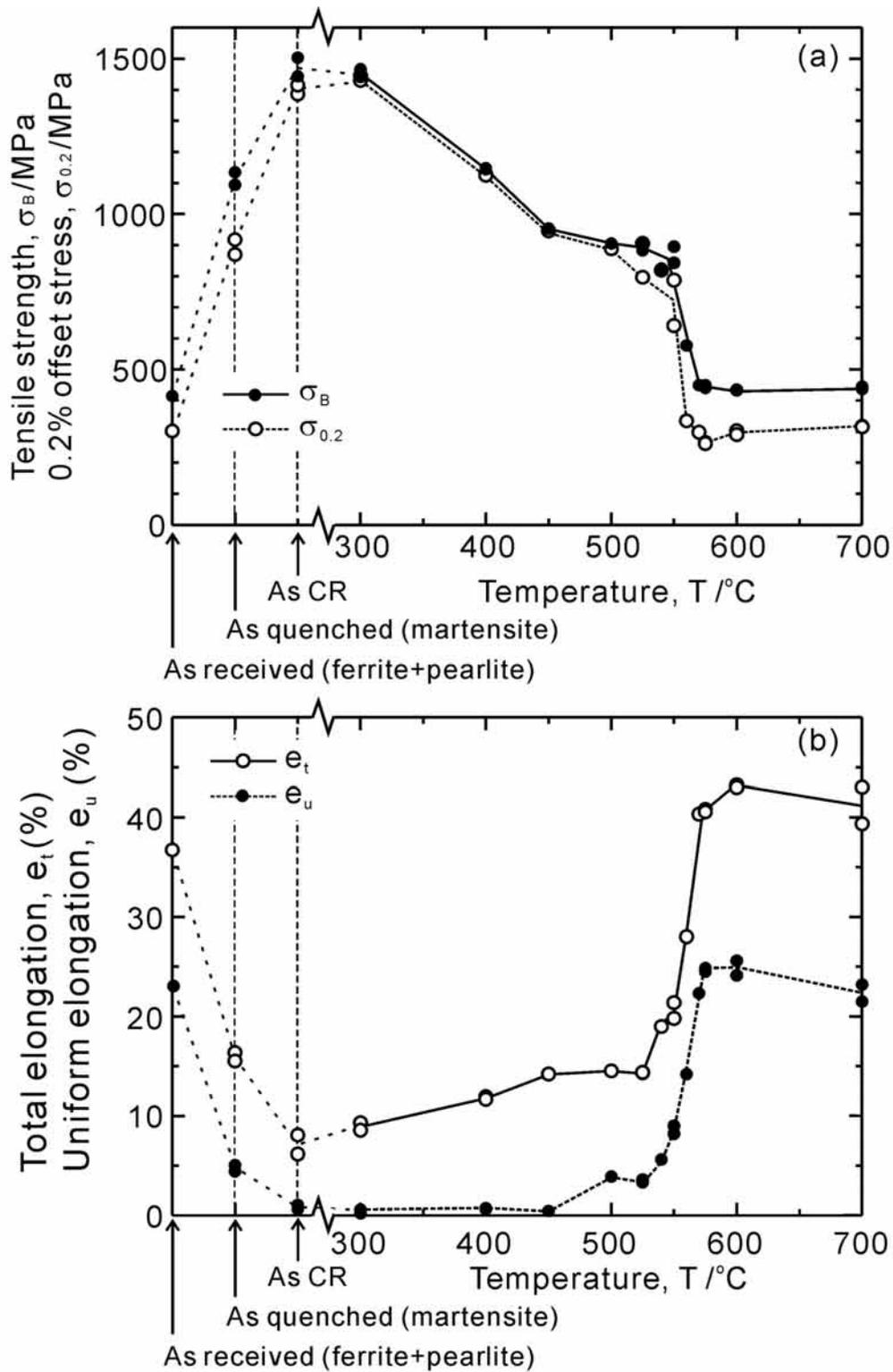


Fig.3.5 Strength (a) and elongation (b) of the 0.13%C steel 50% ($\epsilon_{\text{CR}}=0.8$) cold-rolled and subsequently annealed at various temperatures for 1.8ks.

および均一伸びと全伸び(Fig.3.5(b))の変化を示す。焼入材は、0.2%耐力 870MPa、引張強さ 1100MPaと高強度を示し、これらは受入材の約 2 倍の強度であるが、伸びは受入材と比べて大きく減少した。焼入材の応力-ひずみ曲線は、降伏点降下現象を示さず、引張変形初期に加工硬化を示し、最大応力に達した後は公称応力が緩やかに減少した。これは、すでに報告されている低炭素鋼マルテンサイトの応力-ひずみ曲線[5]と同様であった。50%($v_M=0.8$)冷間圧延材は、引張強さ 1.5GPaと高強度を示すものの、非常に小さなひずみで最大応力に達し、その後くびれて破断した。圧延材の均一伸びと全伸びはそれぞれ1%と7%であった。このような圧延材の応力-ひずみ曲線の形状は、強ひずみ加工を施した場合に得られる单相超微細粒材料の引張挙動[1]と類似している。500 未満の温度範囲では、焼鈍温度の増加とともに、0.2%耐力および引張強さが約 900MPaまで減少した。500 から 550 の温度域の焼鈍では、強度を保ちつつ、延性が回復した。特に 550 焼鈍材は、0.2%耐力 710MPa、引張強さ 870MPaと受入材(フェライト・パーライト組織)の約2倍の強度を有し、かつ、均一伸び 8%、全伸び 20%を示した。500 から 550 の焼鈍温度範囲は複相超微細粒組織が得られた焼鈍条件に対応する(Fig.2.7)。560 以上の焼鈍により強度は大きく低下し、575 以上の焼鈍では受入材と同程度の強度まで減少した。以上のように、焼鈍温度により強度と延性が様々に変化するが、特に複相超微細粒組織を示す温度域焼鈍材では、高強度・高延性を示すことが明らかとなった。

3.3.2 微小衝撃試験

Fig.3.6 は、焼入材(Fig.3.6a)、圧延材(Fig.3.6b)および 550 焼鈍材(Fig.3.6c)の微小衝撃試験により得られた荷重-変位曲線である。焼入材はラスマルテンサイト組織(Fig.2.4)、圧延材は主としてラメラ状転位セル組織(LDC 組織)(Fig.2.6(a))を有していた。また、550 焼鈍材の組織は、超微細フェライト粒と炭化物、および焼戻マルテンサイトからなる複相超微細粒組織(Fig.2.7(c))であった。図中の x はブレードの変位であり、 $x=0$ はブレードの先端が試験片に接触する位置に対応する。また、すべての曲線で認められる荷重方向のセレーションは、ひずみゲージの測定誤差、あるいは機械振動によるものである。衝撃試験の荷重-変位曲線は、応力状態やひずみ速度は複雑であるが、一種の応力-ひずみ曲線に相当する。マルテンサイト組織を有する焼入材の荷重-変位曲線(Fig3.6(a))は、試験温度に関わらず、小さな変位で最大荷重を示した後、荷重が徐々に減少する傾向を示した。試験温度の低下により、最大荷重は低下し、荷重が再びゼロに達する変位、すなわち、完全に試験片を破断させるのに要する変位も減少した。圧延材(Fig.3.6(b))の荷重-変位曲線は焼入材と同様の形状を示した。しかし、-190 で試験をした場合を除けば、最大荷重および破断に要した変位は、焼入材よりも小さい値を示した。-190 で試験を行った圧延材と焼入材の荷重-変位曲線はほぼ同様であった。550 焼鈍材

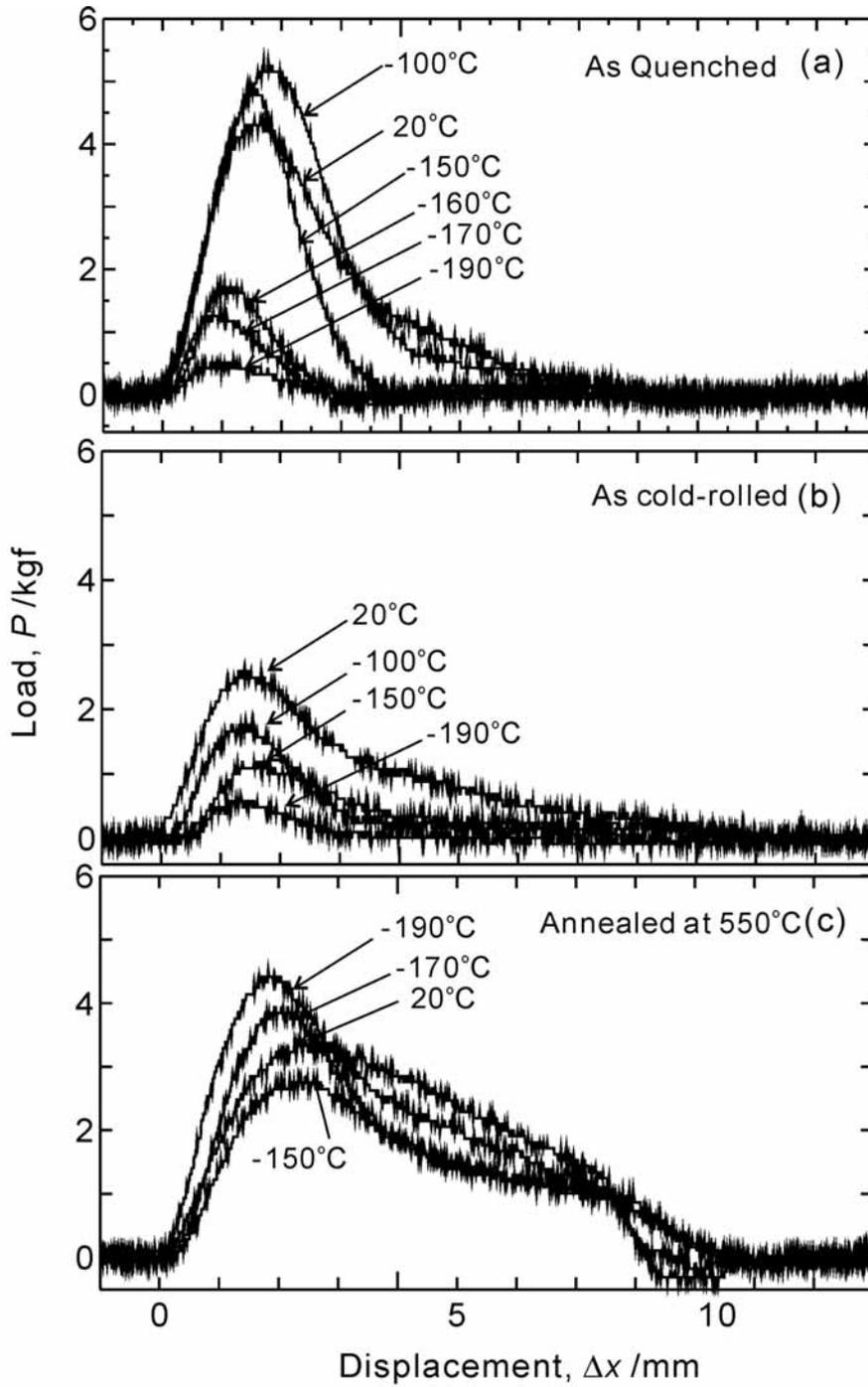


Fig.3.6 Load - displacement curves obtained by miniaturized Charpy impact test of the 0.13%C steel quenched (a), 50% cold-rolled ($\epsilon_{wr}=0.8$) (b) and annealed at 550°C for 1.8ks (c).

(Fig.3.6(c))の荷重-変位曲線の形状は、焼入材と圧延材とは大きく異なっていた。-150 以上の試験では、最大荷重は、焼入材と圧延材の中間の値を示したが、-175 以下の試験では他の二つと比べて最も高い最大荷重を示した。また、完全に破断させるのに要する変位は、すべての試験温度において、焼鈍材および圧延材よりも大きな値を示した。

Fig.3.7 には、三種類の試料における、試験温度に対する吸収エネルギーの変化を示している。焼入材では、-150 近傍で急激に吸収エネルギーが減少しており、延性-脆性遷移が生じたことを示唆している。圧延材の吸収エネルギーの値は、すべての試験温度で低い値を示し、また、試験温度の低下とともに緩やかに減少していた。550 焼鈍材では、大きなばらつきが見られるものの、すべての試験温度において三種類の試料の中で最も大きな吸収エネルギーの値を示した。大きなばらつきを示した理由は明らかとなっていないが、組織が一部に焼戻マルテンサイトを含有する複相組織であったことによるものである可能性が考えられる。また、焼入材で認められたような明瞭な延性-脆性遷移は 550 焼鈍材には認められなかった。以上のように、焼入材、圧延材および焼鈍材のうち、複相超微細粒組織を有する焼鈍材が、最も高い靱性を示すことが明らかとなった。

Fig.3.8 は、微小衝撃試験により破断した試験片の破面のSEM 像である。それぞれ、焼入材(a-c)、圧延材(d-f)および 550 焼鈍材(g-i)の室温破断材(a,d,g)、-170 破断材(b,e,i)および

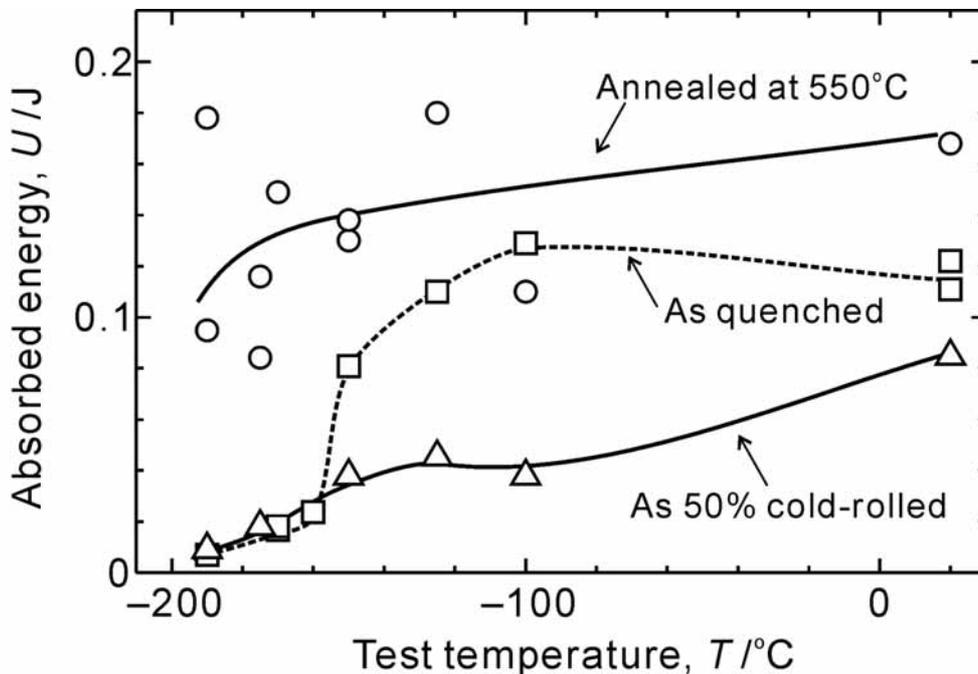


Fig.3.7 Absorbed energy obtained by miniaturized Charpy impact test at various test temperatures of the 0.13%C steels quenched, 50% ($\epsilon_{\text{cold}}=0.8$) cold-rolled and subsequently annealed at 550°C for 1.8ks.

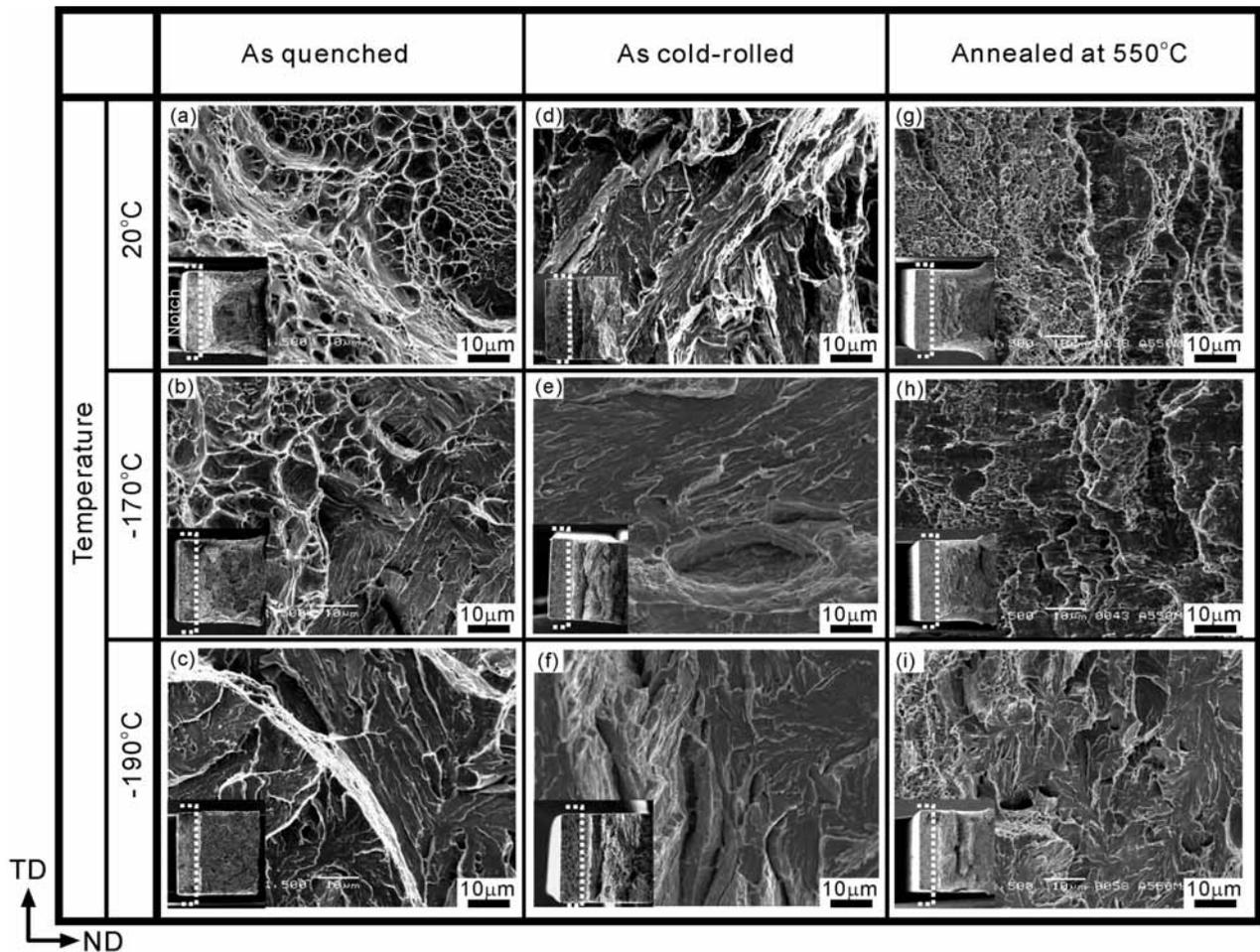


Fig.3.8 SEM images of the fracture surface obtained by miniaturized Charpy impact test of the 0.13%C steel quenched (a, b, c), 50% ($\epsilon_{wM}=0.8$) cold-rolled (d,e,f) and annealed at 550°C for 1.8ks (g,h,i). Test temperatures were 20°C (a,d,g), -170°C (b,e,i) and -190°C (c,f,i).

-190 破断材(c,f,i)の破面を示している。観察方向は、圧延方向に平行であり、図中では、水平方向が板厚方向と平行、それに垂直な方向が板幅方向と平行となっている。また、それぞれの条件における破面全体像も各写真の左下に示している。全体像にはノッチの最深部に破線で印をつけてある。

焼入材の室温破断材(a)は、延性破面に特徴的なディンプルを示した。また、全体像では、試験片の縁でシアーリップ (Shear-lip) と呼ばれる、破面中央部と比べて大きく傾斜している破面を示す領域[6]が観察され、典型的な延性破面を示した。-170 破断材(b)でもディンプルが観察されたが、右側の領域のように劈開破壊時に見られるリバーパターンも観察された。全体像を見ると、室温破断材と比べるとシアーリップを示す領域の面積が減少していることが分かる。-190 破断材(c)は、破面全面においてリバーパターンを示し、シアーリップは観察されなかった。このような試験温度の低下に伴う破面の形態の変化は、従来知られている通常サイズのシャルピー試

験による延性破面から脆性破面への変化と、ほぼ同様であった[6]。また、延性破面から脆性破面に変化する温度は、先に示した吸収エネルギーが急激に減少する温度(-170)とよく対応している。

圧延材の室温破断材の破面(d)では、リバーパターンが観察された。また、破面全体には概ね圧延面に平行なセパレーションが観察された。-170 破断材(e)や-190 破断材(f)も室温破断材と同様の破面を示し、また、セパレーションの数が試験温度の低下とともに増加しているようであった。

550 焼鈍材における室温破断材の破面(g)は全面においてディンプルを示したが、個々のディンプルの大きさは焼入材の破面(a)よりも非常に小さくなっていた。全体像ではシアーリップが観察され、破壊形態が延性破壊であることを示唆した。-170 破断材の破面(h)においても、室温破断材の破面(g)と同様の形態が観察された。-190 破断材の破面(i)では、リバーパターンを示す領域とディンプルを示す領域が混合して観察され、また全体像を見ると、大きなセパレーションを伴いつつも、シアーリップもあわせて観察される複雑な破面が観察された。

以上に示したように、複相超微細粒組織を有する 550 焼鈍材は、優れた室温靱性(衝撃吸収エネルギー)を示すのみならず、-190 の低温でも延性破壊を示すことが明らかとなった。

3.4 考察

上記のように、マルテンサイトを出発組織とし、50% ($v_M=0.8$)冷間圧延と温間域焼鈍により得られる複相超微細粒組織 0.13% C鋼は、優れた引張特性と靱性を有することが明らかとなった。以下では、複相超微細粒組織が優れた機械的性質を示した理由を考察する。

3.4.1 引張特性

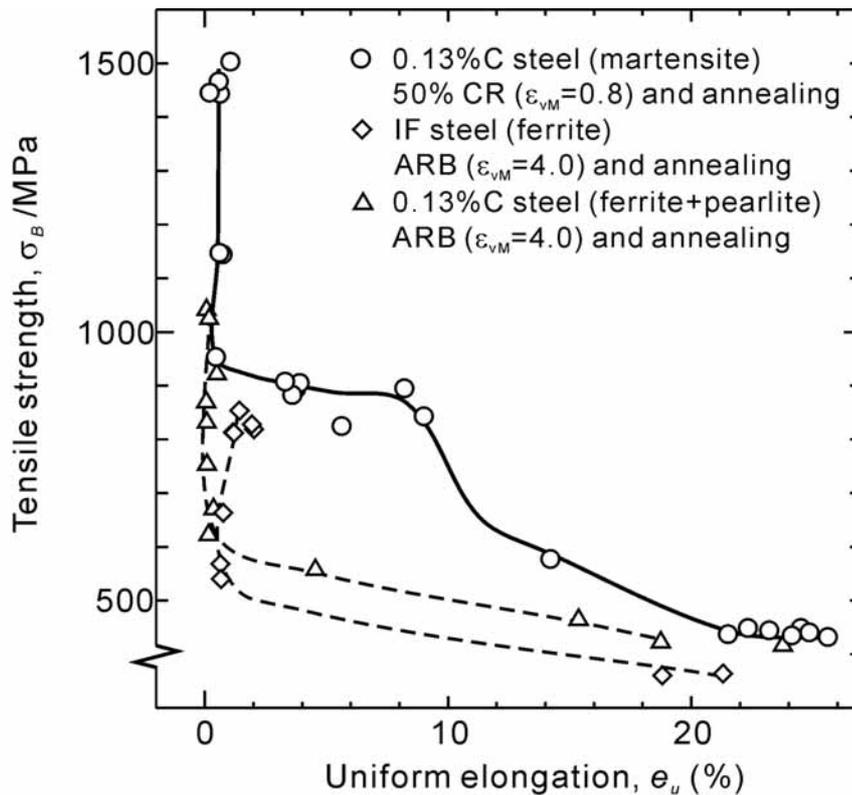


Fig.3.9 Relationship between tensile strength and uniform elongation (strength-ductility balance) of the 0.13%C steel 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) cold-rolled and annealed. Starting microstructure was martensite.

550 焼鈍して得られた複相超微細粒組織を有する低炭素鋼は、高い引張強さ(870MPa)を示しつつ、大きな均一伸び(8%)を示した。超微細粒材料の用途の一つとして、構造用材料として用いることが考えられるが、構造用材料にとって強度-延性バランスは極めて重要である。そこで、今回得られた材料の強度-延性バランスを検討するために、今回得られた複相超微細粒材料の引張強さと均一伸びの関係をFig.3.9に示す。図中には、IF鋼[1]、およびフェライト・パーライト組織を有する0.13%C鋼に対してARB・焼鈍を施し種々の粒径の超微細粒組織とした場合のデータ[1]も示している。IF鋼および0.13%C鋼のARB・焼鈍材のTEM組織をFig.3.10[1]およびFig.3.11に示す。ARBと焼鈍の組み合わせにより、IF鋼の場合(Fig.3.10)、0.2 μm から13 μm まで、0.13%C鋼の場合、(焼鈍条件によっては不均一な組織を示す場合もあるものの)0.11 μm から5.6 μm までの種々の平均フェライト粒径を有する組織を得ることが出来る。IF鋼のARB・焼鈍材の公称応力-ひずみ曲線に関しては第1章(Fig.1.4)で示しており、また、フェライト・パーライト組織を出発組織とした0.13%C鋼ARB・焼鈍材の公称応力-公称ひずみ曲線はFig.3.12に示している。マルテンサイトを50% ($\epsilon_{vM}=0.8$)冷間圧延することにより、1.5GPaという高い強度を得ることが出来るが、900MPa以上の高強度を示す試料(圧延材、あるいは低温焼鈍材)の均一伸びは1%程度と非常に小さい。焼鈍により強度が低下する(Fig.3.5)が、引張強さが900MPa近傍で、高強度を保

ちつつ均一伸びが大きく回復していた。これらの高強度・高延性を示す試料は、500 から 550 の温間域焼鈍により得られ、複相超微細粒組織を有していた。その後、強度の減少に伴い均一伸びも大きく回復する。一方で、強ひずみ加工により得られた単相超微細粒材料では、高強度と十分な延性の両立が困難であることが、これまでに報告されている[1]。Fig.3.9 に示したように、いずれのARB材も、600MPa以上の強度を有する場合には均一伸びは数%程度に限られていた。引張強さが 600MPa以下にまで減少してはじめて、均一伸びは大きく回復した。

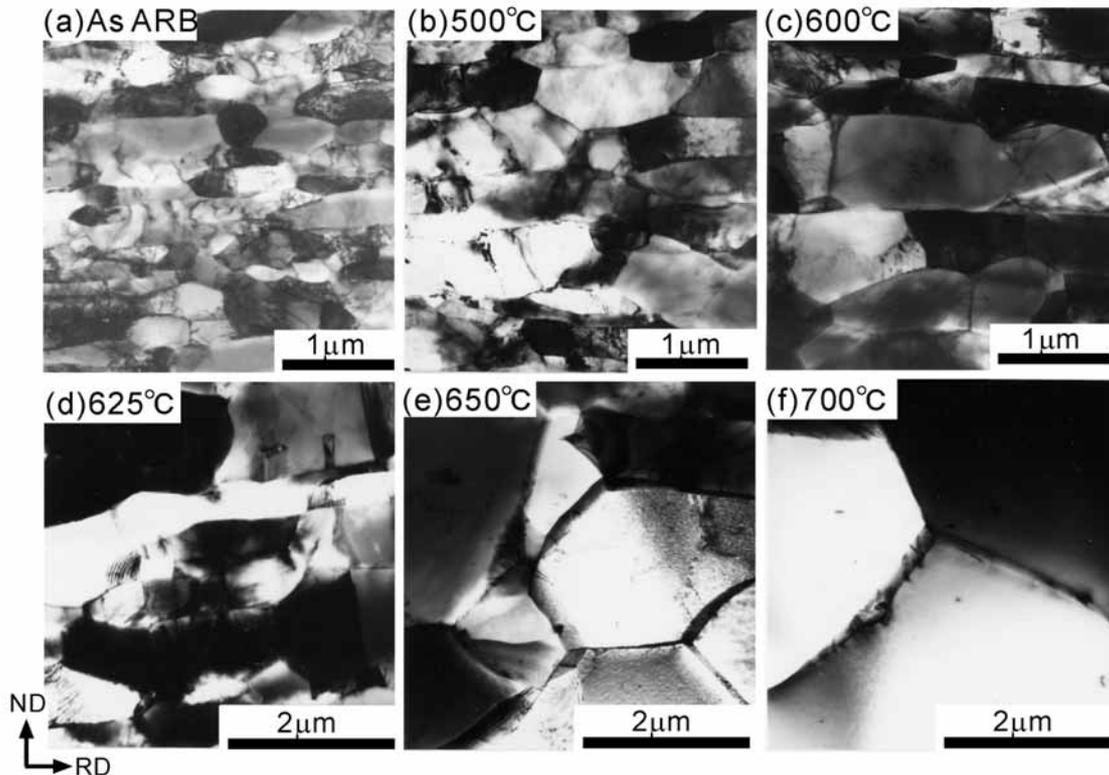


Fig.3.10 TEM microstructures of the IF steel ARB processed by 5 cycles ($\epsilon_{wM}=4.0$) at 500°C (a) and subsequently annealed at 500°C (b), 600°C (c) 625°C (d), 650°C (e) or 700°C (f) for 1.8ks. Observed from TD.

Fig.3.13 には引張強さ 全伸びの関係を示している。いずれの引張強さで比較しても、マルテンサイトを冷間圧延・焼鈍して得られた試料の方が大きな全伸びを示している。また、マルテンサイトの冷間圧延・焼鈍材では 900MPa 近傍を境に、また他の二種類の強ひずみ加工材では 600MPa 近傍を境にして、伸びが大きく回復する傾向を示す。これは、引張強さ 均一伸びの関係(Fig.3.9)と同様の傾向である。以上のように、ARB・焼鈍により得られた超微細粒材と比較すると、複相超微細粒組織を有する 0.13% C 鋼はすべての強度範囲で強度・延性バランスに優れていた。さらに、900MPa 近傍の強度を有する場合には均一伸びが最大 10%程度、全伸びが最大 20%程度を示し、特に優れた強度 延性バランスを示した。

单相超微細粒材料 (Fig.3.9 の IF 鋼 ARB・焼鈍材がこれにあたる) と比べて、複相超微細粒組織が高強度-高延性を示す理由について考察する。近年の研究により、单相超微細粒組織の均一伸びの低下は以下に示す塑性不安定条件により説明されている[1]。

$$\sigma > \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \quad (3.1)$$

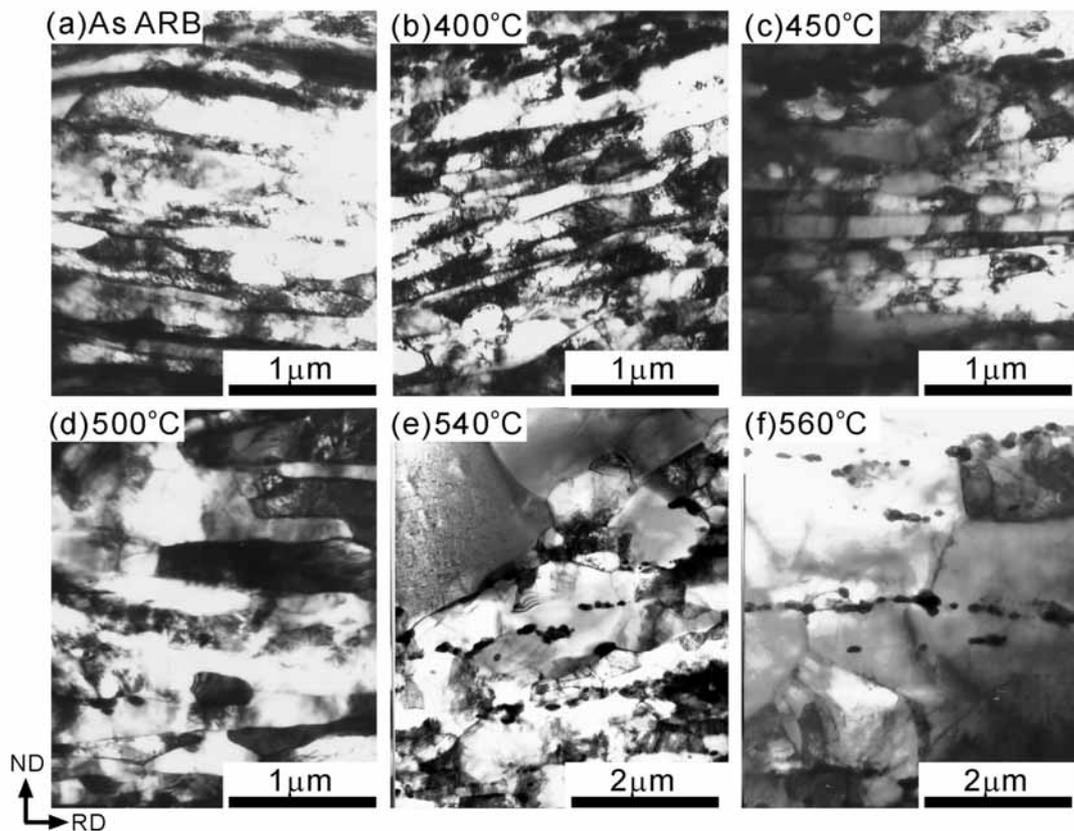


Fig.3.11 TEM microstructures of the 0.13% C steel ARB processed by 5 cycles ($\epsilon_{vM}=4.0$) at ambient temperature (a) and subsequently annealed at 400°C (b), 450°C (c), 500°C (d), 540°C (e) or 560°C (f) for 1.8 ks. Observed from TD.

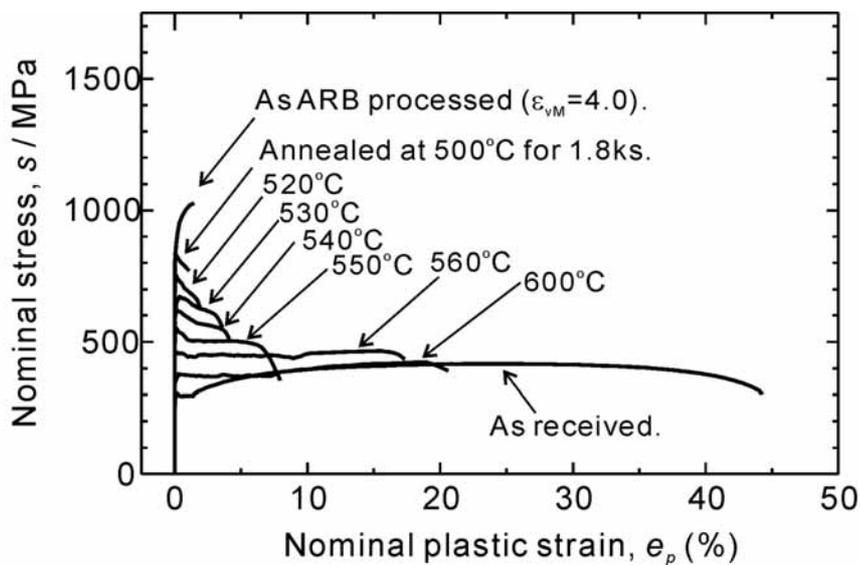


Fig.3.12 Nominal stress- nominal strain curves of the 0.13% C steel ARB processed to an equivalent strain (ϵ_{vM}) of 4.0 and subsequently annealed at various temperatures for 1.8 ks. Strating microstructure was ferrite and pearlite.

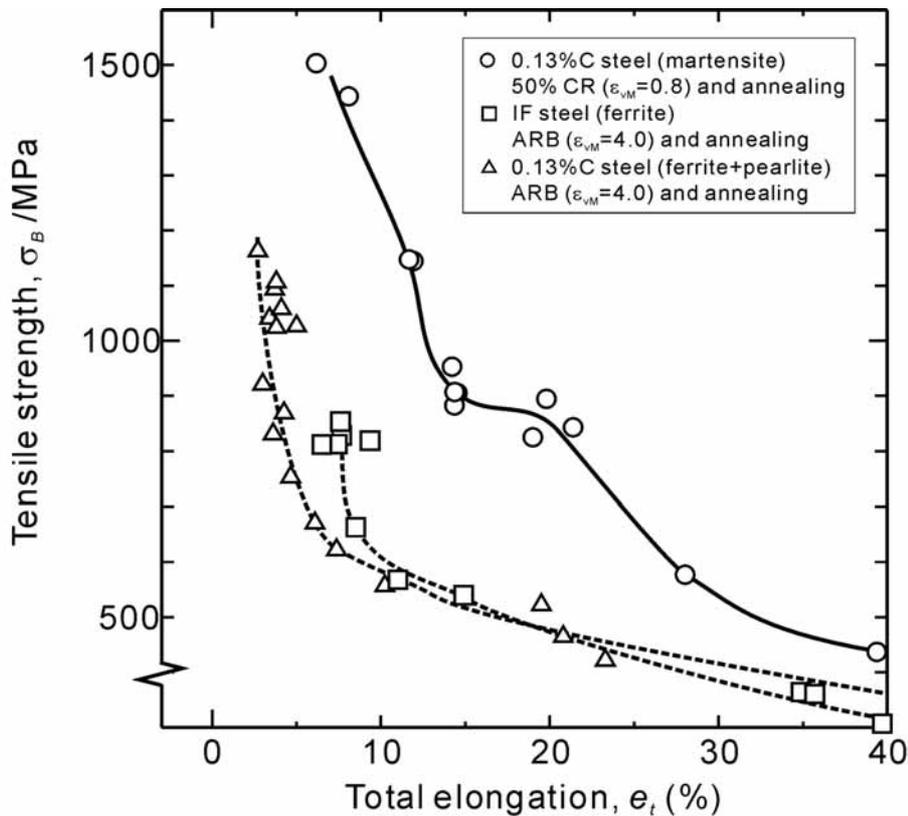


Fig.3.13 Relationship between tensile strength and total elongation of the 0.13% C steel 50% cold-rolled ($\epsilon_{vM}=0.8$) and annealed. Starting microstructure was martensite.

ここで σ_B は真応力、 e_t は真ひずみを示しており、式の右辺は加工硬化率を示している。超微細結晶粒材料の場合、結晶粒微細化強化により強度、特に降伏強度などの変形初期の強度は非常に高くなるが、加工硬化率は増加しないことが明らかとなっている[1]。そのため、条件(3.1)が引張変形の非常に初期に達成され、その結果、均一伸びは小さくなる。一方複相超微細粒材料は、900MPaという高い強度を示しつつ、大きな均一伸びを示した。これは、加工硬化率が大きくなったことが原因であると考えられる。そこでそれぞれの材料において、(3.1)の関係により、均一伸びの大小を説明できるか否かを検証するため、加工硬化率-真ひずみ曲線を実際に求めた。Fig.3.14 は、マルテンサイトを出発組織として、50% ($\epsilon_{vM}=0.8$)冷間圧延と焼鈍により得られた複相超微細粒材料(a)とARBと焼鈍されたIF鋼(b)の真応力-真ひずみ曲線と加工硬化率-真ひずみ曲線を示す。図中では、真応力-真ひずみ曲線は破線で、加工硬化率-真ひずみ曲線は実線で示している。どの試料についても、真応力-真ひずみ曲線と加工硬化率-真ひずみ曲線の交点は均一伸びの実測値と概ね一致している。また、IF鋼のARB・625 焼鈍材を除けば、加工硬化率はひずみの増加に伴い単調に減少している。すなわち、ひずみが小さい(公称ひずみ

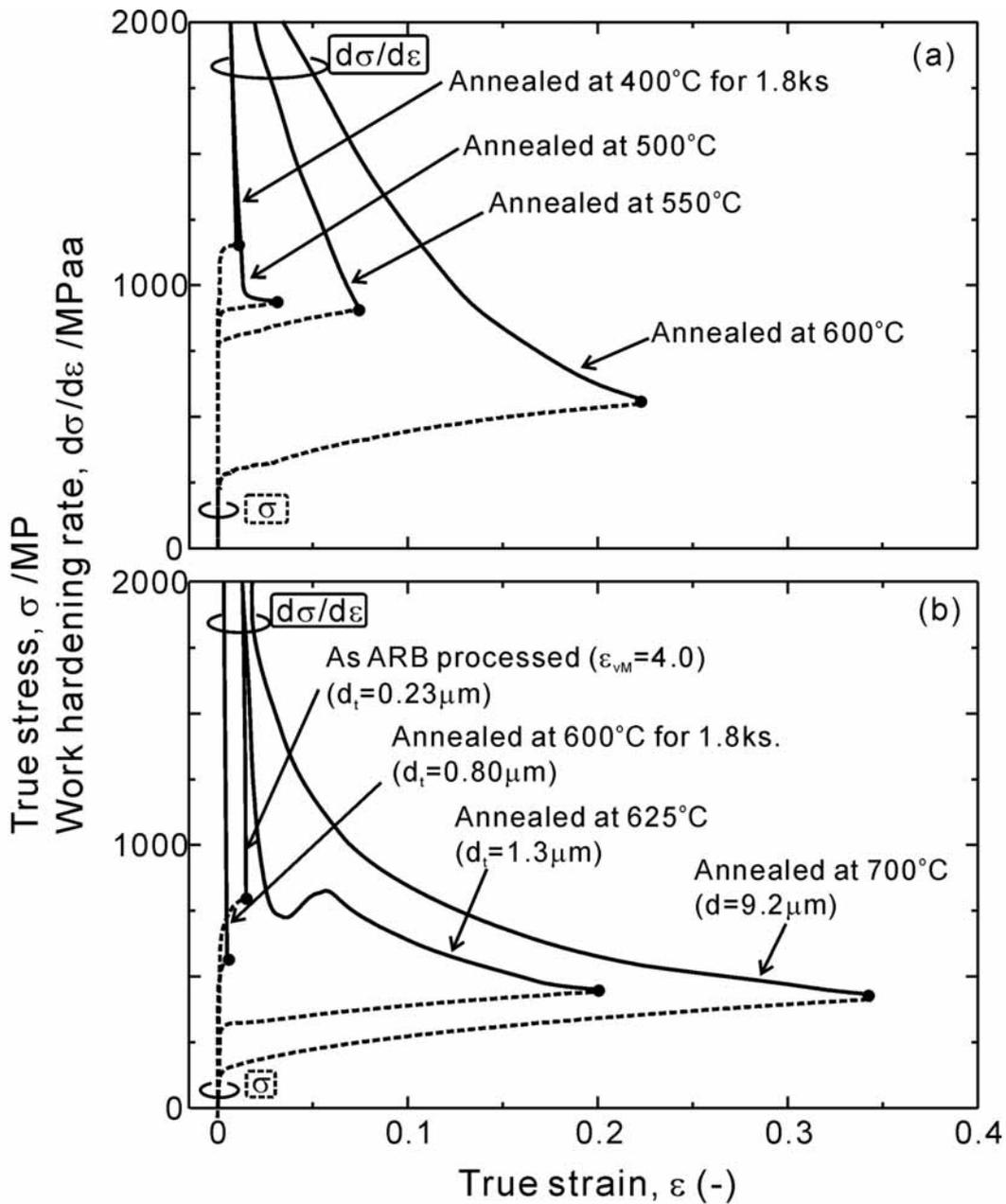


Fig.3.14 True stress - true strain curves and work hardening rate - true strain curves of the 0.13%C steels. (a) 50% cold-rolled ($\epsilon_{VM}=0.8$) and subsequently annealed with martensite strating microstructure, (b) IF steel ARB processed to an equivalent strain, (ϵ_{VM}) of 4.0 and subsequently annealed.

で 0.2% 以内の領域では、5000MPa から 7000MPa 程度の高い加工硬化率を示すものの、これらは急激に低下し、その後ひずみの増大とともに減少してゆく。625 で焼鈍された IF 鋼の ARB 材は、ひずみ 0.02 から 0.05 までで、極小値と極大値を示す。こうした特異な挙動を示す理由は明らかとなっていないが、平均粒径 $1\mu\text{m}$ 近傍の单相超微細粒材料で報告されている降伏点降

下現象の発現[1]と関連があるものと思われる。複相超微細粒組織を示した0.13% C 鋼の550 焼鈍材と、同じ強度を有するIF 鋼ARB 材を比較すると、同じひずみで比較した場合、複相超微細粒材の方が高い加工硬化率を示していた。単相超微細粒材料に比べて、複相超微細粒材料は、ひずみが増大しても大きな加工硬化率が保たれ、塑性不安定現象の発現が抑制されることが示された。

つぎに、複相超微細粒材が大きな加工硬化率を示した原因について考察する。マルテンサイトを出発組織とした圧延・温間域焼鈍により得られた複相超微細粒組織は、超微細フェライト粒の他に、均一に分散した炭化物、および焼戻マルテンサイト組織を有していた。まず、焼戻マルテンサイト組織が果たす延性向上への寄与について考える。第2章で述べたように、複相超微細粒組織中に観察される焼戻マルテンサイト組織は圧延材で観察されたKL 組織中のせん断帯を除く部分に対応すると考えられる。したがって、複相超微細粒組織中の焼戻マルテンサイトの占める割合は圧延材中のKL 組織の割合(面積率で7%)以下であると考えられる。ところで、フェライト・マルテンサイト組織からなるDual phase 鋼は、確かに強度・延性バランスに優れた実用鋼として知られているが、その場合のマルテンサイトの体積率は10-20%程度[7]であり、それと比べると、今回得られた複相超微細粒組織中のマルテンサイトの体積率は小さい。また、Dual phase 鋼の場合、母相は通常粒径のフェライト組織であり、降伏応力は300MPa-350MPa と低い[7]のに対して、ここで示した複相超微細粒組織の場合、超微細粒組織と焼戻マルテンサイトの複合組織であり、どちらも高強度を有する相からなる。すなわち、今回示した複相超微細粒組織とDual phase 鋼の組織は構成する相の特徴(強度・延性)が大きく異なるため、少なくとも、Dual phase 鋼と同様の延性向上のメカニズムにより、ここで示したような優れた強度-延性バランスを示したものは考えにくい。

加工硬化率上昇の観点から焼戻マルテンサイト組織以外に注目すべき組織は、超微細フェライト粒中に均一に分散した微細炭化物である。Fig.3.15 は、複相超微細粒組織を有する0.13% C 鋼(Fig.3.15(a))、ARB により製造された単相超微細粒組織を有する極低炭素 IF 鋼(Fig.3.15(b))、およびフェライト-パーライト組織を出発組織としてARB と焼鈍を施し、超微細粒組織とした0.13% C 鋼(Fig.3.15(c))の析出物の状況を示すTEM 組織である。図中で矢印をつけた部分に炭化物が観察される。複相超微細粒組織(Fig.3.15(a))中の炭化物は、超微細フェライト粒組織の粒界、粒内問わずに均一に分散していた。これは、出発組織であるマルテンサイトが炭素の過飽和固溶体であることによる。炭化物のサイズは20nm から200nm であり、体積率は1.8%であった。一方、ARB されたIF 鋼の組織(Fig.3.15(b))中に炭化物はほとんど観察されなかった。フェライト-パーライト組織を出発組織としてARB により得られた超微細粒組織(Fig.3.15(c))中の炭化物の大きさ(100nm-300nm)は、Fig.3.15(a)の場合よりも大きかった。さらに、炭化物は均一には分散せず、一直線上にそって分散している。Fig.3.16 には、0.13% C 鋼 ARB・焼鈍材の組織をさらに広範囲に示しているが、炭化物は一部に密集して観察される。この不均一の原因は、出発材がフ

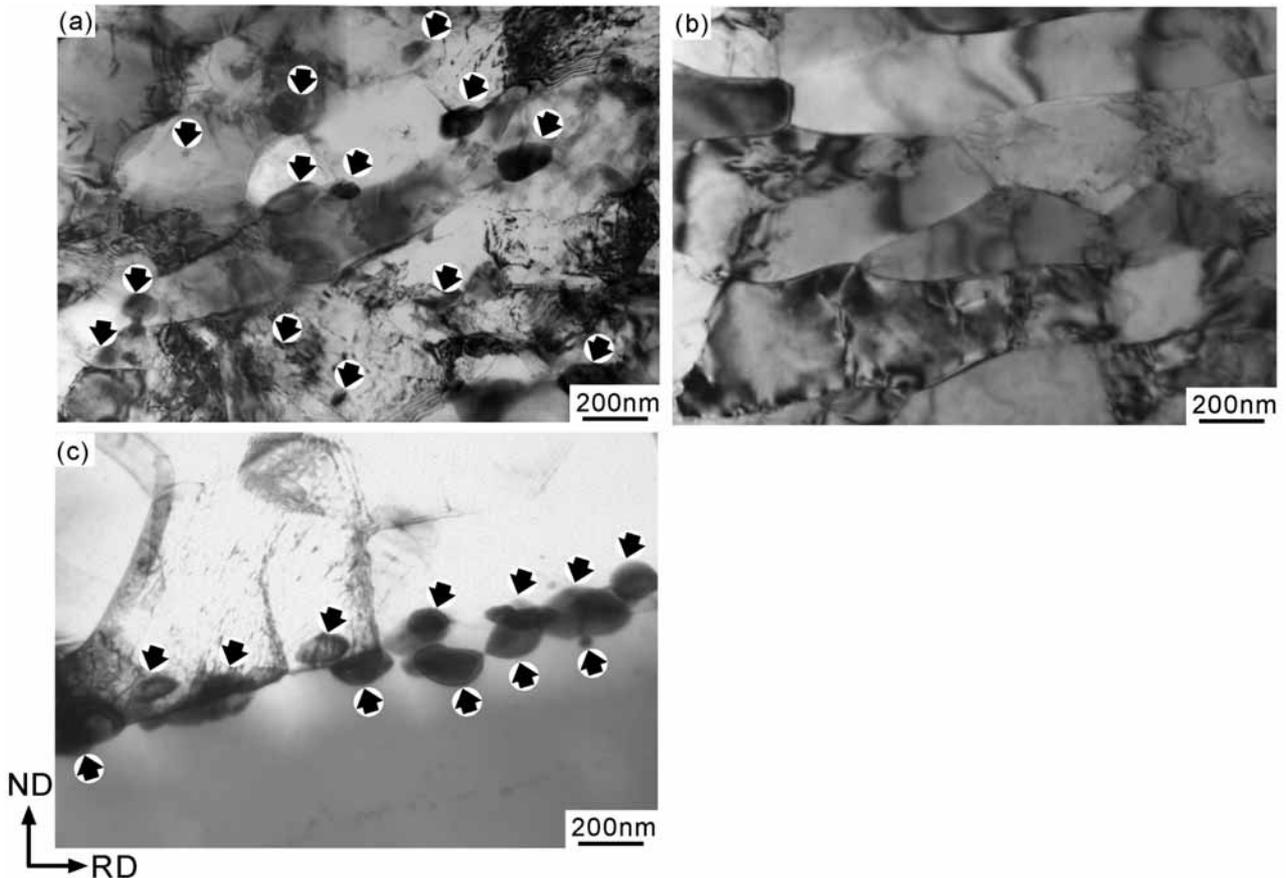


Fig.3.15 TEM microstructures of the 0.13%C steel 50% cold-rolled ($\epsilon_{\text{vM}}=0.8$) and annealed at 550°C for 1.8ks with martensite starting microstructure(a), the IF steel ARB processed at 500°C by 5 cycles ($\epsilon_{\text{vM}}=4.0$) (b) and the 0.13%C steel ARB processed at ambient temperature by 5 cycles (ϵ_{vM} of 4.0) and annealed at 540°C for 1.8k with ferrite-pearlite starting microstructure. Observed from TD.

フェライト・パーライト組織を有しており、必然的に炭化物がパーライト部に局在していたためである。以上のように、マルテンサイト組織を出発組織として得られた複相超微細粒組織と、フェライト単相、あるいはフェライト・パーライト組織を出発組織とした、強ひずみ加工により得られた超微細粒組織では、炭化物の分散状況は大きく異なり、マルテンサイトの加工・焼鈍材中には微細な炭化物が均一に分散している。

炭化物のような塑性変形しにくい分散粒子が存在すると、二次すべり系の活動が活性化されることが、Ashby[8]の研究により知られている。加工硬化は二次すべり系の活動により促進されることから、析出物が存在すれば、加工硬化率が大きくなる。従って、IF鋼ARB材に比べると、複相超微細粒材料の加工硬化率が大きくなった原因は、Ashbyの機構によるものと考えられる。彼の理論に従えば、半径 R の析出物が体積率 f だけ分散している場合の加工硬化率は、

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = K \sqrt{\frac{bf}{2R}} \cdot \frac{1}{\varepsilon} \quad (3.2)$$

となるとされている。ここで、 b はバーガースベクトル、 K は定数である。この式より、同じひずみで比べた場合、体積率が大きいほど、また分散粒子が小さいほど、加工硬化率は大きな値を示す。フェライト・パーライト組織を出発組織とした ARB・焼鈍プロセスで得られた超微細粒組織 (Fig.3.15(c)) 中の炭化物の体積率は、出発組織(2.2%)と同等であろう。一方、複相超微細粒組織 (Fig.3.15(a)) 中の炭化物の体積率は 1.8% であり、複相超微細粒材料と 0.13% C 鋼 ARB 材の炭化物の体積率は、殆ど変わらない。しかしながら、炭化物のサイズは 0.13% C 鋼 ARB 材の方が大きかった。また、0.13% C 鋼 ARB 材における炭化物はごく一部に局在化していたが、炭素の過飽和固溶体であるマルテンサイトを出発組織として得られる複相超微細粒材においては、炭化物は均一に分散していた。こうしたことから、複相超微細粒材料の方が 0.13% C 鋼 ARB 材よりもより加工硬化が促進され、塑性不安定現象の発現が後期まで抑制されて、より大きな均一伸びが得られたものと考えられる。このように、マルテンサイトを出発組織とした加工熱処理プロセスは、単に簡便に超微細粒組織を得られると言うだけでなく、微細炭化物を均一に分散させることができる結果、優れた強度・延性バランスをも得られることが明らかとなった。

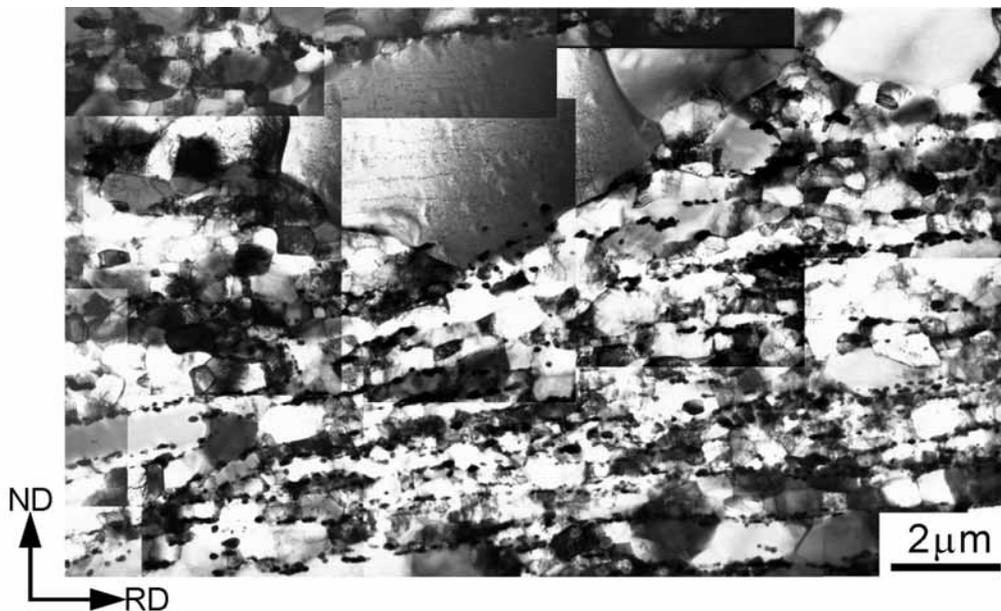


Fig.3.16 TEM microstructure of the 0.13% C steel ARB processed and annealed at 540°C for 1.8 ks. Starting microstructure was ferrite and pearlite. Observed from TD.

3.4.2 韌性

微小衝撃試験の結果、複相超微細粒組織を有する試料が室温のみならず低温でも優れた韌性を示した。室温衝撃試験の結果、マルテンサイトの冷間圧延材の破面 (Fig.3.8) はリバーパターンに特徴づけられる劈開破壊による脆性破面を示し、他の試験片 (焼入材 (マルテンサイト組織)、マルテンサイトの冷間圧延・焼鈍材 (複相超微細粒組織)) の破面はディンプルに特徴づけられる延性破面を示した。金属材料においては、転位が集積することにより、へき開クラックの発生源が生じることが知られている[9]。今回示した三種の材料のうち、最も転位密度が高い冷間圧延材は、そうした理由により劈開クラックが発生しやすく、脆性破壊を示したのであろう。焼入材と550 焼鈍材は、ともに延性破壊を示すものの、両者の荷重 変位曲線 (Fig.3.6) は大きく異なっていた。すなわち、550 焼鈍材は最大荷重に達した後、比較的緩やかに荷重が減少した。一方、焼入材においては最大荷重を示した後の荷重の減少が、550 焼鈍材と比較すると急激であった。また、破断に要した変位も焼入材の方が小さかった。複相超微細粒材が最大荷重に達した後も大きな荷重を示したこと、および破断に要する変位量が大きかった原因として、組織中にクラックの進展を障害する要因が存在したことが考えられる。焼鈍材は、平均粒径 180nm の超微細粒組織を有していた。また、マルテンサイトの冷延・焼鈍材は多数の微細炭化物も有していた。結晶粒界や析出物は、いずれも亀裂の進展を抑制する障害になりうると考えられる。特に、先に議論したように、析出物はマトリクスの加工硬化を促進するため、クラック先端近傍の塑性変形域の強度上昇をもたらし、クラック進展を抑制すると考えられる。こうした理由により、焼鈍材がもっとも良い韌性を示したものと考えられる。また、延性-脆性遷移温度に関しては、粒径の-1/2 乗に比例して、粒径が小さくなればなるほど、遷移温度が低くなることが知られている。焼鈍材における、低温韌性の向上も結晶粒超微細化のためであると考えられる。

3.5 結言

本章では、マルテンサイトの冷間圧延・温間焼鈍により得られる複相超微細粒組織の室温引張特性と韌性を明らかにした。得られた主な知見を以下に示す。

- (1) マルテンサイトを出発組織として圧下率 50% (相当ひずみ, $\epsilon_M=0.8$) の冷間圧延を施した 0.13% C 鋼は、引張強さで約 1.5GPa という高強度化を示すが、均一伸び、および全伸びは数%程度に限られていた。

- (2) 500 から 550 までの温間域の焼鈍により得られた複相超微細粒材は、引張強さ 900MPa 近傍の高強度を保ちつつ十分な均一伸び、及び全伸びを示した。
- (3) 微小衝撃試験の結果、複相超微細粒組織を有する 550 x1.8ks 焼鈍材が、優れた室温靱性（衝撃吸収エネルギー）を示すのみならず、-190 の低温でも延性破壊を示すことが明らかとなった。
- (4) 複相超微細粒材料が優れた強度-延性バランスを示した理由は、複相組織の成分の一つである均一に分散した炭化物により、超微細粒組織内の加工硬化が促進され、塑性不安定現象の発現が後期まで抑制されて、より大きな均一伸びが得られたものと考えられる。
- (5) 複相超微細粒組織が優れた靱性を示した理由は、複相超微細粒組織中の結晶粒界や析出物は、いずれも亀裂の進展を抑制する障害になりうると考えられる。特に、析出物はマトリクスの加工硬化を促進するため、亀裂先端近傍の塑性変形域の強度上昇をもたらし、クラック進展を抑制すると考えられる。

参考文献

- [1] N.Tsuji, Y.Ito, Y.Saito and Y.Minamino, Scripta Mater., 47(2002), 893.
- [2] Z.Horita, T.Fujinami, M.Nemoto and T.G.Langdon, Metall. Trans. A, 31A(2000), 691.
- [3] 三沢俊平, 高佐成樹, 中野善文, 安田功一, 鉄と鋼, 82(1996), 707.
- [4] A.Kimura, A.Koya, T.Morimura, T.Misawa, Mater. Sci. and Eng. A, A176(1994), 425.
- [5] G. Krauss, Mater. Sci. and Eng. A, A273-275 (1999), 40.
- [6] C.R.Brooks, A.Choudhury, "Metallurgical Failure Analysis", McGraw-Hill, (1993), (邦訳「金属の疲労と破壊 -破面観察と破損解析-」, 加納 誠, 菊地正紀, 町田賢司 訳, 内田老鶴圃, (2001).
- [7] Honeycome, R.W.K. and Bhadeshia H.K.D.H., "STEELS Microstructure and Properties", second edition, Edward Arnold, (1995).
- [8] M.F.Ashby, Phil. Mag., 14(1966), 1157.
- [9] 橋口隆吉, 近角聡信, 「結晶の強度」(材料科学講座3), 朝倉書店,(1968).

第4章 マルテンサイトの冷間圧延・焼鈍により得られる複相超微細粒鋼の特性に及ぼす圧下率の影響

4.1. 緒言

前章までに、0.13%C普通低炭素鋼のマルテンサイトを出発組織として、圧下率 50% ($v_M=0.8$) の冷間圧延と温間域での焼鈍による結晶粒超微細化を試みてきた。第2章では、50%冷間圧延材を温間域で焼鈍することにより、複相超微細粒組織が得られることを示した。また、第3章において、得られた複相超微細粒材料は優れた機械的性質を示すことも明らかにした。すなわち、今回提案したマルテンサイトを出発組織とする加工熱処理法は、低炭素鋼において優れた機械的性質を有する複相超微細粒組織を簡便に得られる優れた方法である。

しかしながら、前章までの結果は、全てプロセス中の冷間圧延率を 50% ($v_M=0.8$) として行ってきた。一般に、圧下率により加工組織は大きく変化し、さらに、焼鈍中の回復・再結晶挙動も圧下率の影響を大きく受けることはよく知られている[1]。また、焼鈍材の機械的性質も圧下率の影響を受けることが予想される。すなわち、今回提案したプロセスは、圧下率(ひずみ量)の観点からまだ最適化されたとは言えない。また、圧延圧下率(ひずみ量)が組織に及ぼす影響を明らかにすることは、本プロセスにおける超微細粒組織の形成機構を解明するためにも重要である。そこで本章では、マルテンサイトを出発組織として冷間圧延・焼鈍された低炭素鋼の組織と機械的性質(室温引張特性)に及ぼす圧下率(ひずみ)の影響を明らかにすることを目的として実験を行った。

4.2 実験方法

試料として、0.13%C鋼(JIS-SS400)の熱延板(サイズ:厚さ2mm×長さ200mm×幅25mm)を用いた。これは第2章および第3章で用いた試料と同じである。本章で行った加工・熱処理をFig.4.1に示す。受入材に対して、1000 x1.8ksのオーステナイト化熱処理後、水冷して組織をマルテンサイトとした。引き続き冷間圧延の圧下率は 25% ($v_M=0.3$)、50% ($v_M=0.3$)および

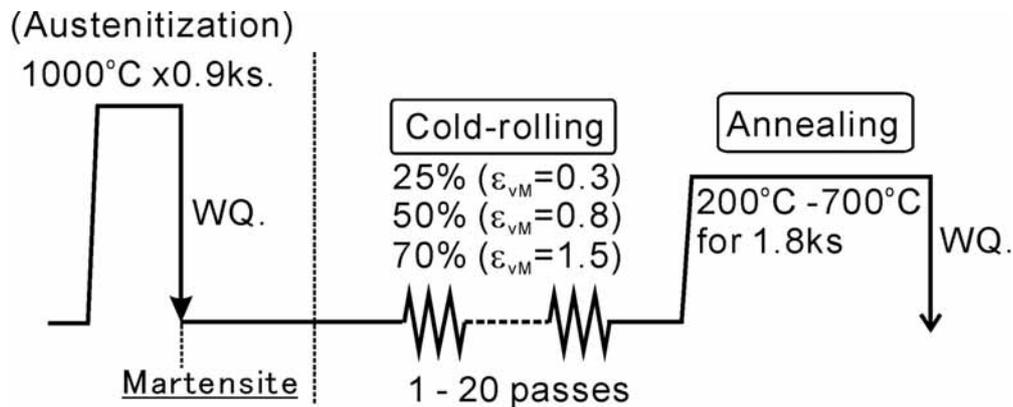


Fig.4.1 Thermomechanical history.

70% ($\epsilon_{VM}=0.3$)とし、それぞれ1パス、3パスおよび20パスにて行った。および冷間圧延を施された試料に対して、200 から 700 の種々の温度で焼鈍を行った。加工・熱処理条件は、圧延の圧下率を除けば、第2章および第3章で示したものと同一である。得られた各種試料に対して、組織観察と室温引張試験を施した。組織観察は、SEMとTEMを用いて行った。組織観察の詳細な方法は第2章の実験方法(2.2節)で述べた方法と同じである。また、室温引張試験は第3章の実験方法(3.2節)で示した方法により行った。

4.3 実験結果

4.3.1 圧延材の室温引張特性

Fig.4.2 は、受入材(フェライト・パーライト組織)、焼入材(マルテンサイト組織)および圧延材の公称応力-公称ひずみ曲線である。また、それぞれの材料の0.2%耐力、引張強さ、均一伸び、全伸びを相当圧下ひずみ(圧下率)の関数としてFig.4.3に示す。受入材、焼入材、および50% ($\epsilon_{VM}=0.8$)圧延材のデータは、Fig.3.4 およびFig.3.5で示したデータと同じものである。圧下率の増加とともに圧延材の強度は増大するが、均一伸び、および全伸びは、ともに減少した。70% ($\epsilon_{VM}=1.5$)圧延材の引張強さは1640MPaと受入材の約4倍の値を示した。圧延材の応力-ひずみ曲線の形状は、圧下率によらずにほぼ同じ形状を示した。すなわち、小さなひずみで最大応力に達し、その後くびれて破断した。これは、強ひずみ加工された单相超微細粒材料が示す応力-ひずみ曲線の形状と類似している[2]。

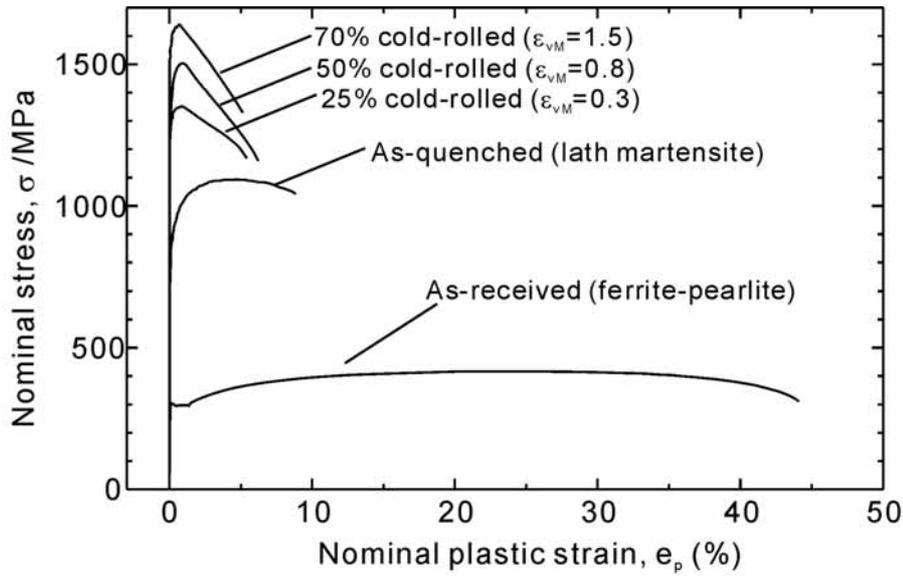


Fig.4.2 Nominal stress - nominal strain curves of the 0.13%C steel cold-rolled to a reduction of 25% ($\epsilon_{vM}=0.3$), 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) or 70% ($\epsilon_{vM}=1.5$). Starting microstructure was martensite. The data of the as-received (ferrite-pearlite) and the as-quenched (martensite) specimens are also shown in this figure.

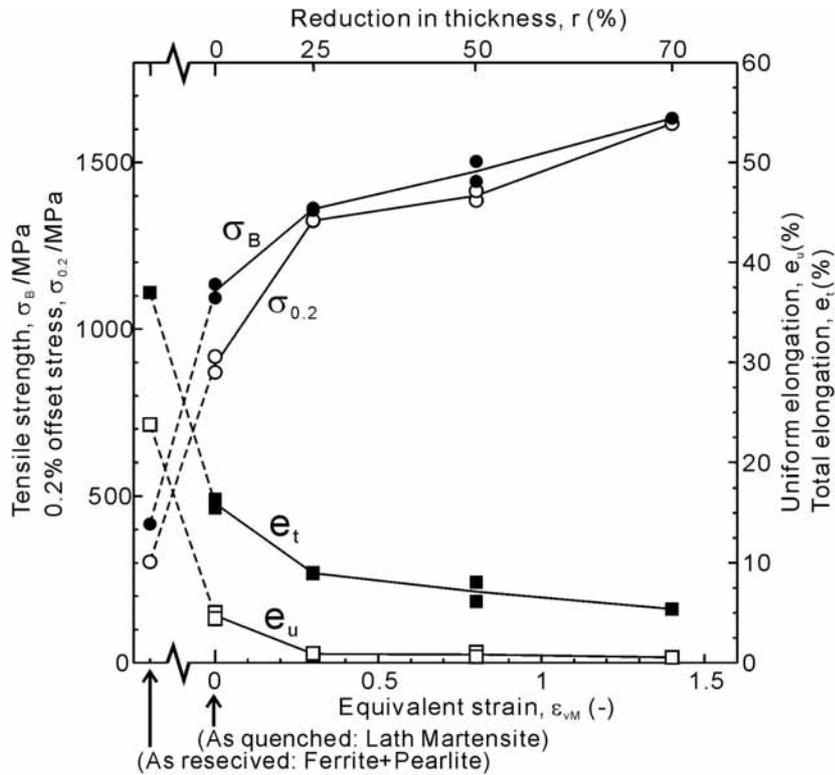


Fig.4.3 0.2% offset stress, tensile strength, uniform elongation and total elongation of the 0.13%C steel cold-rolled to various reductions. Starting microstructure was martensite.

4.3.2 圧延材の組織

Fig.4.4 には焼入材(a)、25% ($\epsilon_{VM}=0.3$)圧延材(b)、50% ($\epsilon_{VM}=0.8$)圧延材(c)、70% ($\epsilon_{VM}=1.5$)圧延材(d)のTD面SEM組織を示している。圧延方法(RD)、および板厚方向(ND)はそれぞれ、紙面上の水平方向とそれに垂直な方向に平行となっている。焼入材(Fig.4.3(a))は、ラスマルテンサイト組織を示した。50% ($\epsilon_{VM}=0.8$)圧延材のSEM観察において三種類の特徴的な組織が観察されることを、第2章で示した。すなわち、LDC(Lamellar Dislocation Cell)組織、IBL(Irregularly Bent Lamella)組織、およびKL(Kinked Lath)組織の三種類である。これらの組織は、25% ($\epsilon_{VM}=0.3$)圧延材(Fig.4.3(b))および70% ($\epsilon_{VM}=1.5$)圧延材(Fig.4.3(d))のSEM組織でも観察された。図中に示した記号M、LDC、IBLとKLはそれぞれ、ラスマルテンサイト組織、LDC組織、IBL組織、KL組織を示す領域を表している。IBL組織およびKL組織を示す領域の区分けは、形態の違いにより容易に行なわれた。一方で、LDC組織とラスマルテンサイト組織はともに

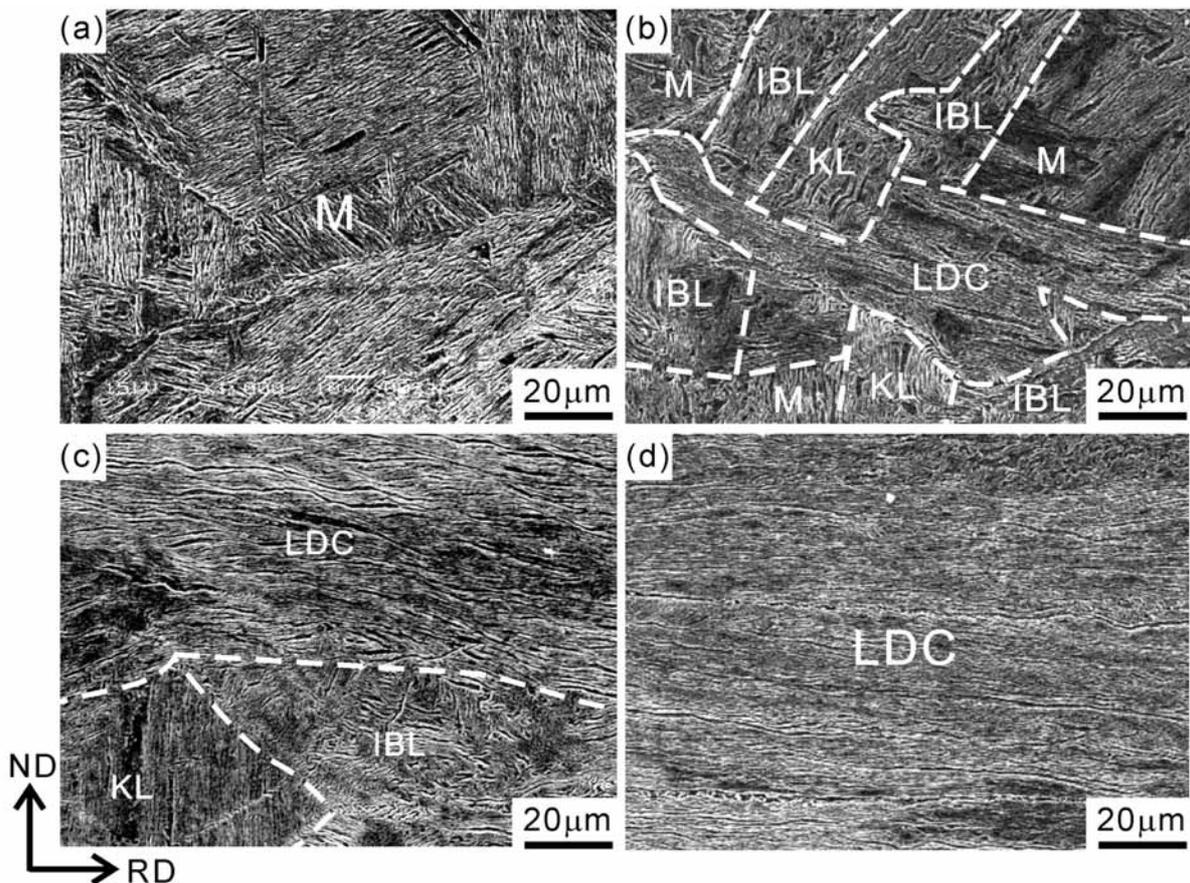


Fig.4.4 SEM microstructures of the 0.13% C steel quenched (a) and cold-rolled to a reduction of 25% ($\epsilon_{VM}=0.3$) (b), 50% ($\epsilon_{VM}=0.8$) (c) or 70% ($\epsilon_{VM}=1.5$) (d). Starting microstructure was martensite. Alphabetic characters indicate which type of microstructure is exhibited (M: lath martensite, LDC: lamellar dislocation cell, IBL: irregularly bent lath, KL: kinked lath).

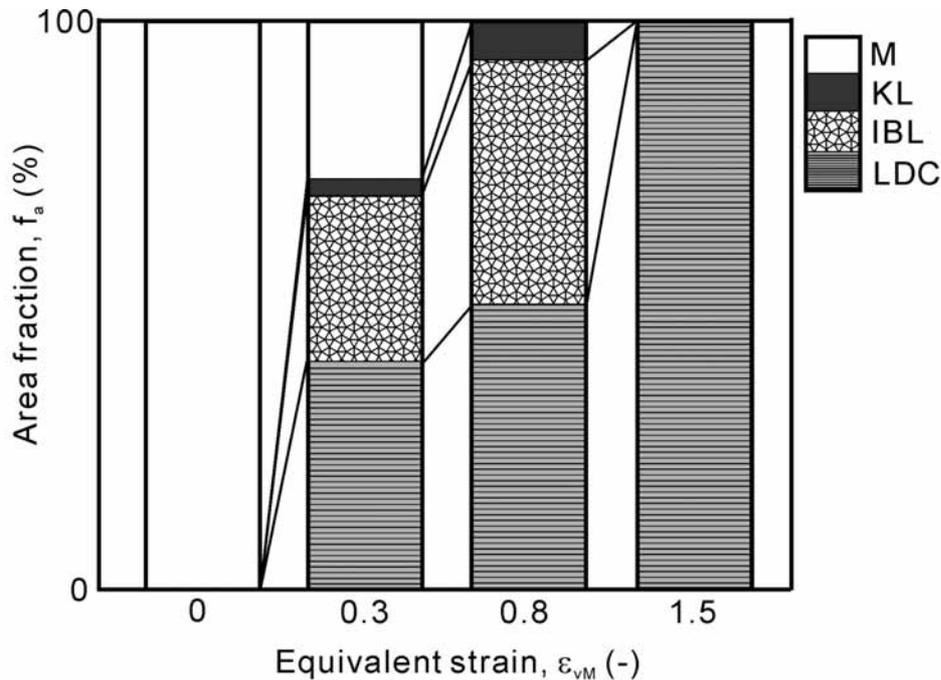


Fig.4.5 Fraction of the areas showing lamellar dislocation cells (LDCs), irregularly bent lath (IBL), kinked lath (KL) and lath martensite (M) in the 0.13%C steel cold-rolled to various reductions. Starting microstructure was martensite.

伸長組織であるため、組織の分類は伸長方向の違いにより行った。すなわち、伸長方向と圧延方向のなす傾きが 20 度以内であれば、LDC組織とし、それ以外であれば、ラスマルテンサイト組織とした。SEM組織より各組織を示す領域の面積率を求めた結果をFig.4.5 に示している。ラスマルテンサイト組織は圧下率 50% ($\epsilon_{VM}=0.8$) 以上では観察されなかった。一方でLDC組織の割合が圧下率の増大とともに増加してゆき、70% ($\epsilon_{VM}=1.5$) 圧延材ではほぼ全面がLDC組織を示した。すでに第2章において指摘したが、LDC組織はARB等により強ひずみ加工された金属材料において観察されるラメラ状組織[3-4]と類似した形態を示している。強ひずみ加工により得られたラメラ状組織は数多くの大角粒界から構成されるため[3-4]、超微細粒組織を得るための基本組織と考えられる。そのため、LDC組織は結晶粒超微細化にとって重要な組織である。したがって、25% ($\epsilon_{VM}=0.3$) 圧延材で、すでにLDC組織が発達していたことは、注目に値する。

Fig.4.6 には種々の圧下率の圧延材の TD 面 TEM 組織を示している。また、それぞれの組織から採取した SAD パターン(制限視野絞り径 1.6 μm)も示している。ここでは、いずれの圧下率の試料においても主要な変形組織である LDC 組織を示している。SAD パターンはいずれの場合も大きく弧を描いており、大きな局所方位差が存在することを示唆している。Fig.4.7 には、種々の圧下率の圧延材の LDC 組織中のラメラバウンダリの間隔を示している。圧下率の増大とともにラメラバウンダリの間隔は減少するが、減少の割合は圧下率の増大とともに 178nm(25%圧延材)、60nm(50%圧延材)、56nm(70%圧延材)と、小さくなっていった。

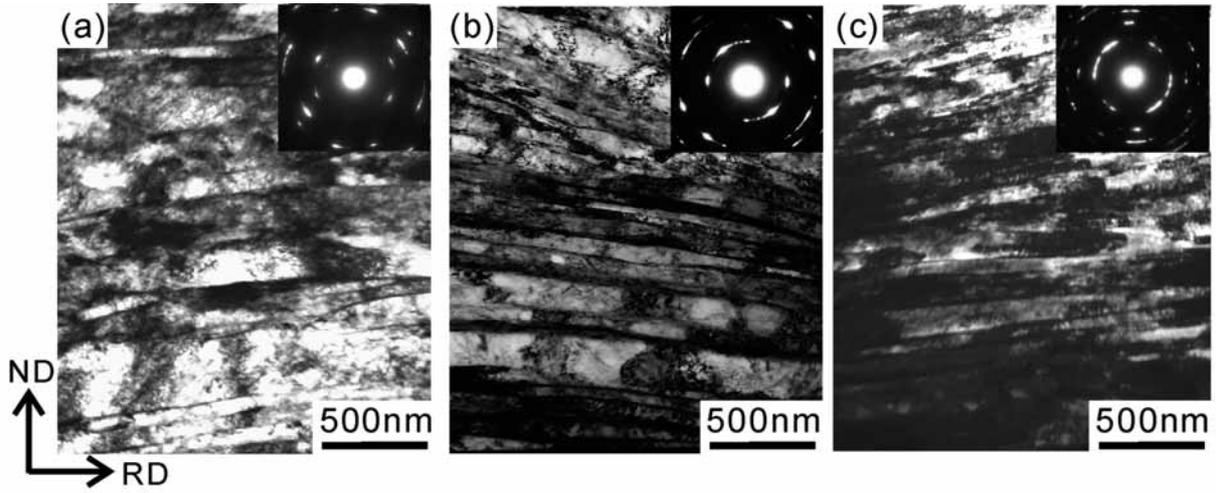


Fig.4.6 TEM microstructures and corresponding SAD patterns of the 0.13%C steel quenched (a) and cold-rolled to a reduction of 25% ($\epsilon_{vM}=0.3$) (b), 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) (c) or 70% ($\epsilon_{vM}=1.5$) (d). Starting microstructure was martensite.

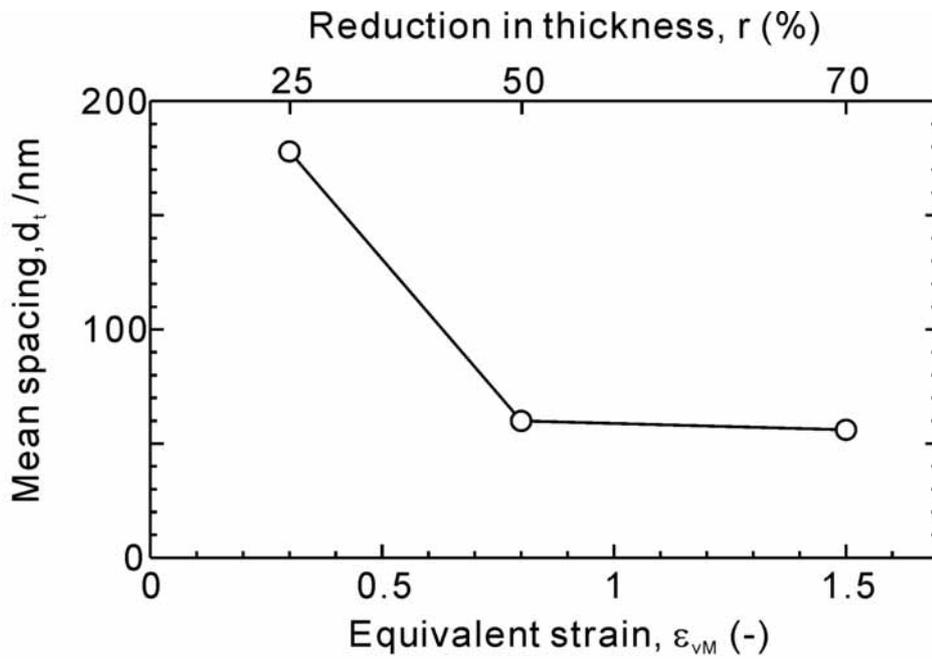


Fig.4.7 Mean spacing of the lamellar boundaries in the LDC structure of the 0.13%C steel cold-rolled to various strains. Starting microstructure was martensite.

4.3.3 焼鈍材の室温引張特性

Fig.4.8 には種々の压下率の圧延後、焼鈍された試料の公称応力-公称ひずみ曲線を示す。図には、压下率 0% ($\epsilon_{VM}=0$) 圧延・焼鈍材に相当する焼戻材の公称応力-公称ひずみ曲線 (Fig.4.8 (a)) も示している。図中の 50% 圧延・焼鈍材 (Fig.4.8(c)) のデータは、第 3 章で示したデータ (Fig.3.4) と同じものである。焼戻材の応力-ひずみ曲線は、焼戻温度が 400 以下の場合、焼入材と同様の形状を示した。すなわち、降伏点降下現象は認められず、また、マクロ降伏後は加工硬化を殆ど示さずに、小さなひずみで最大応力に達した。その後、公称応力は緩やかに減少し、破断に至った。焼戻温度の上昇とともに、強度が減少し、延性が回復する傾向を示し、700 焼戻材は、フェライト・パーライト組織を有する受入材とほぼ同じ挙動を示した。25% ($\epsilon_{VM}=0.3$) 圧延・焼鈍材 (Fig.4.8 (b))、および 50% ($\epsilon_{VM}=0.8$) 圧延・焼鈍材 (Fig.4.8 (c)) の場合、

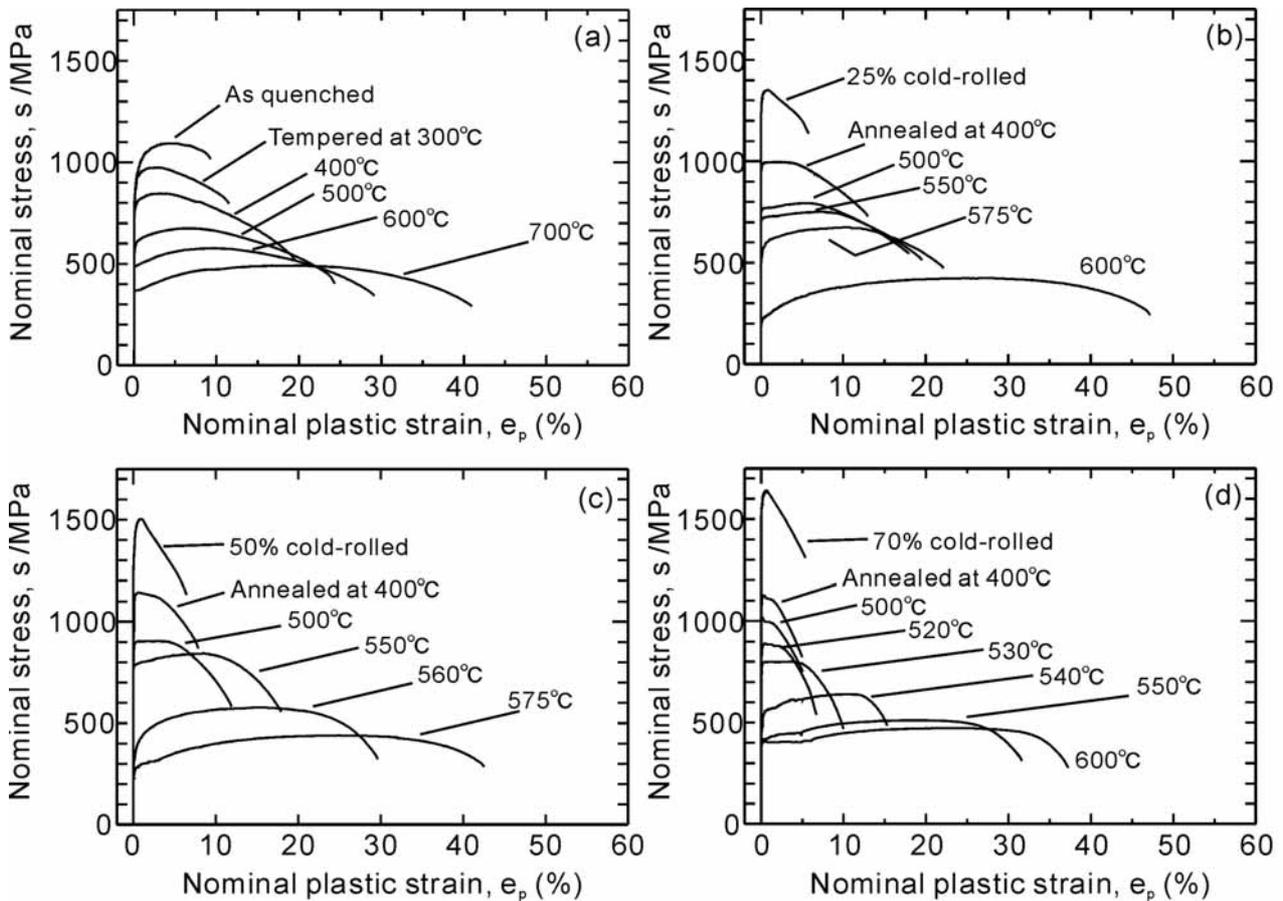


Fig.4.8 Nominal stress - nominal strain curves of the 0.13%C steel tempered at various temperatures for 1.8ks (a) or cold-rolled to a reduction of 25% ($\epsilon_{VM}=0.3$) (b), 50% ($\epsilon_{VM}=0.8$) (c) or 70% ($\epsilon_{VM}=1.5$) (d) and subsequently annealed at various temperatures for 1.8ks. Starting microstructure was martensite.

400 以下での焼鈍を施した試料の応力-ひずみ曲線は圧延材と同様の形状を示した。焼鈍温度の上昇とともに強度が減少し、伸びが回復してゆく。500 以上の温度での焼鈍により、応力-ひずみ曲線の形状は大きく変化した。すなわち、圧延材と比べると大きな加工硬化を示すようになり、それに伴い均一伸びも大きくなった。一方 70% ($\epsilon_{vM}=1.5$) 圧延・焼鈍材(Fig.4.8 (d))の場合、500 焼鈍材においても、圧延材の応力-ひずみ曲線とほぼ同様の形状を示し、大きな加工硬化を示し始めるには 540 以上の焼鈍が必要であった。また、圧延材と焼鈍材の両方において、圧下率の増大と共に局部伸びが減少する傾向が見られた。

焼鈍温度の変化に伴う強度(0.2%耐力、引張強さ)と伸び(均一伸びと全伸び)の変化を Fig.4.9 と Fig.4.10 に示す。図中には焼戻マルテンサイト(0%圧延材)のデータも示してある。いずれの圧下率の場合でも、冷間圧延・焼鈍材の 0.2%耐力と引張強さ(Fig.4.9)は、焼鈍温度が高くなる

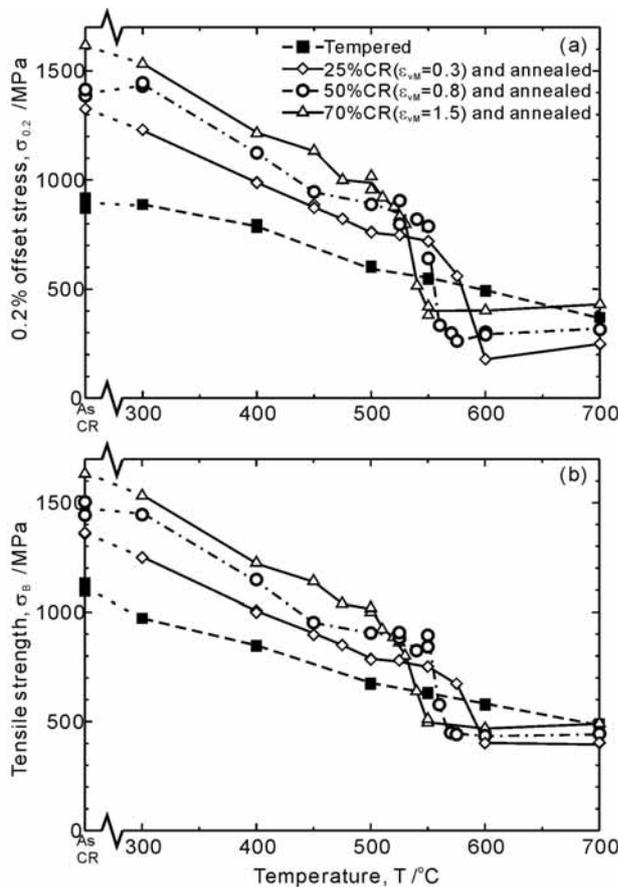


Fig.4.9 0.2% offset stress (a) and tensile strength (b) of the 0.13%C steel cold-rolled to a reduction of 25% ($\epsilon_{vM}=0.3$), 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) or 70% ($\epsilon_{vM}=1.5$) and subsequently annealed at various temperatures for 1.8ks. Starting microstructure was martensite.

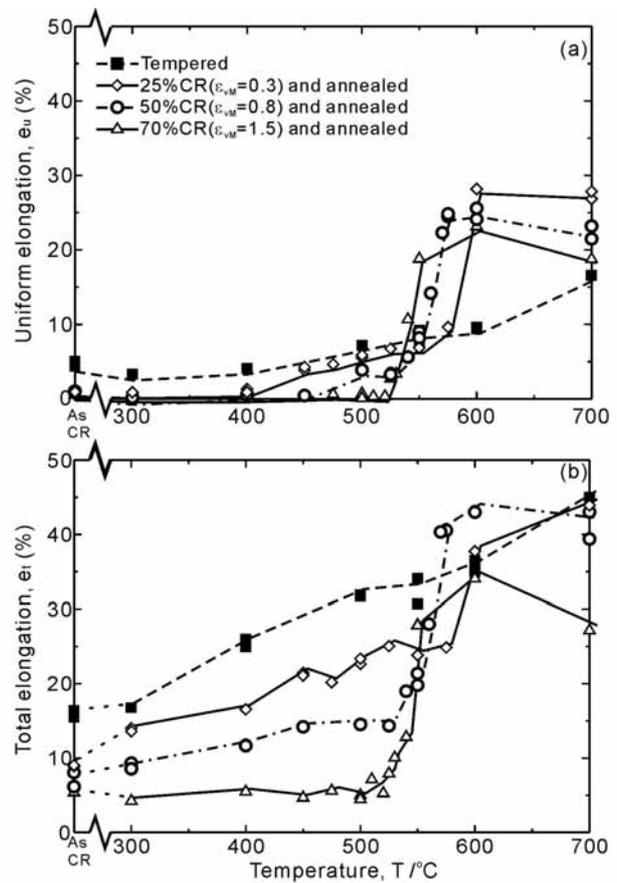


Fig.4.10 Uniform elongation(a) and total elongation (b) of the 0.13%C steel cold-rolled to a reduction of 25% ($\epsilon_{vM}=0.3$), 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) or 70% ($\epsilon_{vM}=1.5$) and subsequently annealed at various temperatures for 1.8ks. Starting microstructure was martensite.

につれ減少した。500 以下の焼鈍の場合、焼鈍温度の上昇に伴う強度の減少の割合(図中の曲線の傾き)は、圧下率に関わらず、ほぼ同程度であった。25%($v_M=0.3$)圧延・焼鈍材と50%($v_M=0.8$)圧延・焼鈍材では、500 から550 の温間域において、強度の減少がほぼ一定となり、さらに高い温度での焼鈍により強度が急激に減少した。一方で、70%($v_M=1.5$)圧延材では、強度の減少が停滞する温度範囲は認められず、540 焼鈍により強度が急激に減少した。強度が急激に減少する温度は、圧下率の増大とともに減少していた。一方で、均一伸びと全伸び(Fig.4.10(a,b))は、いずれの圧下率の場合でも、400 以下の焼鈍では殆ど回復を示さない。均一伸びに関しては、ある特定の温度以上の焼鈍により延性が回復し始め、それに伴い、全伸びも大きくなる。均一伸びの回復に必要な最低焼鈍温度は、圧下率の増大とともに上昇していた。すなわち、25%($v_M=0.3$)圧延材は450 以上の焼鈍で、50%($v_M=0.8$)圧延材では500 以上の焼鈍により均一伸びが回復した。70%($v_M=1.5$)圧延材では540 以上の焼鈍により均一伸びが大きく回復し始めたが、強度はすでに600MPa以下の値となっていた。

4.3.4 焼鈍材の組織

Fig.4.11 には、冷間圧延を行わずに焼戻した試料のTEM組織を示している。それぞれ、400 (a)、500 (b)、600 (c)各温度で1.8ks焼戻したものである。いずれも、典型的な焼戻マルテンサイト組織[5]を示した。焼戻温度の増大とともにラスバウンダリの間隔が大きくなり、また、ラス内部の転位密度が減少していた。また、焼戻材にはマルテンサイトラス内部やラス境界に炭化物の析出が認められるが、焼戻温度の増大に伴い、炭化物のサイズは大きくなっていった。

Fig.4.12 には、25%($v_M=0.3$, a-c)、50%($v_M=0.8$, d-f)、および70%($v_M=1.5$, g-i)圧延後、500 (a, d, g)、550 (b, e, h)、および600 (c, f, i)で1.8ks焼鈍された試料のTD面TEM組織を示している。50%圧延・焼鈍材の組織(d-f)は、Fig.2.6(第2章)ですでに示したものを再掲している。いずれの圧下率の場合でも、500 焼鈍により、ほぼ等軸形状の超微細フェライト粒が観察された。また、炭化物は均一に分散していた。25%($v_M=0.3$)圧延・焼鈍材(a)、および50%($v_M=0.8$)圧延・焼鈍材(d)では一部に焼戻マルテンサイトが観察されたが、70%圧延・500 焼鈍材では超微細粒組織しか観察されなかった。焼鈍材中の上記2種類の組織の割合は、圧延材の組織の違いと対応している。すなわち、25%($v_M=0.3$)または50%($v_M=0.8$)圧延材で観察されたKL組織が焼戻マルテンサイト組織となり、その他のLDC組織やIBL組織が温間域の焼鈍により超微細フェライト粒組織になったものと考えられる。すべての圧下率の圧延材において、高温での焼鈍により一部に粒径数 μm 以上に粗大化したフェライト粒が観察された。これらの粒は、再結晶粒であると考えられる。25%($v_M=0.3$)圧延材では、600 焼鈍材(c)において、再結晶粒が観察されるが、一部には超微細粒組織も残存していた。また、50%($v_M=0.8$)圧延材の場合

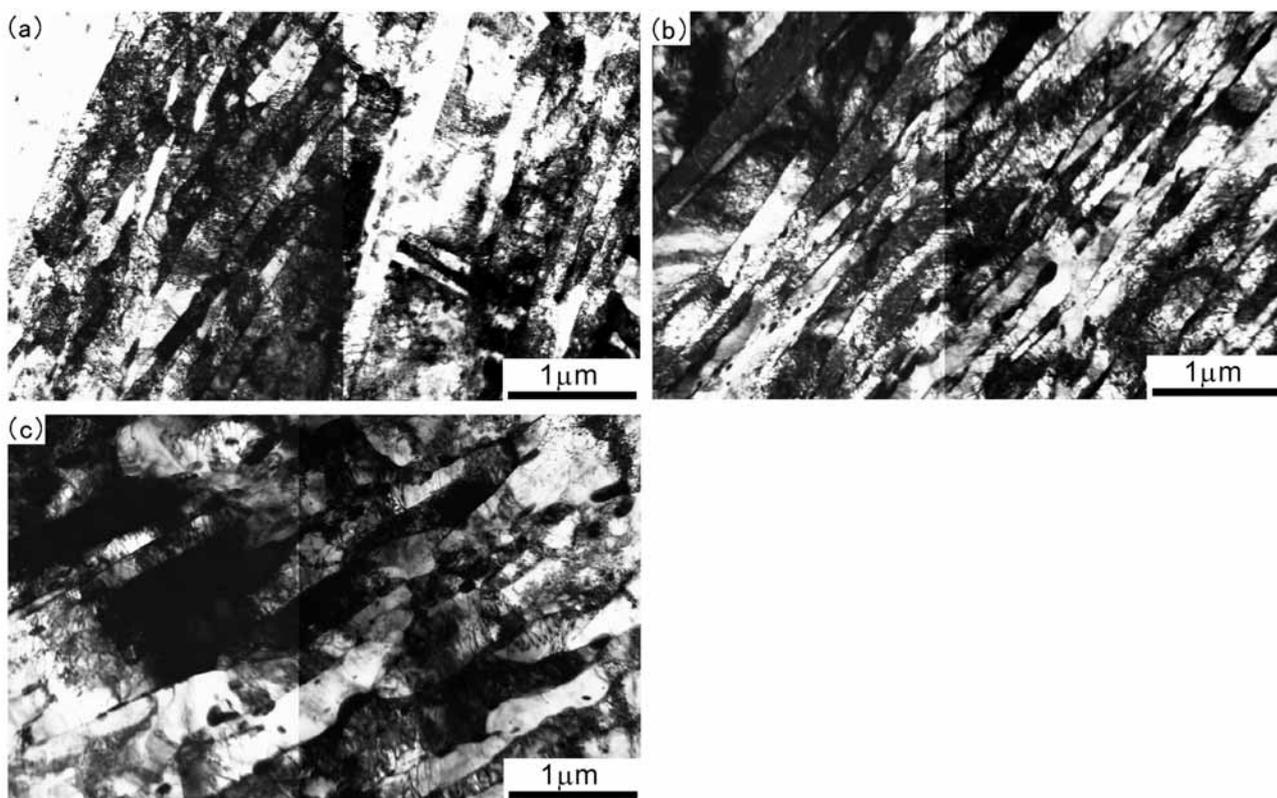


Fig.4.11 TEM microstructures of the 0.13% C steel quenched and tempered at 400°C(a), 500°C(b), or 600°C(c) for 1.8ks.

は、図中には示していないが、575 焼鈍材において、また、70% ($v_M=1.5$) 圧延材では 550 焼鈍材(h)において、再結晶粒が観察された。すなわち、粗大な再結晶粒が現れる温度は、圧下率の増加とともに低下した。

TEM観察で見られたように、焼鈍材には炭化物が均一に分散していた。これは、加工・熱処理の出発組織であるマルテンサイトが炭素の過飽和固溶体であることによる。Fig.4.13 には、550 x 1.8ks 焼鈍材、および種々の圧下率の圧延後、550 で 1.8ks 焼鈍された試料のSEM組織を示している。ここでは炭化物を観察するために、試料表面は電解研磨ままとしている。550 焼鈍材(a)の炭化物の形状は伸長した形状を有していたのに対して、種々の圧下率の圧延後焼鈍を施された試料(b,c,d)の炭化物は等軸形状を示した。ポイントカウンティング法により測定された炭化物の体積率は、焼鈍材で3.6%であったのに対して、焼鈍材では圧下率に関わらず3.8%と、ほぼ同じ値であった。一方で、SEM像により測られた炭化物の大きさは、25% ($v_M=0.3$) 圧延材が90nm, 50% ($v_M=0.8$) 圧延材および70% ($v_M=1.5$) 圧延材は100nmであり、圧下率の増大とともに、やや増加する傾向を示した。

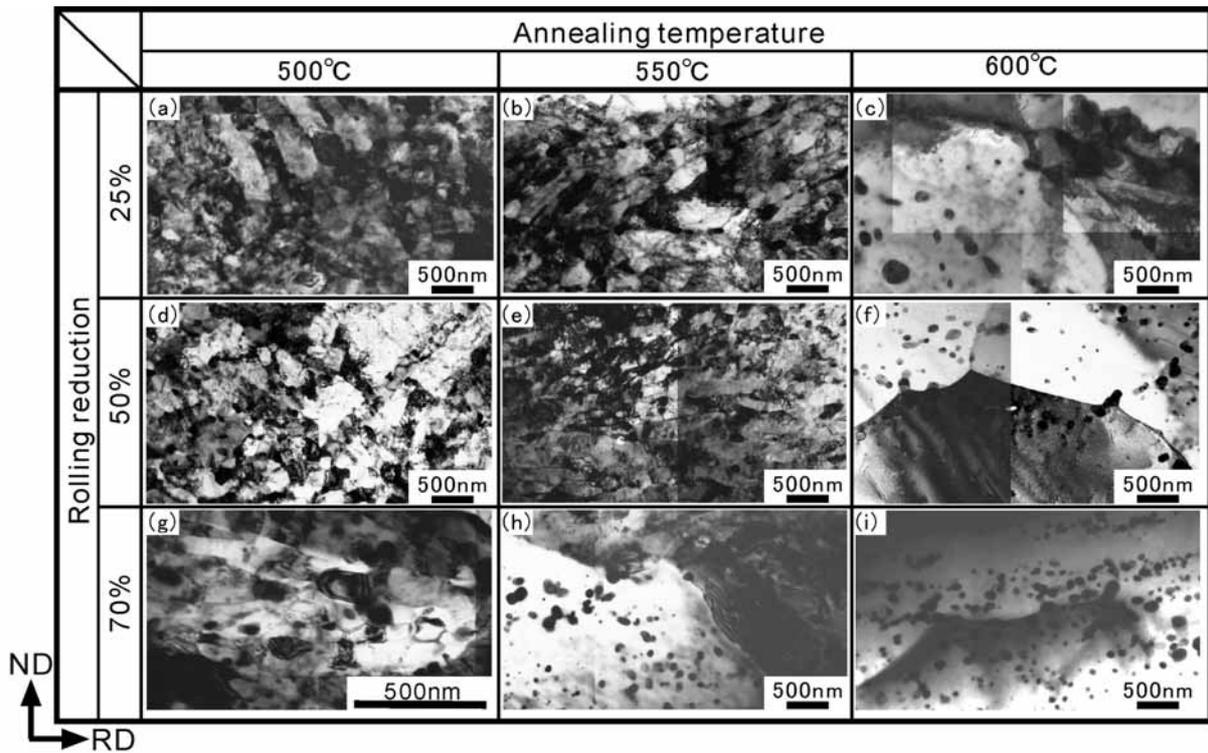


Fig.4.12 TEM microstructures of the 0.13% C steel cold rolled to a reduction of 25% ($\epsilon_{vM}=0.3$) (a-c), 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) (d-f), or 70% ($\epsilon_{vM}=1.5$) (g-i) and annealed at 500°C (a, d, g), 550°C (b, e, h), or 600°C (c, f, i) for 1.8ks. Starting microstructure was martensite. Observed from TD.

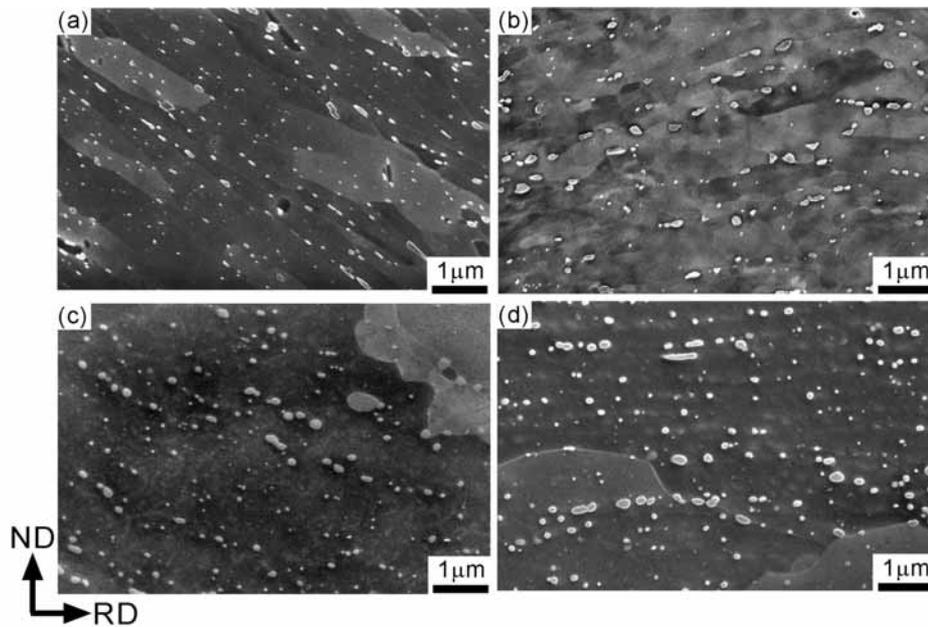


Fig.4.13 SEM microstructures of the 0.13% C steel tempered at 550°C for 1.8ks (a), or cold-rolled to a reduction of 25% ($\epsilon_{vM}=0.3$) (b), 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) (c) or 70% ($\epsilon_{vM}=1.5$) (d) and annealed at 550°C for 1.8ks. Starting microstructure was martensite. Observed from TD.

4.4 考察

本章では、マルテンサイトを出発組織として冷間圧延と焼鈍を施した低炭素鋼の、組織と室温引張特性に及ぼす圧下率の影響を明らかにした。圧下率の増大とともに、材料の強度が上昇した。組織に関しては、圧下率の増大とともに、LDC 組織を示す面積率が増大し、また LDC 組織を構成するラメラバウンダリの平均間隔も減少した。焼鈍により、強度は減少し伸びは回復してゆくが、25%および50%圧延材では、500 から550 焼鈍により、強度を保ちつつ延性が回復した。また、そうした温間域の焼鈍で、超微細粒組織が形成された。さらに高温での焼鈍により、不連続再結晶が生じた。再結晶粒の生じる温度は圧下率の増大とともに低下した。

前章でも述べたように、超微細粒材料は構造用材料としての応用が期待されるが、構造用材料にとっては、強度-延性バランスに優れていることが、しばしば要求される。ここでは、マルテンサイトを出発組織として冷間圧延・焼鈍を施した低炭素鋼の強度-延性バランスに及ぼす圧下率の影響について、前節で得られたデータをもとに考察する。

Fig.4.14 には、低炭素鋼マルテンサイトの冷間圧延・焼鈍材の均一伸びと全伸びの関係、すなわち、強度-延性バランスを示している。図中には焼戻した試料のデータも示している。焼入・焼戻材の均一伸びは、焼入ままのデータを除けばすべて、同じ引張強さを有する圧延・焼鈍材の均一伸びよりも低い値を示した。圧下率に関わらず、1GPa以上の引張強さを有する圧延・焼鈍材の均一伸びは、数%未満と非常に小さかった。引張強さが900MPa近傍で、均一伸びが急激に回復する。特に、50%($v_M=0.8$)冷間圧延材は、均一伸びが10%程度まで回復しており、700MPaから900MPaまでは50%($v_M=0.8$)圧延・焼鈍材が最も大きな延性を示す。したがって、50%圧延・焼鈍材が最も良い強度-延性バランスを示すということが出来るであろう。しかしながら、もし、強度のみが必要であるのなら、出来るだけ高い圧下率により、高強度化を達成することが出来る。また、高強度を保ちつつ、焼戻材よりも大きな伸びを有する材料を得るためには、50%($v_M=0.8$)近傍の中程度の圧下率の冷間圧延と温間域の焼鈍による強度上昇が有効である。さらに、大きな高強度を必要とせずに、延性が必要である場合は25%($v_M=0.3$)圧延のような小さな圧下率のみで十分達成される。ところで、1100MPaの引張強さを示す焼入材は冷間圧延・焼鈍材よりも優れた強度を有していたが、第3章で示したように、室温韌性および低温韌性に関しては、圧延・焼鈍材の方が優れていた。したがって、韌性まで考慮すると、優れた機械的性質を示す材料を得る加工熱処理として、単純な焼入・焼戻プロセスよりも、本研究で示しているプロセスの方が優れていると考えられる。

次に、中間の圧下率(50%、 $v_M=0.8$)を施した試料が、900MPa近傍の強度で最も大きな均一伸びを示した理由を考察する。引張強さに関しては、Fig.4.9 で示したように、ある特定の温度以上の焼鈍により強度が急激に減少する。引張強さが急激に減少した温度は、25%圧延材、50%

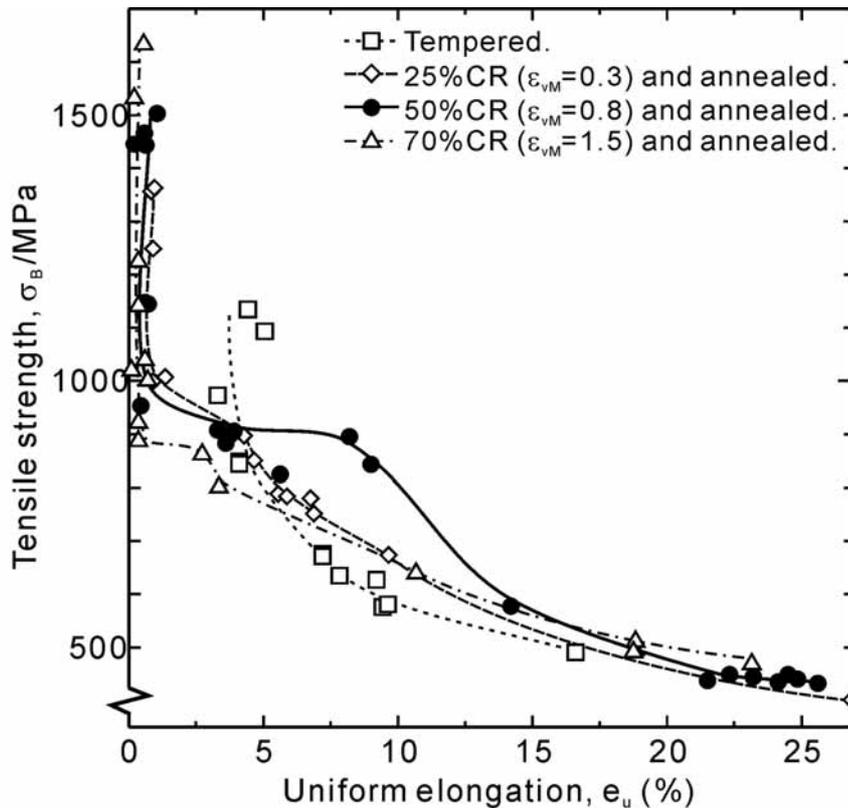


Fig.4.14 Relationship between the tensile strength and the uniform elongation of the 0.13%C steel cold-rolled and annealed. Starting microstructure was martensite.

圧延材、および 70% 圧延材でそれぞれ、600、560、および 540 であり、圧下率の増大とともに減少していた。一方で、焼鈍材の組織観察により、ある温度以上で焼鈍すると、再結晶が生じることが分かった。焼鈍材の TEM 観察の結果に基づいて描いた焼鈍時の組織変化を表す模式図を Fig.4.15 に示す。再結晶粒の生じる温度(再結晶温度)は、圧下率の上昇によりやはり低下し、25% ($\epsilon_{vM}=0.3$) 圧延材、50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) 圧延材、および 70% ($\epsilon_{vM}=1.5$) 圧延材でそれぞれ、600、575、および 550 であった。すなわち、焼鈍による強度の大幅な低下は、再結晶の発現によるものである。

圧下率の増加と共に、再結晶温度が低下することは良く知られている[1]。また、析出物が再結晶の核の成長を抑制することも知られている[1]。今回得られた組織中には、炭化物が均一に分散していた。析出物による粒界移動のピン止め力 P は Zener[1]によると、次式で算出される。

$$P = \frac{3f\gamma_b}{d} \quad (3)$$

ここで、 f と d は、それぞれ、析出物の体積率と直径、 γ_b は母相の粒界エネルギーである。この式より、析出物の大きさが小さいほど、また、析出物の体積率が大きいほど、粒界移動に対するピ

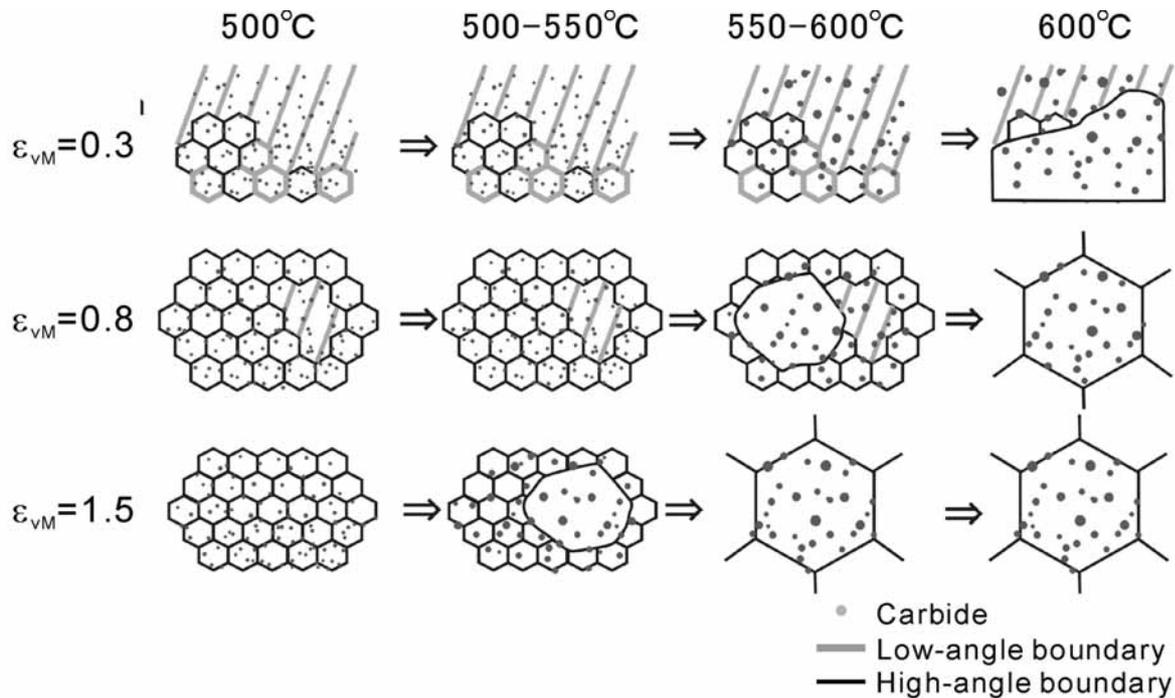


Fig.4.15 Schematic illustration exhibiting the microstructural change during annealing of the 0.13% C steel cold-rolled to various reductions. Starting microstructure was martensite.

ン止め力は大きくなるのが分かる。今回得られた結果では、Fig.4.10 で示したように、同じ焼鈍条件で比較した場合、圧下率が増大しても、析出物の体積率はほとんど変化しなかった。一方、析出物の大きさは、圧下率の増大に伴いやや大きくなっていった。したがって、圧下率の増大とともに、析出物のピン止め力は若干減少すると考えられる。再結晶の発現条件(温度・時間)は、塑性変形により与えられた再結晶の駆動力と析出物によるピン止め力の兼ね合いで決まる。そのため、焼鈍時に炭化物が均一微細に析出するマルテンサイトの圧延・焼鈍材では、単相材料の場合よりも再結晶の開始が抑制される。再結晶の駆動力は塑性変形により導入された欠陥に基づく蓄積エネルギーであり、一般に、圧下率の増大とともに増加する。また、上記のように圧下率の増大によりピン止め力もやや小さくなるため、再結晶温度は低下するものと考えられる。

今回の試料において、再結晶温度と強度が急激に減少し始める温度は一致していた。したがって 70% ($\epsilon_{vM}=1.5$) 冷間圧延材の場合、再結晶が 550 という非常に低い温度で生じるため、延性が回復する前に強度が大幅に低下し、強度-延性バランスを保てなかったものと考えられる。一方、25% ($\epsilon_{vM}=0.3$) 圧延材の場合、低温での再結晶による強度の大幅な低下は起こらなかったものの、冷間圧延による高強度化が不十分であったため、50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) 圧延の場合よりも、高強度を達成することが出来なかった。その結果、中間の圧下率である 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) 圧延材が最も優れた強度-延性バランスを示したものと考えられる。

Fig.4.16 には、全伸びと引張強さの関係を示している。70% ($\epsilon_{vM}=1.5$) 圧延・焼鈍材を除けば、マルテンサイトの冷間圧延・焼鈍材と、焼戻材との間に大きな差が見られない。また、70% 圧延・

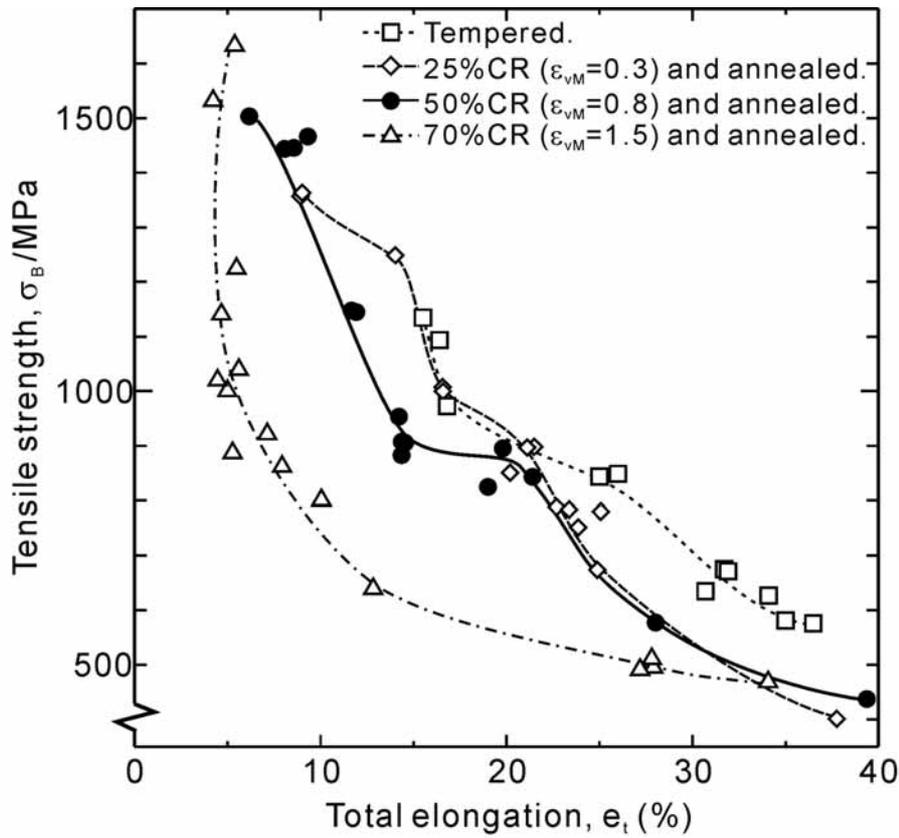


Fig.4.16 Relationship between the tensile strength and the total elongation of the 0.13%C steel cold-rolled and annealed. Starting microstructure was martensite.

焼鈍材は、他のものと比べると、どの強度においても、全伸びが小さい。全伸びがこのような傾向を示す理由については、現時点では明らかとなっていない。

以上より、引張強さ 均一伸びで強度 延性バランスを評価する場合は、圧下率 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) が強度 延性バランスに優れた材料を得るのに最も適しており、一方で、引張強さ 全伸びのバランスでは、50% ($\epsilon_{vM}=0.8$)未満の圧下率であれば、大きな違いはなかった。こうした結果は、得られた使用用途に応じて、評価が分かれるところと思われる。一般に均一伸びは製品設計や二次加工性の指標として非常に重要である。従って、引張強さ 均一伸びで強度 延性バランスを評価するならば、中間の圧下率である 50%冷間圧延・焼鈍材がもっとも優れた強度-延性バランスを示すと結論づけることができる。

4.5 結言

本章では、マルテンサイトの冷間圧延・温間焼鈍により得られる材料の組織と室温引張特性に及ぼす圧下率の影響を明らかにした。得られた知見を以下に列挙する。

- (1) マルテンサイトを出発組織とした場合、圧下率の増大とともに、著しい高強度化が達成される。70% ($v_M=1.5$) 圧延材の引張強さは、受入材(フェライト・パーライト組織)の約4倍の1.6GPaに達する。ただし、圧延材の伸びは均一伸びで数%程度と非常に小さくなる。
- (2) 圧延材には、3種類の特徴的な組織が観察されるが、圧下率に関わらず、主な組織はラメラ状転位セル組織(LDC組織)である。圧下率の増大に伴い、LDC組織の割合が増大してゆき、70% ($v_M=1.5$) 圧延材ではほぼ全面がLDC組織となった。またLDC組織を構成するラメラバウンダリの間隔は、圧下率の増大とともに減少し、70%圧延で56nmまで微細となった。
- (3) 圧下率25% ($v_M=0.3$)、または圧下率50% ($v_M=0.8$)の圧延を施した場合、高い強度を保ちつつ十分な延性が回復する焼鈍条件を、温間域に見出すことができる。一方で、70% ($v_M=1.5$) 圧延材では、低温焼鈍で強度が大きく低下し、強度と延性を両立させるような焼鈍条件を見出すことは困難であった。
- (4) いずれの圧下率の圧延を行った場合でも、500 x 1.8ks 焼鈍により超微細粒組織が得られた。さらに高温で焼鈍すると、粒径数 μm にまで粗大化した再結晶粒が生じるが、再結晶温度は圧下率の増大とともに低下した。また、再結晶温度と強度が大幅に低下する温度は良い一致を示した。
- (5) 均一伸びで延性を評価した場合、強度-延性バランスは中間の圧下率である50%冷間圧延・焼鈍材が最も優れていた。これは、70%冷間圧延材の場合は、延性が回復する前に低温で不連続再結晶粒が生じるため、また25%圧延材の場合は冷間圧延における強度の上昇が不十分であったためであると考えられる。

参考文献

- [1] F.J.Humphreys and M.Hatherly, "Recrystallization and Related Annealing Phenomena", Pergamon Press, (1995).

- [2] N.Tsuji, Y.Ito, Y.Saito and Y.Minamino, *Scripta Mater.*, 47(2002), 893.
- [3] Q.Liu, X.Huang, D.J.Lloyd and N.Hansen, *Acta Mater.*, 50(2002), 3789.
- [4] N.Hansen, D.Juul Jensen, *Phil. Trans. R. Soc. Lond.*, A357(1999), 1447.
- [5] R.W.K.Honetcombe and H.K.D.H.Bhadeshia, "Steels -Microstructure and properties", 2nd edition, Edward Arnold, (1995).

第5章 炭素鋼マルテンサイトの冷間圧延・焼鈍による組織の形成過程と機械的性質に及ぼす含有炭素量の影響

5.1. 緒言

前章までに、0.13% C鋼(JIS-S S400)のマルテンサイト組織を出発組織とすれば、通常の圧下率(25%から70%)の冷間圧延と500 近傍の温間域焼鈍により、超微細フェライト粒、焼戻マルテンサイトおよび均一に分散した炭化物から構成される複相超微細粒組織が形成されることが明らかとなった。また、複相超微細粒組織を有する0.13% C鋼は、強度-延性バランスと靱性を兼ね備えた優れた機械的性質を示した。特に、圧下率50%の圧延と550 x1.8ks 焼鈍を施した0.13% C鋼は、引張強さ870MPa、均一伸び9%と優れた強度-延性バランスを示すことが明らかとなった。

第3章で述べたように、本研究で提案したプロセスでは、出発組織のマルテンサイトが炭素の過飽和固溶体であるため、焼鈍材には微細な炭化物が均一に分散析出していた。そのため、組成不安定現象発現が抑制され、優れた強度-延性バランスを示した。そこで、試料の含有炭素量を増加させ、微細な炭化物の体積率を増大させれば、さらに優れた強度-延性バランスを有する材料が得られる可能性がある。また、第1章で述べた様に、マルテンサイト組織は(1)一種の微細粒組織、(2)複雑な組織形状、(3)高い転位密度、および(4)炭素の過飽和固溶体であることの4点の特徴を有するが、炭素量を変化させると、少なくとも固溶炭素濃度と転位密度が変化することが知られており[1-2]、プロセス中の組織の発達過程が変化する可能性も考えられる。

本章では、種々の含有炭素量を含む鋼に対して、マルテンサイトの冷間圧延・焼鈍プロセスを施し、得られた組織と機械的性質に及ぼす含有炭素量の影響を明らかにすることを目的とした。

5.2 実験方法

試料としてTable 5.1 に示したIF鋼、0.04% C鋼、0.09% C鋼および0.20% C鋼の4種類の炭素量の異なる熱延板(サイズ:厚さ5mm×長さ300mm×幅40mm)を用いた。ここでIF鋼とは、侵入型固溶元素である炭素・窒素の含有量を極力減らした上、炭窒化物形成傾向の強い元素であるTi

やNbを添加して、炭素と窒素を炭化物、窒化物として固定することにより、固溶炭素・窒素を実質的になくした(interstitial free (IF)化)鋼である。固溶炭素が無い場合の組織と機械的性質の変化を明らかにするため、IF鋼を用いた。本研究では、Tiのみを添加したIF鋼をベースとしたが、炭素量の少ない鋼は焼き入れ性が極めて低く、マルテンサイトとを得ることが困難である。そこで、焼き入れ性を向上させる合金元素として知られているB[3]も添加した。すべての試料に対して圧下率60%の冷間圧延を施して、板厚を2mmとした後に、Fig.5.1に示した加工熱処理を施した。まずはじめに、マルテンサイト組織を得るために、Table 5.2に示したオーステナイト化熱処理および焼入を行った。その結果、IF鋼においても、マルテンサイト組織と同じ特徴を有する組織を得ることができた。焼入は塩氷水(-10 から-15)を用いて行った。得られた焼入材に対して、圧下率50% ($v_M=0.8$)の冷間圧延を施した。圧延の詳細な方法は第2章と同様である。圧延後、300 から 700 の種々の温度で 1.8ks圧延材を焼鈍した。得られた試料に対して、組織観察と室温引張試験を行った。組織観察は、顕微鏡とSEM、TEMを用いて行った。組織観察の方法は第2章に示した実験方法(2.2 節)と同様であり、TD面を観察面とした。ただし、0.20%C鋼圧延材に対しては、電界放出型(FE)-TEM(Phillips社製CM200-FEG)を用いて、組織観察およびTEM/Kikuchi線回折による局所結晶方位測定も併せて行った。また、焼入材および焼鈍材に対して、SEM/EBSD(Electron Back Scattering Diffraction)[4]測定を行い、局所方位測定を行った。EBSD測定は、FE-SEM(Phillips社製XL30S-FEG)を用いて、加速電圧 20kVにて行った。焼入材の場合には、10000 μm^2 以上の領域に対して、測定ピッチ 0.05 μm から 1 μm で方位マッピングを行った。また、260 μm^2 以上の領域(13 $\mu\text{m} \times 130 \mu\text{m}$)に対して、測定ピッチ 20nmにて測定を行った。

Table.5.1 Chemical compositions of the steels studied.(wt%)

	C	N	Si	Mn	P	S	B	Ti	sol.Al	Fe
IF steel	0.0026	0.0024	<0.01	0.14	0.008	0.005	0.0024	0.046	0.015	bal.
0.04%C	0.042	-	0.18	0.35	0.16	0.009	-	-	0.19	bal.
0.09%C	0.09	0.0061	0.18	0.35	0.008	0.011	-	-	0.019	bal.
0.20%C	0.195	-	0.19	0.35	0.016	0.01	-	-	0.021	bal.

Table 5.2. Conditions for Austenitization and quenching.

Specimen	Condition for austenitization and quenching
IF steel	(1) 975°C x 0.6ks IBQ
	(2) 1000°C x 1.8ks IBQ
0.04%C	1000°C x 1.8ks IBQ
0.09%C	1000°C x 1.8ks IBQ
0.20%C	1200°C x 1.8ks IBQ

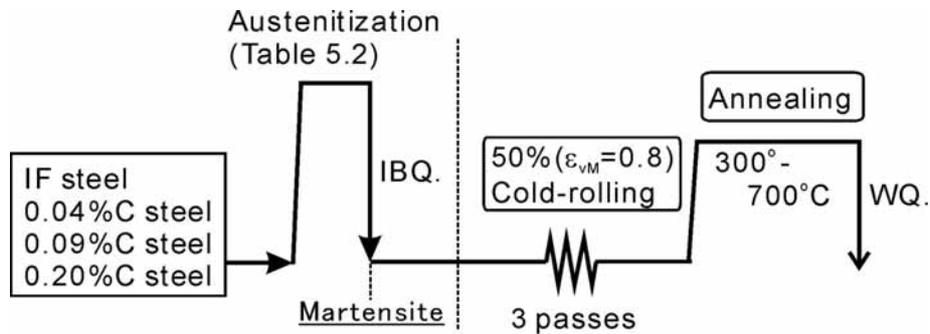


Fig.5.1 Thermomechanical history.

5.3 実験結果および考察

5.3.1 焼入材の組織および室温引張特性

はじめにマルテンサイト組織に及ぼす、含有炭素量の影響を明らかにした。 Fig.5.2 は 975 x0.6ks(a)または 1000 x1.8ks(b)オーステナイト化熱処理後、塩水水中に焼き入れたIF鋼のTD面光顕組織である。 両試料の組織は、複雑な形状を有していた。 純鉄やIF鋼では固溶炭素が存在しないため、マルテンサイトとフェライトの結晶構造が同じになる。 変態の機構が異なる可能性があるものの、変態生成物の結晶構造が同じであり、組織的特徴が同じであっても、マルテンサイト変態と特定することが出来ないため、純鉄や IF 鋼の焼入材に対して、マルテンサイトとする例は、過去の研究[5]においては少ない。 したがって、以下では IF 鋼の焼入材の組織に対して、マ

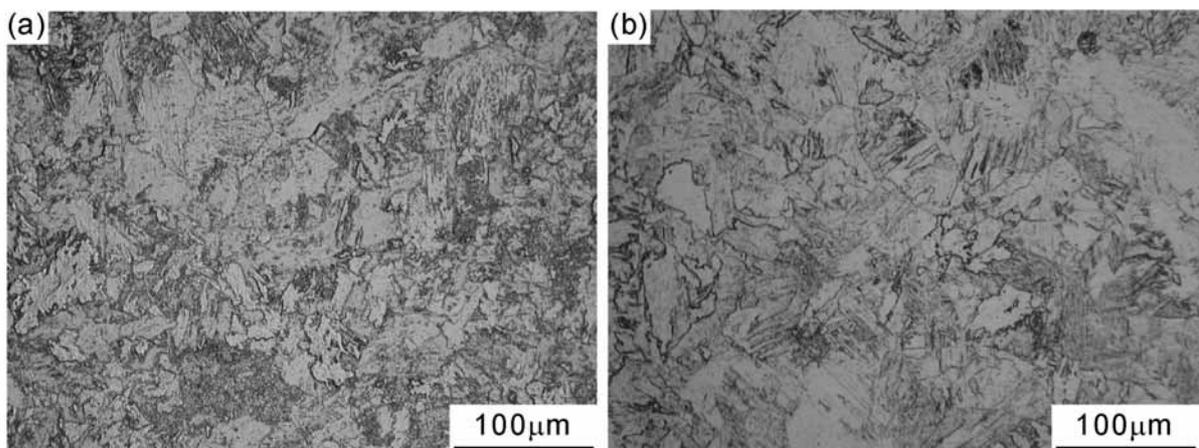


Fig.5.2 Optical microstructures of the IF steel austenitized at 975°C for 0.6ks (a) or 1000°C for 1.8ks (b) and subsequently quenched.

マルテンサイト組織の名称を用いることは避け、過去の研究例に従い、ラス状フェライト[]という名称を用いることにする。ラス状フェライトとマルテンサイトは組織学的特徴の点では、同等の組織である。

Fig.5.3 は 0.04% C 鋼(a)、0.09% C 鋼(b)および 0.20% C 鋼(c)の光顕組織である。すべての組織が典型的なラスマルテンサイト組織[6]を示していた。また、旧オーステナイト粒径はそれぞれ $160\ \mu\text{m}$ (0.05% C 鋼)、 $43\ \mu\text{m}$ (0.09% C 鋼)および $71\ \mu\text{m}$ (0.20% C 鋼)であった。第2章で示した 0.13% C 鋼焼入材の場合には、板の表面近傍の領域や旧オーステナイト粒界近傍においてフェライト粒が観察されたが、ここで示した炭素鋼焼入材では、旧オーステナイト粒界近傍には、フェライト粒は認められなかった。また、0.04% C 鋼焼入材において、表面から深さ方向に $10\ \mu\text{m}$ 程度までの領域でフェライト組織が観察されたのみで、それ以外の組成のものではフェライト組織は観察されなかった。すなわち、0.04% C 鋼、0.09% C 鋼、および 0.20% C 鋼の焼入材では、ほぼ全面がマルテンサイト組織を示していた。

Fig.5.4 に、IF 鋼焼入材の SEM/EBSD 測定により得られた Image quality (IQ) マップおよび結晶方位を色で示した方位カラーマップを示している。IQ とは、Kikuchi 線の相対輝度を示した値で

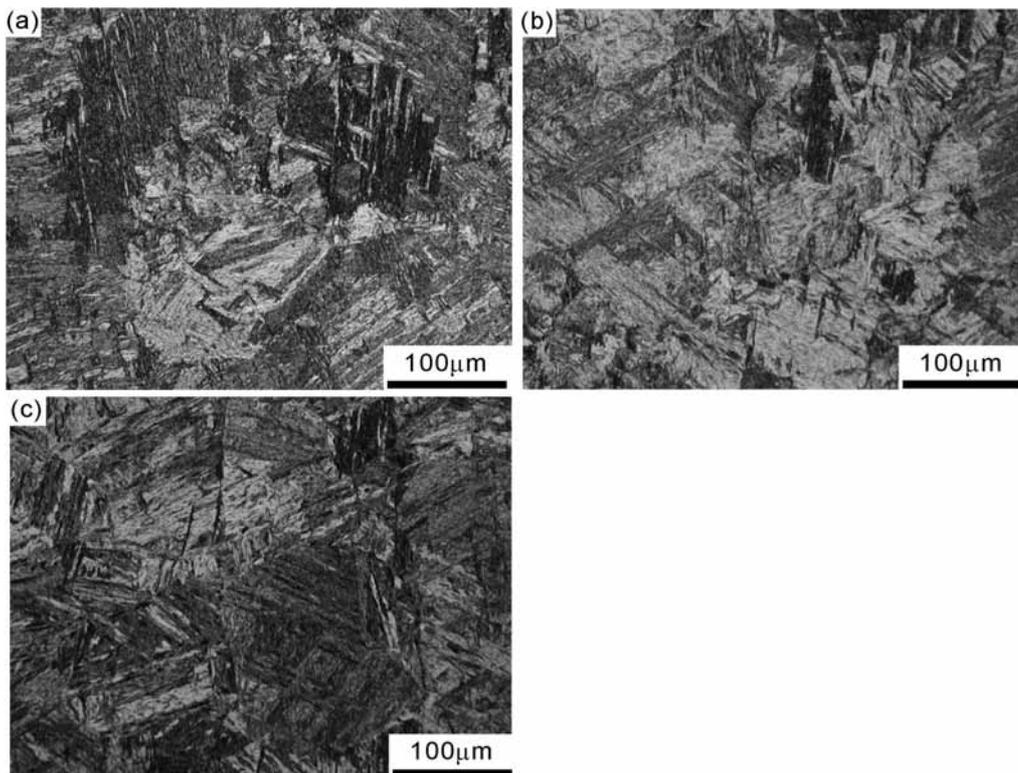


Fig.5.3 Optical microstructures of the 0.04% C(a), 0.09% C(b) and 0.20% C(c) steels austenitized at 1000°C (0.04% C and 0.09% C) or 1200°C (0.20% C) for 1.8ks and quenched.

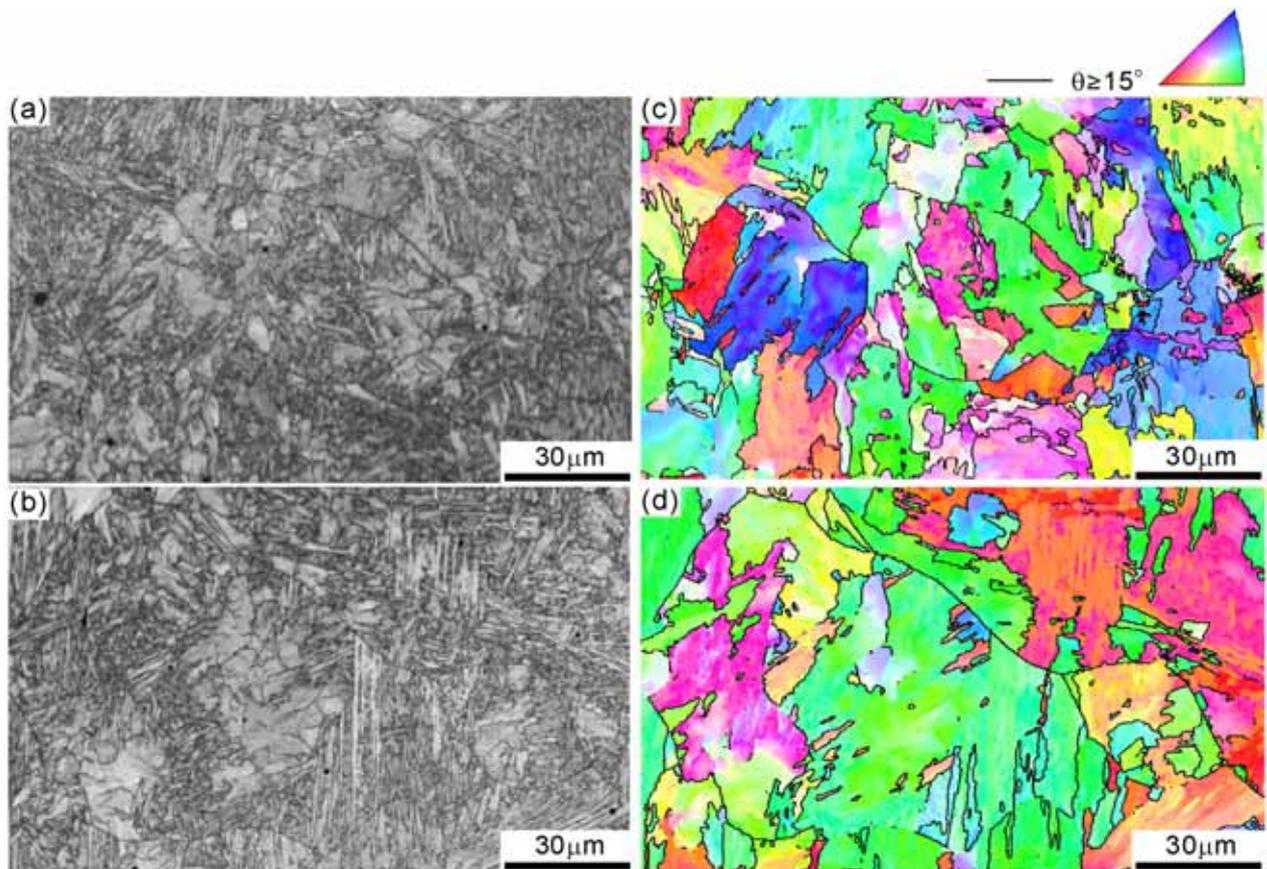


Fig.5.4 Orientation imaging micrographs (OIMs) of the IF steel austenitized at 975°C for 0.6ks (a-b) or 1000°C for 1.8ks (c-d) and subsequently quenched. Image quality (IQ) maps (a,c) and orientation color maps showing the normal direction of the observed plane (b,d).

ある[4]。方位カラーマップ(b)は、図中の右上に示す標準ステレオ三角形中に示した配色により、観察面の法線方向に平行な結晶方位を示している。また、図中の黒線は隣接測定点間中の方位差が15度以上の大角粒界を示す。IQマップ(a,b)では、Fig.5.2に示した光顕組織と同様の組織が観察される。また、方位カラーマップ(c,d)から、二種の熱処理条件により得られたIF鋼焼入材の組織には大角粒界に区切られた結晶方位の異なる組織が多数存在しており、それぞれが複雑な形状を示していることが分かる。Fig.5.5に、IF鋼以外の炭素鋼の焼入材におけるEBSD測定の結果を、Fig.5.4と同様の形式により示す。IQマップ(a,c,e)では、光顕組織(Fig.5.3)と同様にラスマルテンサイト組織が再現されている。また、方位カラーマップ(b,d,e)より、大角粒界の間隔が炭素量の増大とともに小さくなっていることが分かる。

EBSD測定の結果から、測定領域中に含まれる大角粒界の総長さ、 l を求めることが可能である。そして得られた l を用い、以下の手順で単位体積あたりの粒界面積 S_v 、そしてひいては3次元的な結晶粒の切片長さ(一種の粒径)を評価することが出来る。EBSD測定された領域の面積を A とすると、 l/A は観察面単位面積あたりの平均大角粒界長さである。測定領域が組織の三次元

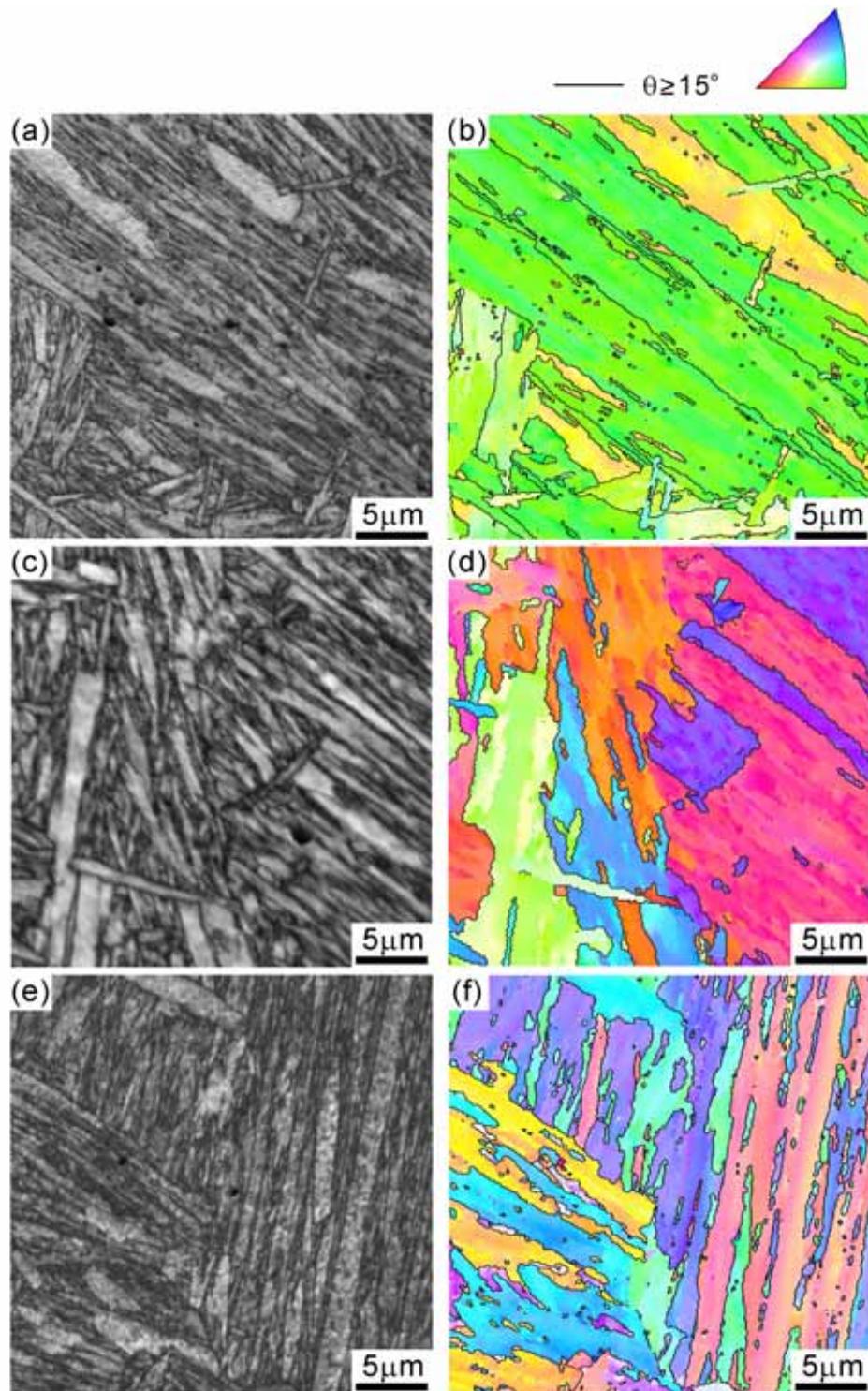


Fig.5.5 Orientation image micrographs (OIMs) of the 0.04%C(a-b), 0.09%C(c-d), and 0.20%C(e-f) steels austenitized at 1000°C (0.04%C and 0.09%C) or 1200°C (0.20%C) for 1.8ks and quenched. Image quality (IQ) maps (a,c,e,g) and color maps showing the normal direction of the observed plane (b,d,f,h).

形状を代表していると仮定すると、 $1/A$ をそのまま単位体積当たりの平均大角粒界面積、 S_V とすることが出来る。計量形態学において、任意の形状の結晶粒に対して、三次元的にランダムに測った切片長さの平均値 d_{eq} と S_V との間には、次のような関係が成り立つことが知られている[8]。

$$d_{eq} = 2/S_V \quad (5.1)$$

これ以降、 d_{eq} を焼入材マルテンサイトの有効粒径と称する。マルテンサイト組織は複雑な形状を有し、粒径を測定することが困難であるが、有効粒径を導入することにより、マルテンサイト組織の実質的な粒径を評価することができる。

Fig.5.6 に、本研究で用いた IF 鋼および各種炭素鋼の焼入材の有効粒径を示す。IF 鋼 (0.0026% C) については、二種類の条件でオーステナイト化熱処理を行ったため、二種の有効粒径を示している。1000 x1.8ks 熱処理後焼入材の有効粒径(20 μm)は、975 x1.8ks 焼入材の有効粒径(4.7 μm)と比べて小さかった。この事実は、旧オーステナイト粒径が小さければ、パッケージサイズが小さくなるというこれまでに報告されている事実に対応する。また、0.04%以上の炭素量を有する試料の焼入材については、炭素量が増大するにつれて、有効粒径は緩やかに減少した。これらのデータより、IF 鋼の 975 x1.8s 熱処理後焼入材、0.04% C 鋼および 0.09% C 鋼の焼入材の有効粒径(それぞれ、4.7 μm、6.1 μm、4.0 μm)は同程度であり、0.20% C 鋼焼入材の有効粒径(2.1 μm)は、他の有効粒径を比較してやや小さいことが明らかとなった。

Fig.5.7 に IF 鋼の焼入材の TEM 組織を示す。IF 鋼焼入材は、オーステナイト化熱処理条件に

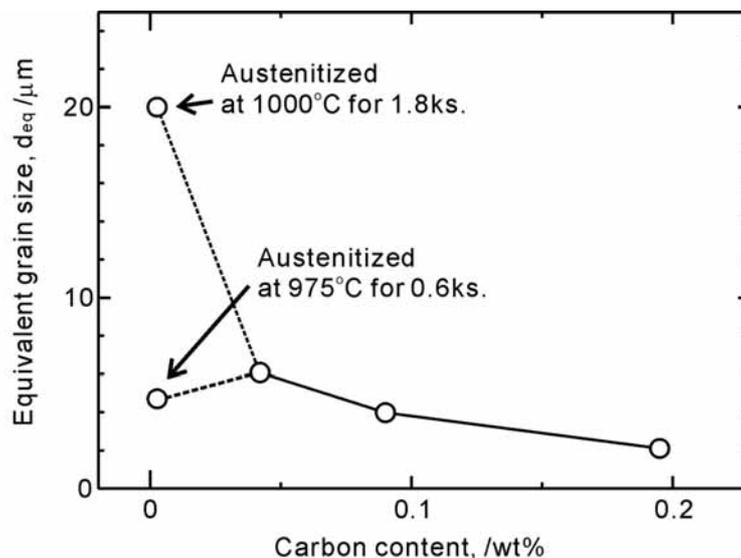


Fig.5.6 Equivalent grain size of the steels with various carbon content. The microstructures were lath-martenite.

関わらずラス状フェライト組織を示し、粒内に高密度の転位が存在していることが分かる。それぞれの伸長したバウンダリの平均間隔はほぼ同程度を示し、975 × 0.6ks、1000 × 1.8ks の場合で、それぞれ 360nm、380nm であった。

Fig.5.8 に 0.04% C 鋼(a)、0.09% C 鋼(b)および 0.20% C 鋼(c)の焼入材のTEM組織を示す。すべての試料でラスマルテンサイト組織が観察された。0.09%鋼焼入材(b)と0.20% C 鋼焼入材

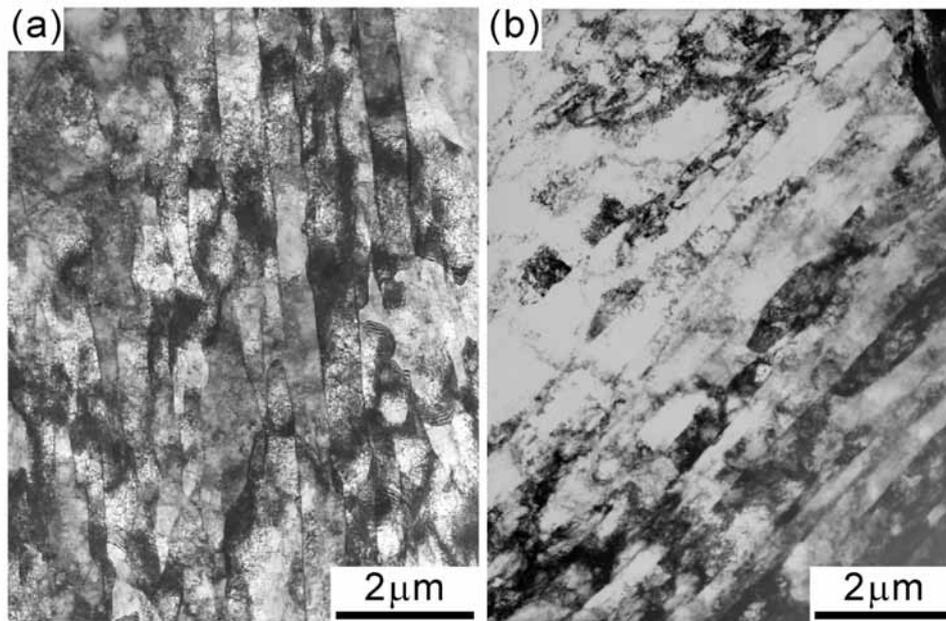


Fig.5.7 TEM microstructures of the IF steel austenitized at 975°C for 0.6ks (a) or 1000°C for 1.8ks (b) and subsequently quenched.

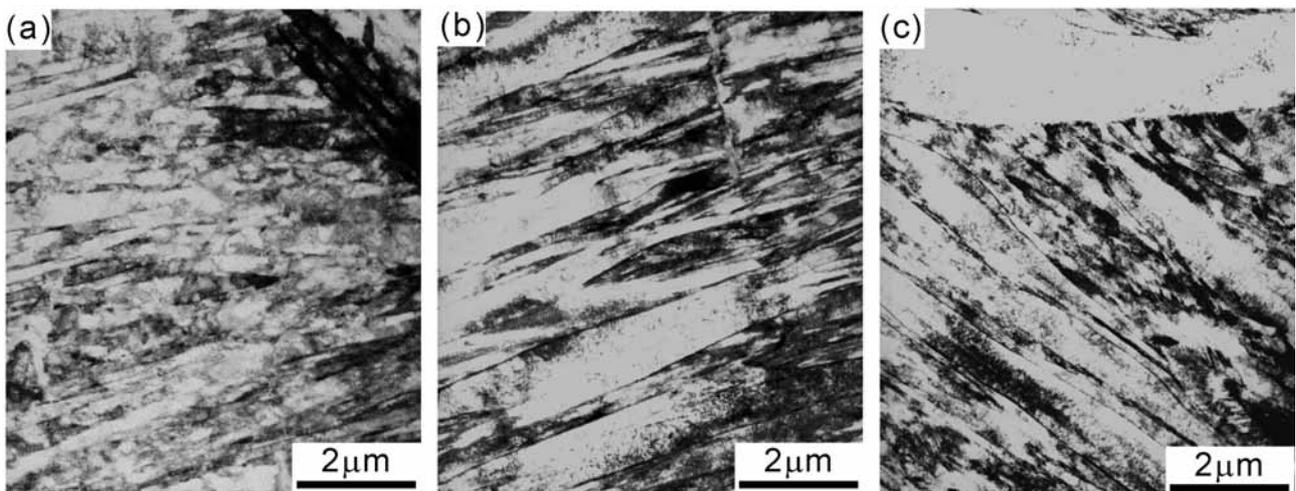


Fig.5.8 TEM microstructures of the 0.04%C(a), 0.09%C(b) and 0.20%C(c) steels austenitized at 1000°C (0.04%C and 0.09%C) or 1200°C (0.20%C) for 1.8ks and quenched.

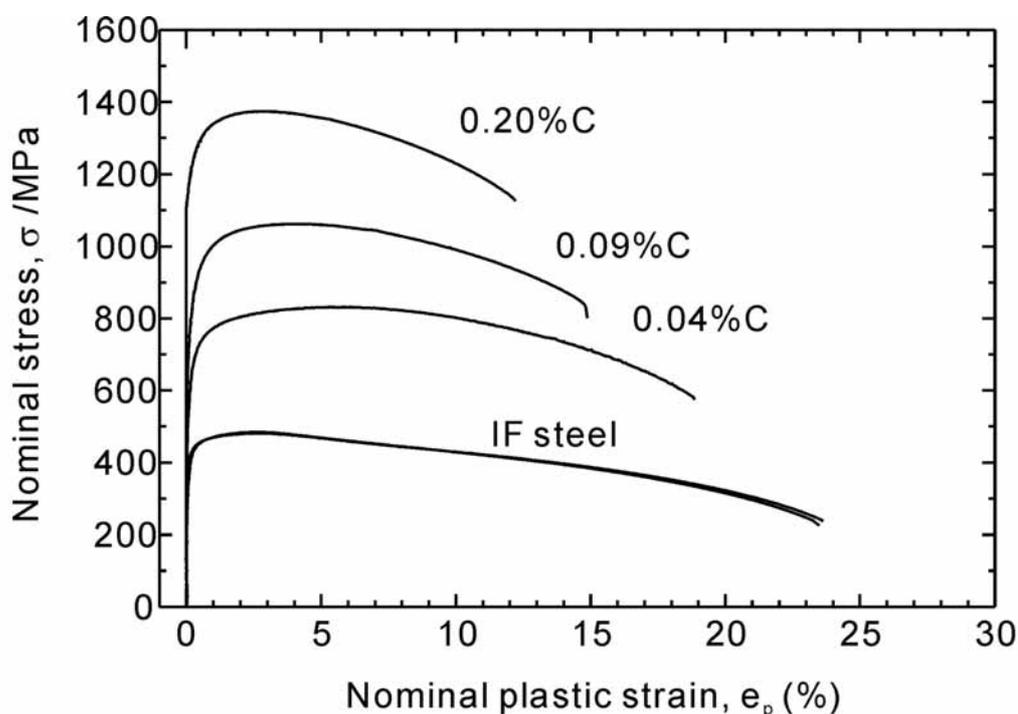


Fig.5.9 Nominal stress - nominal strain curves of the 0.00%C, 0.04%C, 0.09%C and 0.20%C steels austenitized at 1000°C (0.04%C and 0.09%C) or 1200°C (0.20%C) for 1.8ks and quenched.

(c)には、一部に周囲よりも粗大なマルテンサイトラスが観察されたが、ラスの平均間隔はそれぞれ、260nm、300nmおよび270nmであり、ほぼ同程度であった。また、いずれのラスも内部には高密度の転位が認められる。

以上のように、IF鋼焼入材はラス状フェライト組織を、炭素鋼焼入材はラスマルテンサイト組織を有していた。IF鋼のラス状フェライト組織は、その形態に加えて、高密度の転位を有するという点において、ラスマルテンサイト組織と共通の性質をしている。また、有効粒径は0.04%C鋼、0.09%C鋼とほぼ同じ値を示していた。したがって、IF鋼焼入材と0.04%C焼入材、および0.09%C焼入材の組織の違いは、固溶炭素濃度および転位密度の相違に限定される。また、0.20%C鋼焼入材に関しては、他の試料と比較すると、固溶炭素濃度と転位密度のほか、有効粒径も変化していた。

Fig.5.9は、種々の鋼の焼入材の公称応力-公称ひずみ曲線である。IF鋼の応力-ひずみ曲線は、オーステナイト化熱処理条件に関わらず、ほぼ同じ挙動を示す。含有炭素量の増大とともに、強度が上昇し、全伸びが減少することが分かる。均一伸びは、B添加IF鋼では2%、他の各種炭素鋼では、5%から3%と炭素量の増大とともに減少していた。

5.3.2 圧延材の組織と室温引張特性

Fig.5.10 は、オーステナイト化熱処理条件の異なるIF鋼の 50% ($\epsilon_{\text{VM}}=0.8$) 圧延材のTD面TEM組織である。圧延方向(RD)、および板厚方向(ND)が、水平方向、およびそれと垂直な方向に平行となっている。両試料はオーステナイト化熱処理条件によらず、類似した組織を示した。圧延材の組織は、伸長転位セル組織であるが、おそらく圧延前の初期粒の結晶方位に依存して、伸長方向や伸長セルの厚さが不均一であった。それぞれの伸長転位セル組織の平均厚さは240nm(975 x0.6ks)と230nm(1000 x1.8ks)であり、オーステナイト化条件が異なっても大きな違いはなかった。

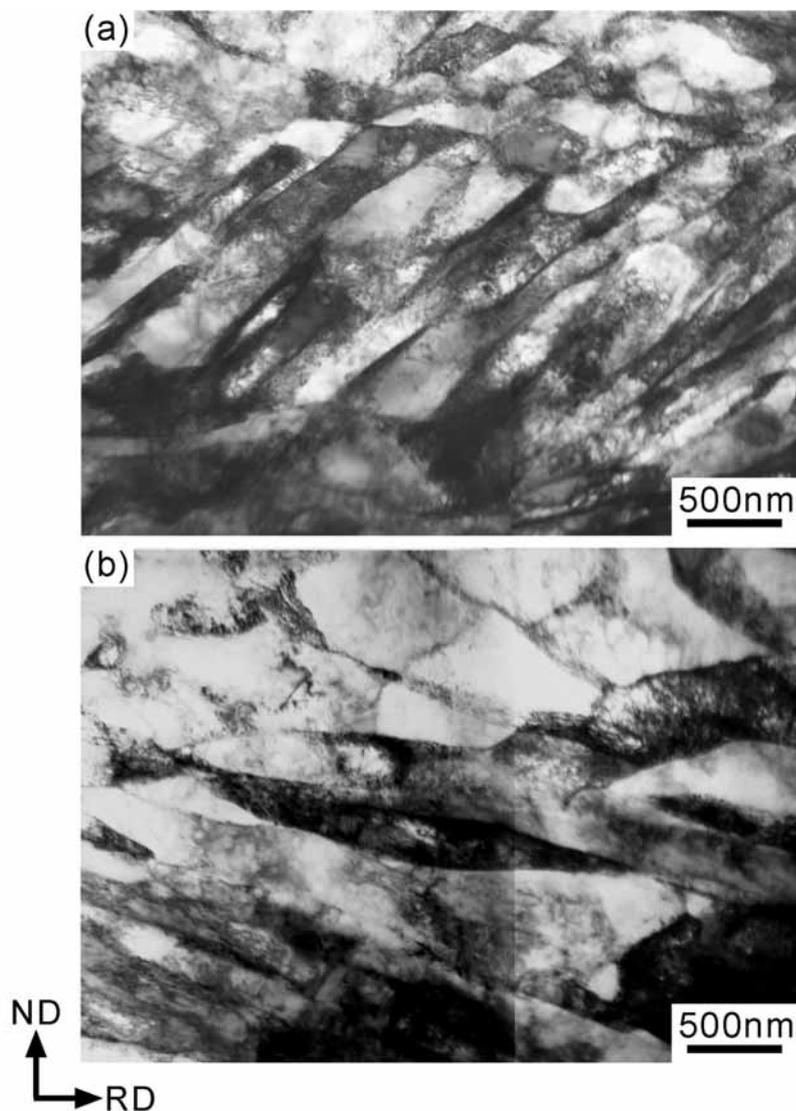


Fig.5.10 TEM microstructures of the IF steel austenitized at 975°C for 0.6ks (a) or 1000°C for 1.8ks (b), quenched and 50% ($\epsilon_{\text{VM}}=0.8$) cold-rolled.

0.04% C 鋼、0.09% C 鋼、0.20% C 鋼圧延材のTEM組織を Fig.5.11 に示す。これらの炭素鋼においては、IF鋼圧延材(Fig.5.10)とは異なり、圧延方向に伸長したラメラ状転位セル(LDC)組織が観察された。第2章において指摘したが、LDC組織は0.13% C鋼のマルテンサイトを圧延し

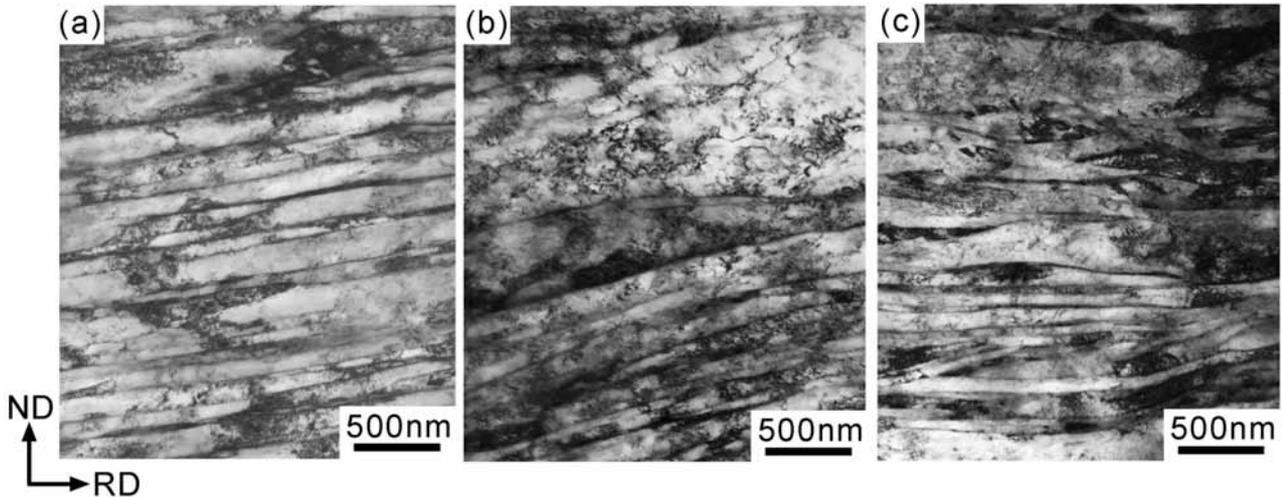


Fig.5.11 TEM microstructures of the 0.04% C (a), 0.09% C (b), and 0.20% C steels (c) austenitized at 1000°C (0.04% C and 0.09% C) or 1200°C (0.20% C) for 1.8 ks, quenched and 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) cold-rolled. The starting microstructure was martensite. Observed from TD.

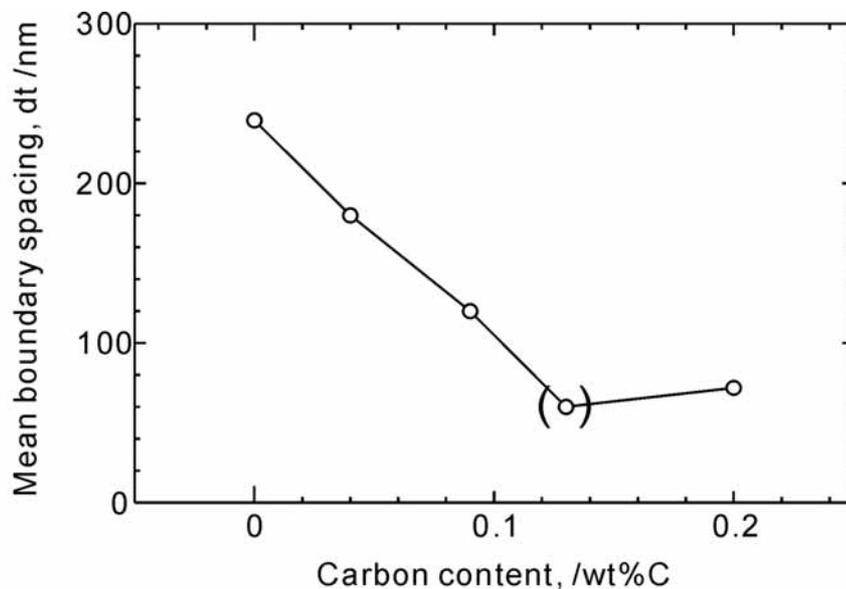


Fig.5.12 Mean spacing of the lamellar boundaries in the 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) cold-rolled steels with various carbon contents. Starting microstructure was martensite.

た試料で主に観察された組織であり、ARBや圧延により強ひずみ加工された材料において典型的に観察されるラメラ状組織[9]と類似した組織である。

Fig.5.12 に、TEM組織(Figs.5.10-11)より得た伸長転位セル組織あるいはLDC組織におけるバウンダリの平均間隔と含有炭素量の関係を示す。また、第2章で示した0.13% C鋼の50% ($v_M=0.8$) 圧延材中のLDC組織におけるラメラバウンダリの平均間隔(60nm)も、参考のために示している。Fig.5.12 から、炭素量の増加とともに、ラメラバウンダリの間隔は小さくなるのがわかる。前節で示したように、炭素量が0.09%以下の鋼に関しては、形態、有効粒径、およびラスの平均間隔はほぼ同じであった。従って、マルテンサイト組織(あるいはラス状フェライト組織)を出発組織として、同じひずみ量の塑性変形を行った場合、炭素量が増大すれば、より細かいLDC組織が得られることを示している。

Fig.5.13 に、種々の含有炭素量を有する鋼の50% ($v_M=0.8$) 圧延材のSEM/EBSD測定結果を示す。それぞれ、975 x0.6ksオーステナイト化熱処理後焼入したIF鋼(a-b)、0.04% C鋼(c-d)、0.09% C鋼(e-f)のデータである。^{注1)} 図は、IQマップ(a,c,e)とNDに平行な結晶方位を示したカラーマップ(b,d,f)を示している。IQマップ(a,c,e)は、TEM組織と同様の形態を示した。方位カラーマップ(b,d,f)では、隣接する測定点間の方位差が15度以上のバウンダリ(大角粒界)を黒い線で示している。図より、炭素量の増大とともに大角粒界が増大する傾向が認められた。また、圧延方向に平行に近い大角粒界が多く観察される。

Fig.5.14 に、Fig.5.13(b,d,f)で示した大角粒界の総長さから得られた有効粒径と含有炭素量の関係を示す。含有炭素量の増加に伴い、有効粒径が小さくなるのが分かる。Fig.5.12で示したように、炭素量の増大とともに、LDC組織の間隔が小さくなっていたが、ここ(Fig.5.14)で示した結果より、含有炭素量が増大すると、LDC中の大角粒界の数も増大することが分かる。では、何故、同じ圧下率(ひずみ)の圧延を施しているにもかかわらず、マルテンサイト中の含有炭素量が増大すると、組織が微細化され、さらに大角粒界が多く導入されたのか、この原因はマルテンサイト組織の他の特徴の影響とともに、第6章において考察する。

0.20% C 鋼圧延材は、組織が微細であったため、FE-SEM/EBSD測定が困難であり、FE-TEM/Kikuchi線法を用いてバウンダリの方位差を評価した。その結果をFig.5.15に示す。0.20% C 鋼圧延材には圧延方向に伸長したLDC組織が観察された。図中にはラメラバウンダリの結晶方位差の数値も示している。測定領域が非常に小さいにもかかわらず、多くの大角粒界が観察された。ここで示した方位差測定の結果は、測定数が少ないため、統計的信頼性は低い。0.20% C 鋼圧延材においては、大角粒界が数多く導入されていることが示唆される。

Fig.5.16 に、種々の含有炭素量を有する鋼の50% ($v_M=0.8$) 圧延材の応力-ひずみ曲線を示す。含有炭素量の増大とともに、引張強さが増大し、全伸びが減少するのが分かる。0.20% C 鋼50% ($v_M=0.8$) 圧延材は、引張試験の初期に最大応力を示し、均一伸びは1%程度であった。炭素鋼の圧延材が示した応力-ひずみ曲線の形状は、第3章および第4章に示した0.13% C 鋼圧

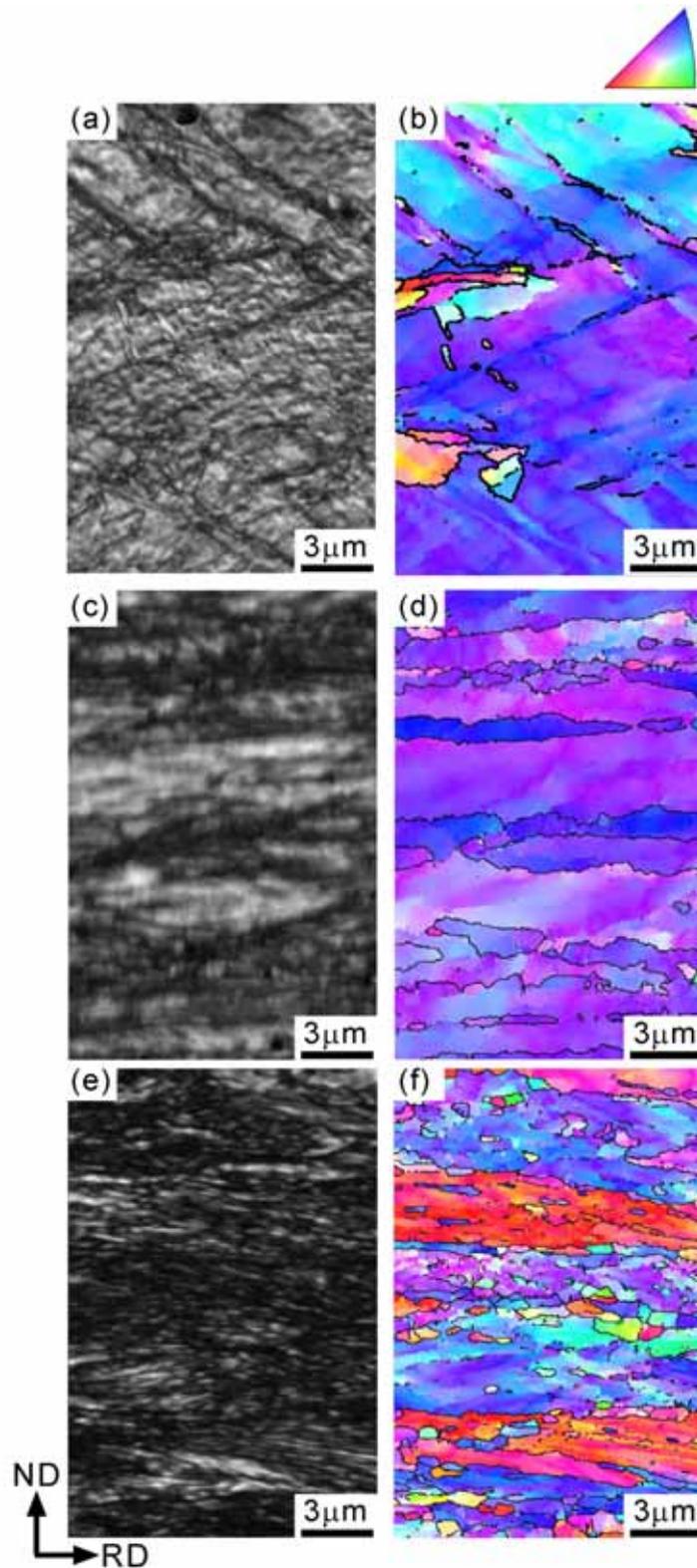


Fig.5.13 Orientation image micrographs of the IF steel (a-b), 0.04%C steel(c-d), and 0.09%C steel(e-f) quenched and 50% ($\epsilon_{rd}=0.8$) cold-rolled. Image quality (IQ) maps (a,c,e) and color maps showing the ND orientation and high-angle boundary as well. (b,d,f) .

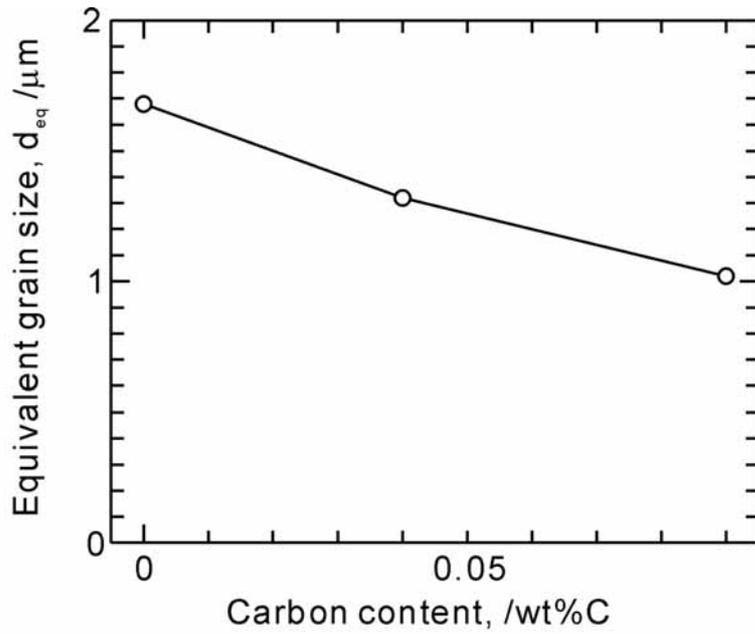


Fig.5.14 Equivalent grain size of the IF steel, 0.04%C, and 0.09%C steels quenched and 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) cold-rolled.

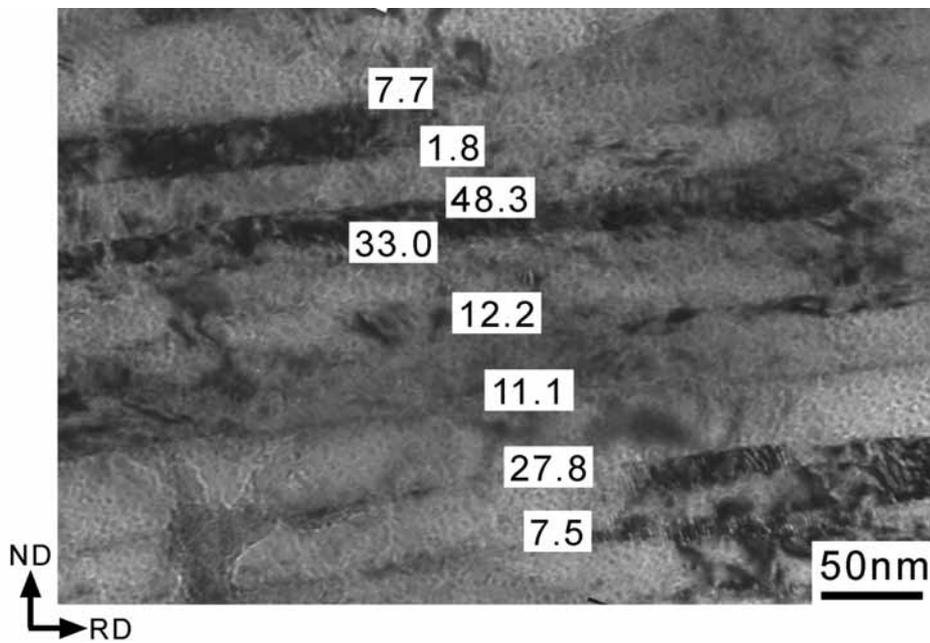


Fig.5.15 TEM microstructures of the 0.20%C steel quenched and 50% ($\epsilon_{vM}=0.8$) cold-rolled. Observed from TD. Misorientation angles (deg.) measured by TEM/Kikuchi method were also shown.

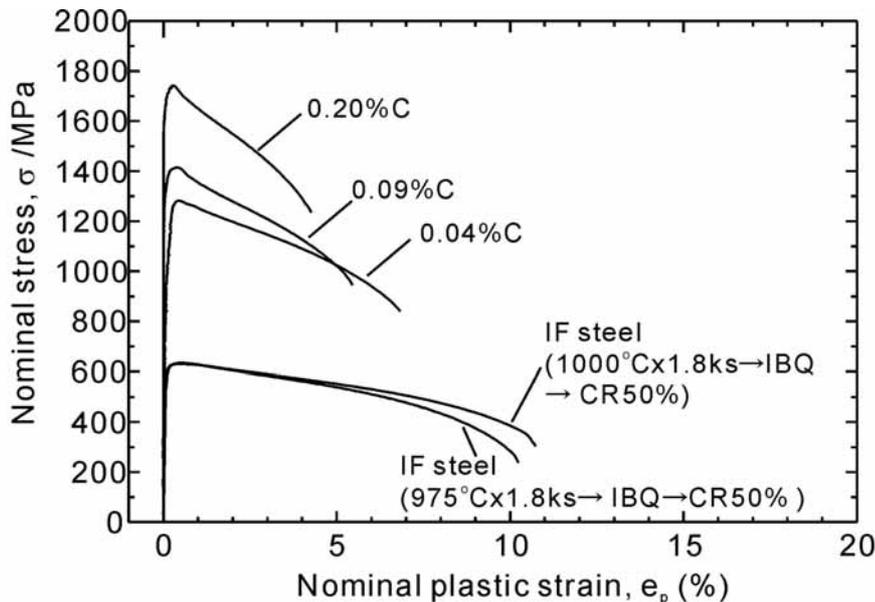


Fig.5.16 Nominal stress - nominal strain curves of the IF steel, 0.04%C steel, 0.09%C steel and 0.20%C steel quenched and 50% ($\varepsilon_{VM}=0.8$) cold-rolled.

延材の応力-ひずみ曲線の形状と類似しており、さらに、強ひずみ加工により得られた単相超微細粒組織を有する IF 鋼やアルミニウムの応力-ひずみ曲線の形状[10]とも類似していた。

注1) 測定領域が $13\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$ と比較的小さい領域であるのは、測定ピッチを 20nm と非常に小さくしたため、測定データファイルの大きさ、あるいは測定系(電子ビーム、試料、試料台等)の安定性による制約が生じ、広範囲の測定が困難であったためである。

5.3.3 焼鈍材の組織と室温引張特性

第2章において、0.13%C鋼の場合、マルテンサイトを出発組織として、50% ($\varepsilon_{VM}=0.8$) 圧延後、500 の温間域で 1.8ks 焼鈍を施すと、複相超微細粒組織が得られることが明らかとなっている。Fig.5.17 に種々の含有炭素量の炭素鋼に対して、50% ($\varepsilon_{VM}=0.8$) 圧延後、500 x 1.8ks 焼鈍材の TD 面 TEM 組織を示す。IF 鋼に関しては、オーステナイト化熱処理条件の異なる 2 種類の試料があるが、冷間圧延材の組織と機械的性質が、オーステナイト化条件によらずほぼ類似した組織であったので、以降の結果では、1000 x 1.8ks でオーステナイト化熱処理後、50% ($\varepsilon_{VM}=0.8$) 圧延を施した試料に対して焼鈍を施した結果のみを示している。IF 鋼焼鈍材(a)は、圧延材と同様の伸長転位セル組織を示した。転位セルの平均厚さは 280nm であった。また、直径 $1.6\mu\text{m}$ の

制限視野絞りを用いて採取したSADパターンは単一のネットパターンを示し、大きな局所方位差が存在しないことを示している。0.04% C鋼焼鈍材(b)では、圧延方向に長く伸びた組織が多くの領域で観察されるが、一部に等軸粒も観察される。SADパターンは211反射で約9度の弧を描いていた。このことから、0.04% C鋼はIF鋼よりも大きな局所方位差を有することが分かる。0.09% C鋼焼鈍材(c)および0.20% C鋼焼鈍材では、ほぼ全面が等軸形状の超微細粒組織を示していた。超微細粒の平均粒径は0.09% C鋼焼鈍材および0.20% C鋼焼鈍材で、それぞれ160nmおよび120nmであり、含有炭素量の増加とともに減少していた。また、0.09% C鋼焼鈍材と0.20% C鋼焼鈍材のSADパターンは複雑なパターンを示した。このことは、0.09% C鋼焼鈍材と0.20% C鋼焼鈍材には大きな局所方位差が存在することを示唆している。さらに、0.09% C鋼焼鈍材と0.20% C鋼焼鈍材において、均一に分散した炭化物が観察された。両試料中において、炭化物のサイズは30 nmから200nmであり、ほぼ同じ大きさを示したが、含有炭素量の増大に伴い、炭化物の体積率が大きくなっていった。

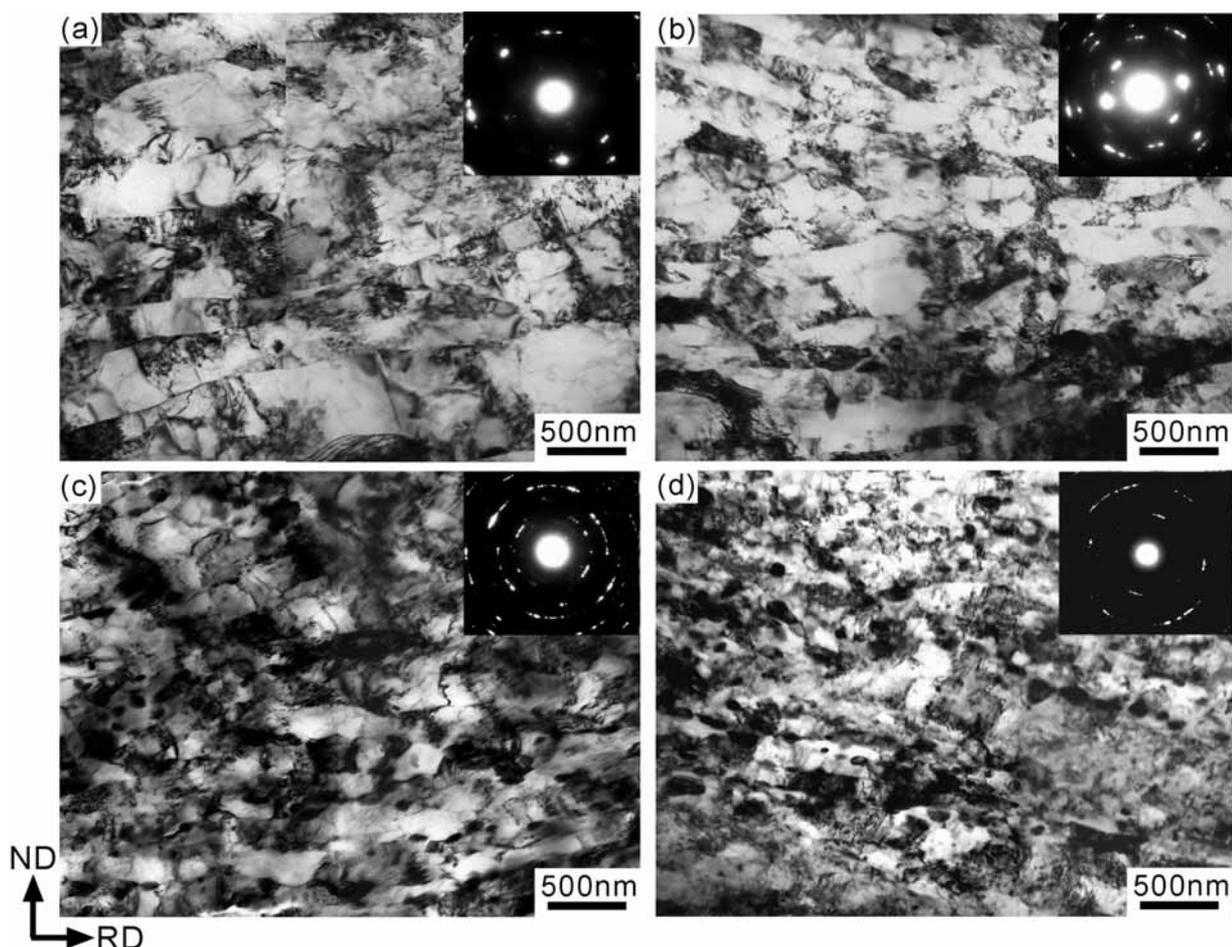


Fig.5.17 TEM microstructures of the IF steel(a), 0.04% C (b), 0.09% C(c) and 0.20% C(d) steels quenched, cold-rolled and annealed at 500°C for 1.8ks. Observed from TD.

以上のように、含有炭素量の増大とともに、焼鈍材中の超微細粒(IF鋼の場合は転位セル)の平均粒径が減少し、また、超微細粒の形状は等軸化する傾向が見られた。炭素含有量の増加に伴い、焼鈍材中の平均粒径が小さくなる傾向は、圧延材において、炭素含有量の増加に伴いラメラバウンダリの間隔が小さくなる傾向と一致する。また、焼鈍材では含有炭素量が増加すると、フェライト結晶粒が等軸化し、さらに微細化していた。

Fig.5.18 に、各種炭素鋼の焼鈍材の公称応力-公称ひずみ曲線を示す。また、Fig.5.19 と Fig.5.20 には、強度(0.2%耐力、引張強さ)と伸び(均一伸び、全伸び)の焼鈍温度に対する変化を示している。いずれの場合も焼鈍温度の上昇とともに、強度が低下し、延性が回復した。IF鋼は、600℃焼鈍を施しても均一伸びは増加せず、むしろ、局部伸びが回復する傾向を示した。0.04%以上の炭素含有量を含む場合、500℃から550℃の温間で焼鈍すると、引張強さを保持しつつ、均一伸びが回復する領域が認められる。これは、第3章で示した0.13%鋼マルテンサイトの50%($\epsilon_{VM}=0.8$)圧延・焼鈍材においても認められた挙動である。その後、600℃以上の焼鈍

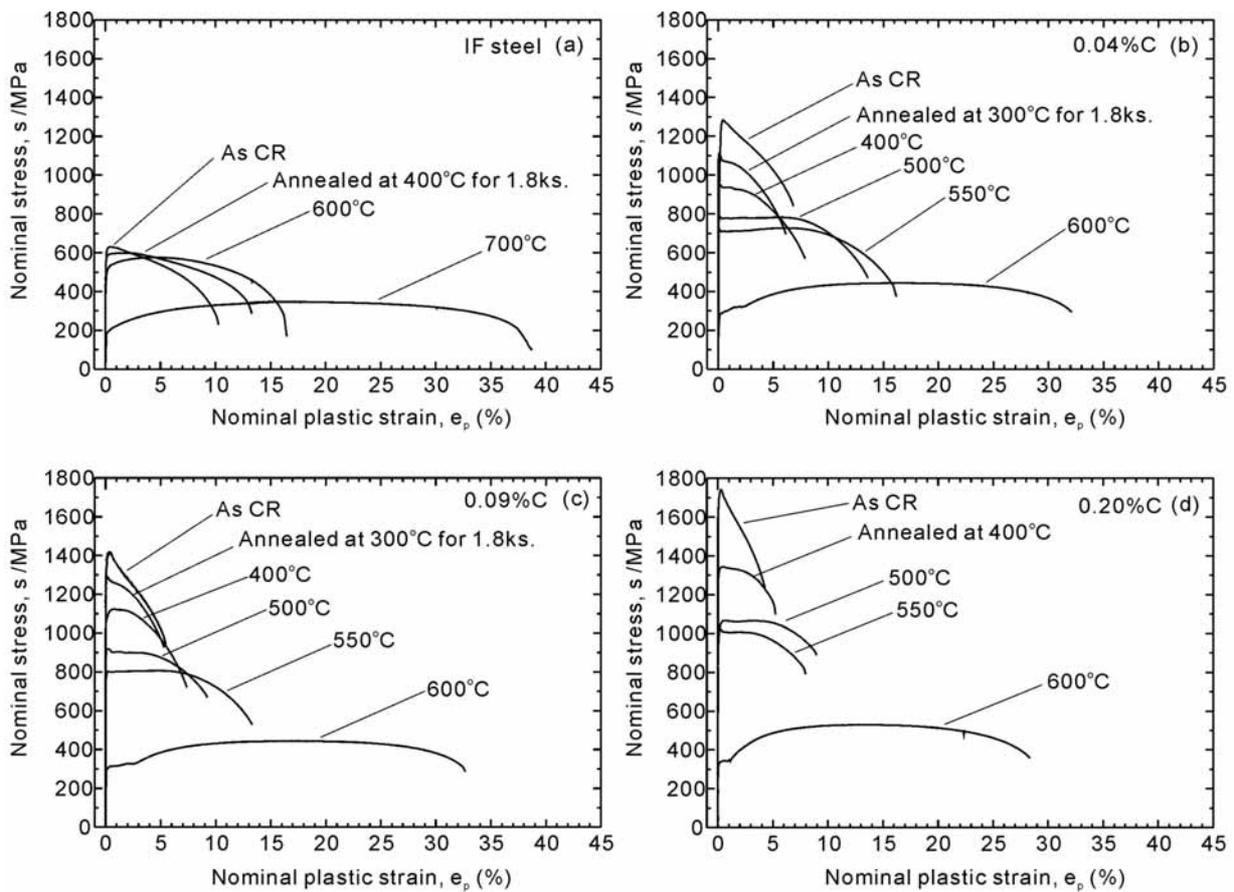


Fig.5.18 Nominal stress - nominal strain curves of the IF steel(a), 0.04%C steel(b), 0.09%C steel(c) and 0.20%C steel(d) quenched, 50% ($\epsilon_{VM}=0.8$) cold-rolled and annealed at various temperatures for 1.8ks.

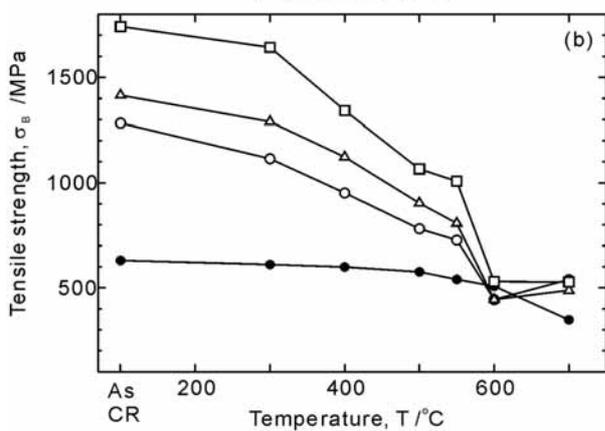
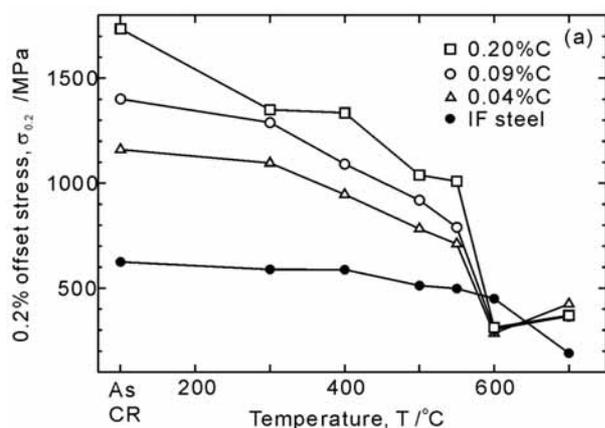


Fig.5.19 0.2% offset stress (a) and tensile strength (b) of the steels quenched, 50% cold-rolled annealed at various temperatures for 1.8ks.

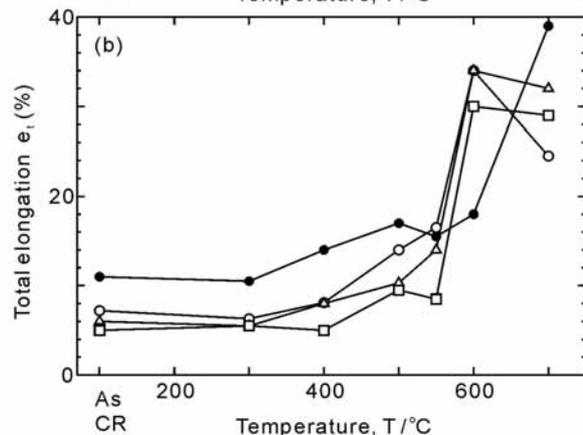
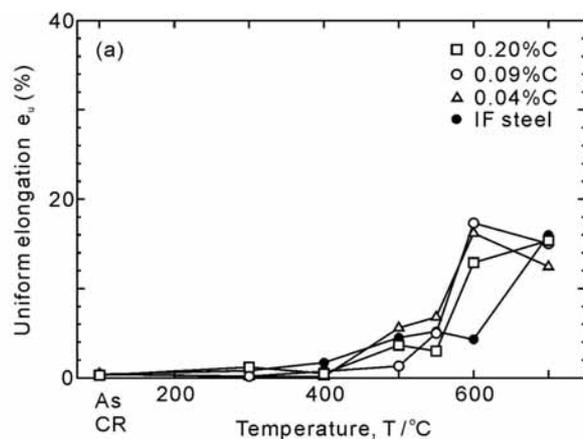


Fig.5.20 Uniform elongation (a) and total elongation (b) of the steels quenched, cold-rolled annealed at various temperatures for 1.8ks.

により、均一伸びは大きく回復するものの、引張強さは400MPaから600MPaまで減少することが分かる。0.04%以上の炭素含有量を有する試料では、700 焼鈍により強度が大きくなり、一方で延性が低下していた。この原因は、700 焼鈍中に炭素原子が一部固溶し、焼鈍後に急冷したため過飽和固溶体となったためであると考えられる。

Fig.5.21 は、引張強さと均一伸びの関係(a)、および引張り強さと全伸びの関係(b)を示す。図中には、第3章で示した0.13%C鋼の結果も示している。IF鋼を除く他の炭素鋼では、強度-延性バランスはほぼ同じ傾向を示す。炭素量が増加すると、高強度側で延性が回復する傾向が見られた。0.20%鋼 500 焼鈍材は、1GPa 近傍の引張強さと4%の均一伸びを示し、同じ強度を有する他の炭素鋼と比べても、大きな伸びを示した。Fig.5.17 で示したように、含有炭素量の増大により、同じ条件で焼鈍を施した場合、析出物の体積率が増大するが、炭化物のサイズはあまり変わらない。第3章での考察で用いた、Ashby の理論[11]によれば、析出物のサイズが一定であれば、炭化物の体積率に比例して、二次すべり系の転位密度は増大する。そのため、加工硬化が

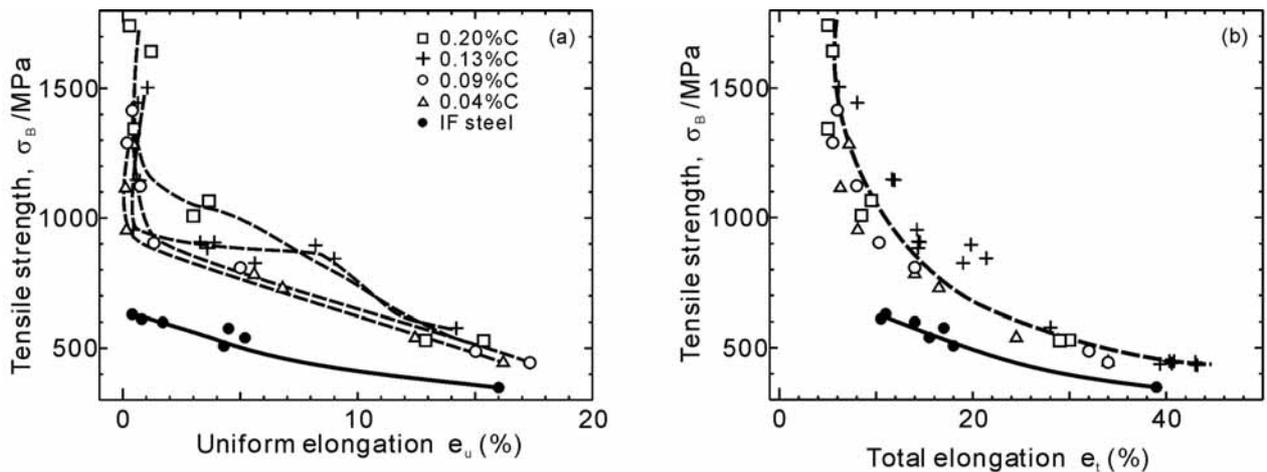


Fig.5.21 Relationship between the tensile strength and the uniform elongation (a) or the total elongation (b) of the steel quenched, cold-rolled and annealed.

大きくなり、塑性不安定現象の発現が抑制され、高強度であっても大きな延性を示すことができたと考えられる。

また、炭素鋼に比べると IF 鋼は十分な強度 延性バランスを示さなかった。このことは、強度-延性バランスを向上させるためには、少なくとも炭素原子が含有される必要があることを示唆している。

5.4 結言

本章では、マルテンサイトの冷間圧延・温間焼鈍された鋼の組織と室温引張特性に及ぼす含有炭素量(0.20wt%Cまで)の影響を明らかにした。得られた知見を以下に列挙する。

- (1) 含有炭素量の増加に伴い、50%冷間圧延により得られるLDC組織中のラメラ間隔が微細になる。また、含有炭素量の増加と共に、圧延時に導入される大角粒界の量が増加する。
- (2) 500 × 1.8ks焼鈍を行った場合、含有炭素量が多いほど、微細でかつ等軸的な超微細粒組織が得られる。また、含有炭素量の増加に伴い、炭化物の体積率は増大するものの、サイズに大きな違いはみられない。

- (3) 強度-延性バランスは、含有炭素量の有無により大きく変化する。IF 鋼の場合は、十分な強度-延性バランスを得ることが出来なかった。複相超微細粒組織を有する鋼は、含有炭素量の増大とともに、より高強度で大きな延性を示す傾向がみられた。この原因の一つには、含有炭素量が増大すると、析出物の体積率が増大するため、加工硬化率の増大が促進されたことが考えられる。

参考文献

- [1] M.Kehoe and P.M.Kelly, Scripta Metall., 4(1970), 473.
- [2] 西川、森戸、牧, CAMP-ISIJ(日本鉄鋼協会講演概要集), 15(2002), p.12.
- [3] R.W.K.Honetcombe and H.K.D.H.Bhadeshia, "Steels -Microstructure and properties", 2nd edition, Edward Arnold, (1995).
- [4] D.Juul Jensen, Mater. Sci. and Tech., 16(2000), 1360.
- [5] K.Tsuzaki, N.R.Ikeda and T.Maki, Scripta Mater., 36(1997), 905.
- [6] S.Morito, H.Tanaka, R.Konishi, T.Furuhara and T.Maki, Acta Mater., 51(2003), 1789.
- [7] 森戸茂一, 牧 正志, までりあ, 40(2001), 629.
- [8] DeHoff, R. T. and Rhines, F. N., "Quantitative Microscopy", McGraw-Hill Publishing, 1968.
- [9] N.Hansen, D.Juul Jensen, Phil. Trans. R. Soc. Lond., A357(1999), 1447.
- [10] N.Tsuji, Y.Ito, Y.Saito and Y.Minamino, Scripta Mater., 47(2002), 893.
- [11] M.F.Ashby, Phil. Mag., 14(1966), 1157.

第6章 マルテンサイトを出発組織とした冷間圧延・温間焼鈍による結晶粒超微細化機構

6.1. 緒言

前章までに、低炭素鋼のマルテンサイトを出発組織として、圧下率 25% (相当ひずみ $\epsilon_{\text{M}}=0.3$) から 70% ($\epsilon_{\text{M}}=1.5$) までの冷間圧延と温間域 (500 から 550) での焼鈍により、結晶粒超微細化が達成されることを明らかにした。近年の研究では、塑性変形による結晶粒超微細化には、相当ひずみ 4 以上の強ひずみ加工が必要であることが報告されている[1]。しかしながら、本研究では、通常の圧下率の冷間圧延により、強ひずみ加工を行うことなく結晶粒超微細化が達成された。本章では、マルテンサイトの冷間圧延・温間焼鈍プロセスによる結晶粒超微細化機構について考察する。

第2章で示したように、0.13% C 鋼のマルテンサイトを出発組織として、圧下率 50% (相当ひずみ $\epsilon_{\text{M}}=0.8$) の冷間圧延を施すと、Fig.6.1 に示すラメラ状転位セル組織 (LDC組織) が主として得られ

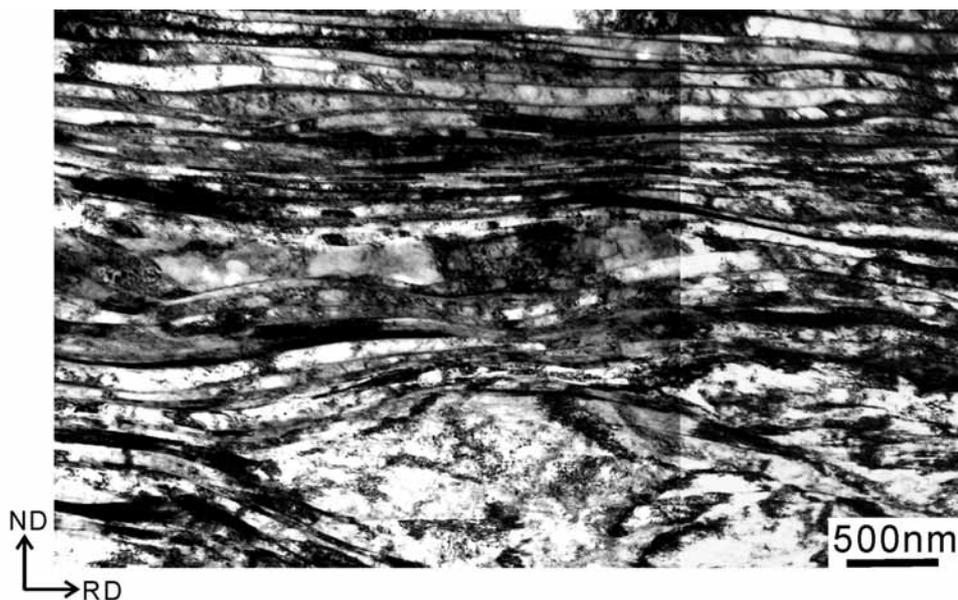


Fig.6.1 TEM microstructure of the 0.13% C steel (JIS-SS400) 50% ($\epsilon_{\text{M}}=0.8$) cold-rolled. Strating microstructure was martensite. Observed from TD.

る。得られたLDC組織は、フェライト組織やAlやNiなどの単相組織に、相当ひずみ4以上の強ひずみ加工を施して得られるlamellar boundary組織[2]と類似していた。すなわち、マルテンサイトを出発組織とすれば、せいぜい1程度のひずみを加えるだけで、強ひずみ加工された材料と同等の組織を得ることができる。第1章で述べたように、マルテンサイト組織は(1)一種の微細粒組織であること、(2)複雑な組織形状を有すること、(3)高い転位密度を有すること、および(4)炭素の過飽和固溶体であることの4点の特徴を有するため、これらの特徴のうちのどれか(あるいは複数)が、小さなひずみで強ひずみ加工と同等の超微細組織をもたらす原因に違いない。本章では、まずはじめに、マルテンサイト組織と比べると単純な組織である、フェライト単相組織およびフェライト・パーライト組織を出発組織とした低炭素鋼のARB法による強ひずみ加工中の組織変化を示し、強ひずみ加工による結晶粒超微細化機構を明らかにする。その上で、前章までに得られた結果に加えて、補足的な実験結果を示しながら、マルテンサイト組織の個々の特徴が結晶粒超微細化の促進に及ぼす影響を分離して示し、何故マルテンサイトを出発組織とすれば強ひずみ加工をせずとも結晶粒超微細化が達成されたか、その理由について明らかにすることを本章の目的とした。

6.2. 実験方法

Table 6.1 に示した組成を有するTi添加Interstitial Free (IF)鋼と、第2章から第4章で用いた0.13%C鋼(JIS-SS400)に対して、ARBによる強ひずみ加工を施した。ARBの原理については、すでに第1章で述べている。極低炭素IF鋼(板厚1mm×板幅20mm×長さ約250mm)については、平均粒径27 μ mの等軸フェライト粒組織を有する冷間圧延・焼鈍板を出発材とした。出発材に対して、500 $^{\circ}$ Cに設定された電気炉内(大気雰囲気)に2枚積層した試料を0.6ks保持後、直ちに1パス圧下率50%($v_M=0.8$)の接合圧延を施し、圧延後は水冷した。これを1サイクルのARBとし、最大7サイクル($v_M=5.6$)まで行った。圧延機のロール表面はアセトンで脱脂した無潤滑状態とし、ロール周速を43m \cdot min $^{-1}$ (相当ひずみ速度46s $^{-1}$)とした。さらに、IF鋼の5サイクル($v_M=4.0$)ARB材に対して、675 $^{\circ}$ Cで1.8ks焼鈍を施した試料を作成した。0.13%C鋼に関しては、フェライト・パーライト組織を有する出発材(熱延板)(板厚2mm×板幅25mm×長さ200mm)に対して、まず圧下率50%($v_M=0.8$)の冷間圧延を施し板厚を1mmとした。これを1サイクルARBとし、2サイクル目以降は、1パス圧下率50%の接合圧延を最大5サイクル($v_M=4.0$)まで繰り返して、強ひずみ加工を施した。圧延条件は、圧延荷重を軽減させるため、ロール表面状態をマシン油を薄く塗布した潤滑状態として、ロール周速を17.5m \cdot min $^{-1}$ (相当ひずみ速度18s $^{-1}$)とした。

ARB後はAr雰囲気中において、200 から 700 の各種温度で 1.8ksの焼鈍を施した。

組織観察はTEMを用いて、第2章で示した方法により行った。ただし、一部の試料(0.13%鋼 (JIS-SS400)の焼入材)については、SEM/EBSD測定を行い、第5章で述べた方法により有効粒径を測定した。EBSD測定は、Phillips社製XL30を用いて、加速電圧 25kVにて行った。測定条件は 40000 μm^2 の測定範囲に対して、測定ピッチ 0.5 μm とした。

Table.6.1 Chemical compositions of the materials studied.(wt%)

	C	N	Si	Mn	P	Cu	Ni	Ti	Fe
IF steel	0.002	0.003	0.01	0.17	0.012	0.01	0.02	0.072	bal.

6.3. 強ひずみ加工における結晶粒超微細化機構

まずはじめに、フェライト単相組織を有する IF 鋼に対して ARB による強ひずみ加工を施し、ひずみの増大に伴う超微細組織の発達過程を明らかにする。

Fig.6.2(a)に、フェライト単相組織を有するIF鋼に対して、1 サイクル($\nu_M=0.8$)のARBを施した場合のTD面TEM組織(a)および方位測定の結果得られた隣接粒間の方位差を示したマップ(b)を示す。方位マップの表示方法は、Fig.2.8と同様である。1 サイクル($\nu_M=0.8$)ARB材のTEM組織(a)では、全面で転位セル組織が観察された。転位セルの多くは矩形形状を示しており、特定の方向に伸長していた。この視野ではほぼ同じ形状の転位セルしか見られないが、転位セルの形状や大きさは観察する領域によって異なっていた。 $\nu_M=0.8$ 程度の通常のひずみまでの塑性変形を受けた材料中で見られるこうした組織の不均一は、おそらく圧延前の初期粒の結晶方位依存性によるものと考えられる。また、方位差測定の結果(b)、ほぼすべてのバウンダリが小角粒界であった。Fig.6.2の一部に観察される大角粒界は、初期粒界であると考えられる。

Fig.6.3(a)に、3 サイクル($\nu_M=2.4$)ARBを施したIF鋼のTD面TEM組織を示す。ここでは、二種類の異なる組織が観察された。視野の下半分の領域ではラメラ状組織が観察され、圧延方向に伸長した明瞭なバウンダリが数多く観察された。上半分の領域では不明瞭なバウンダリからなる転位セル組織が観察された。ラメラ状組織中の明瞭なバウンダリにより囲まれた粒は、概ね圧延方向に伸長していたが、伸長方向は圧延方向と約 20 度の角度を成していた。また、図中の上半分の転位セル組織中に観察される転位セルの厚みが 0.33 μm であるのに対して、ラメラ状組織中

の明瞭なバウンダリに囲まれた粒の厚みは $0.27\ \mu\text{m}$ とやや小さい。局所方位測定を行った結果、組織の違いと局所方位差の違いが良く対応していることが分かる。Fig.6.3(b)の方位差マップに示すように、転位セル組織が観察された領域では、ほぼすべてのバウンダリが 1 サイクル($\nu_M=0.8$) ARB材(Fig.6.2)と同様に小角粒界であったのに対して、ラメラ状組織は多くの大角粒界を含んでいた。また、大角粒界は圧延方向に平行に近いバウンダリに数多く存在していた。

圧延により初期粒はRDに伸長するため、ここで観察された大角粒界は初期粒界が圧延方向に伸長したものである可能性がある。仮に、試料の外形変化と同じように初期粒の形状も変化するとすると、出発材の初期粒径が $27\ \mu\text{m}$ であったことから、3 サイクル($\nu_M=2.4$) ARB、すなわち全圧下率 87.5%の圧延を施した後は初期粒の平均厚さは $3.4\ \mu\text{m}$ (出発材の 8 分の 1)となるはずである。しかし、この値は実際に観察された大角粒界の平均間隔($0.27\ \mu\text{m}$)の 10 倍以上と、非常に大きい。この事実は、今回観察された大角粒界は、初期粒界を一部含むかもしれないが、大部分は塑性変形によって初期結晶粒内に新たに導入されたものであることを示している。このように、塑性変形により導入されたバウンダリ(deformation induced boundary)により初期粒が分割される現象は*grain subdivision*と呼ばれる[2-3]。

Fig.6.4 にIF鋼の 5 サイクル($\nu_M=4.0$) ARB材のTD面TEM組織(Fig.6.4(a))および方位差マップ(Fig.6.4(b))を示す。3 サイクル($\nu_M=2.4$) ARB材(Fig.6.3)と比べると、大角粒界がより数多く観察される。しかし、領域によっては不明瞭なバウンダリも観察され、それに対応して小角粒界も依然として局所的に集中して存在する。明瞭なバウンダリに囲まれた超微細結晶粒の平均厚さは $0.25\ \mu\text{m}$ であり、3 サイクルARB材($0.27\ \mu\text{m}$)よりもやや細かくなっていた。また、3 サイクルARB材と比べると、超微細粒の伸長方向はより圧延方向に平行となっている。

Fig.6.5(a)は、7 サイクル($\nu_M=5.6$) ARBを施したIF鋼のTD面TEM組織である。試料全面において、明瞭なバウンダリで囲まれ圧延方向に伸長したパンケーキ形状の超微細結晶粒が観察された。超微細粒の厚さは $0.20\ \mu\text{m}$ となっており、5 サイクル($\nu_M=2.7$) ARB材(Fig.6.3)で見られた超微細結晶粒の厚さ($0.25\ \mu\text{m}$)よりもやや小さくなっていた。方位差測定の結果(b)、バウンダリの大部分は大角粒界であった。ただし、伸長超微細粒を横切り区切るような小角粒界(inter-connecting boundary)も一部に認められた。

Fig.6.6 に、IF鋼の 1 サイクル($\nu_M=0.8$)、3 サイクル($\nu_M=2.7$)、5 サイクル($\nu_M=4.0$)、および 7 サイクル($\nu_M=5.6$)各ARB材中に観察されたバウンダリの担う方位差の分布を示している。1 サイクル($\nu_M=0.8$) ARB材では、おそらく初期粒界と考えられるバウンダリを除き、ほぼすべてが小角粒界であった。3 サイクル($\nu_M=2.7$) ARBにより数多く(22%)の大角粒界が存在するようになった。先に述べたように、これらの大角粒界の大部分は、塑性変形により新たに導入されたバウンダリ(deformation induced boundary)である。さらにサイクル数が増し、ひずみが増大するにつれて、大角粒界の数が増加する。最も強ひずみ加工された 7 サイクル($\nu_M=5.6$) ARB材では 72%が大角粒界であった。以上より、強ひずみ加工に伴って、大きな方位差を有するバウンダリ

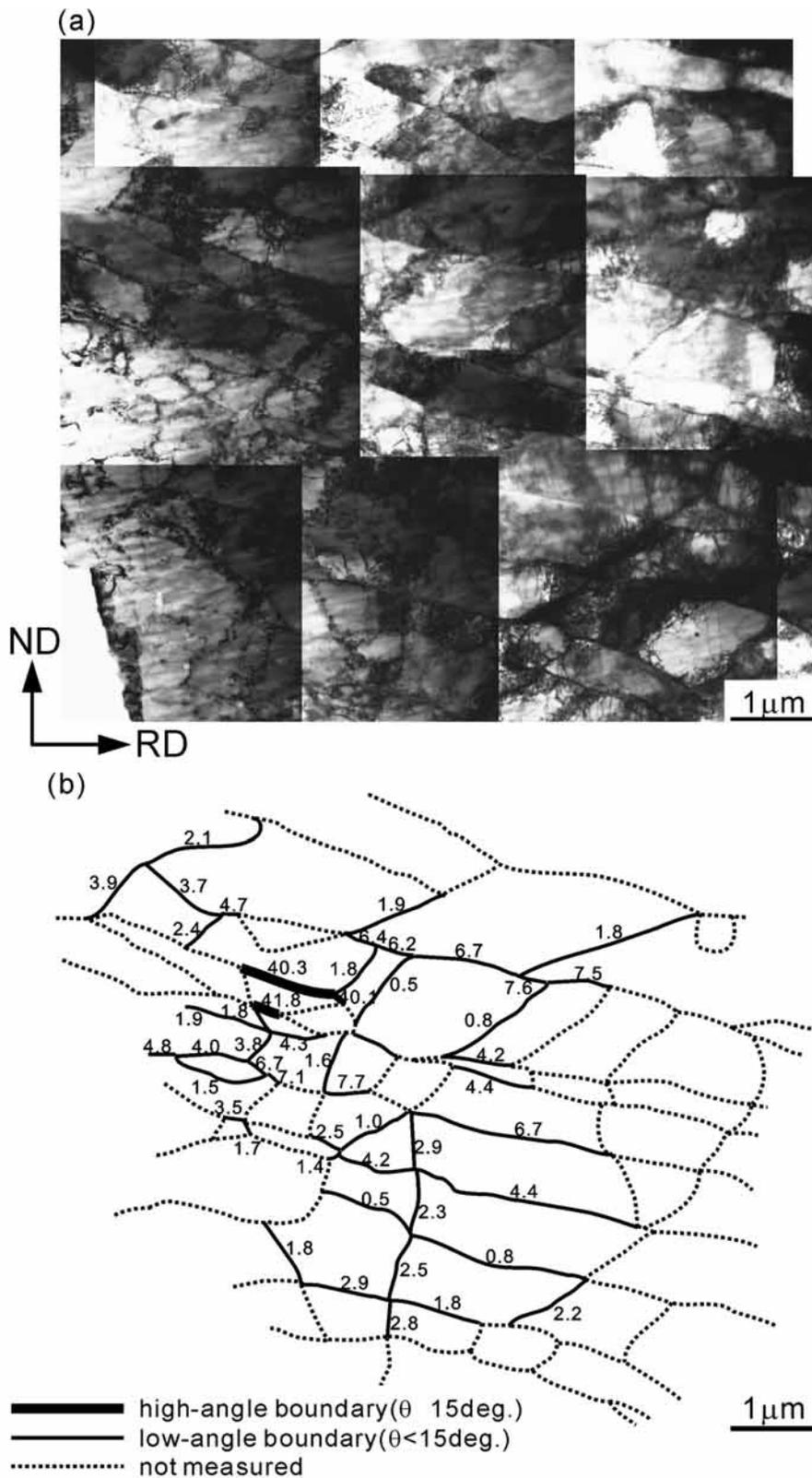


Fig.6.2 TEM microstructure(a) and corresponding misorientation map(b) of the IF steel ARB processed by 1 cycle ($\epsilon_{\text{roll}}=0.8$) at 500°C. Observed from TD.

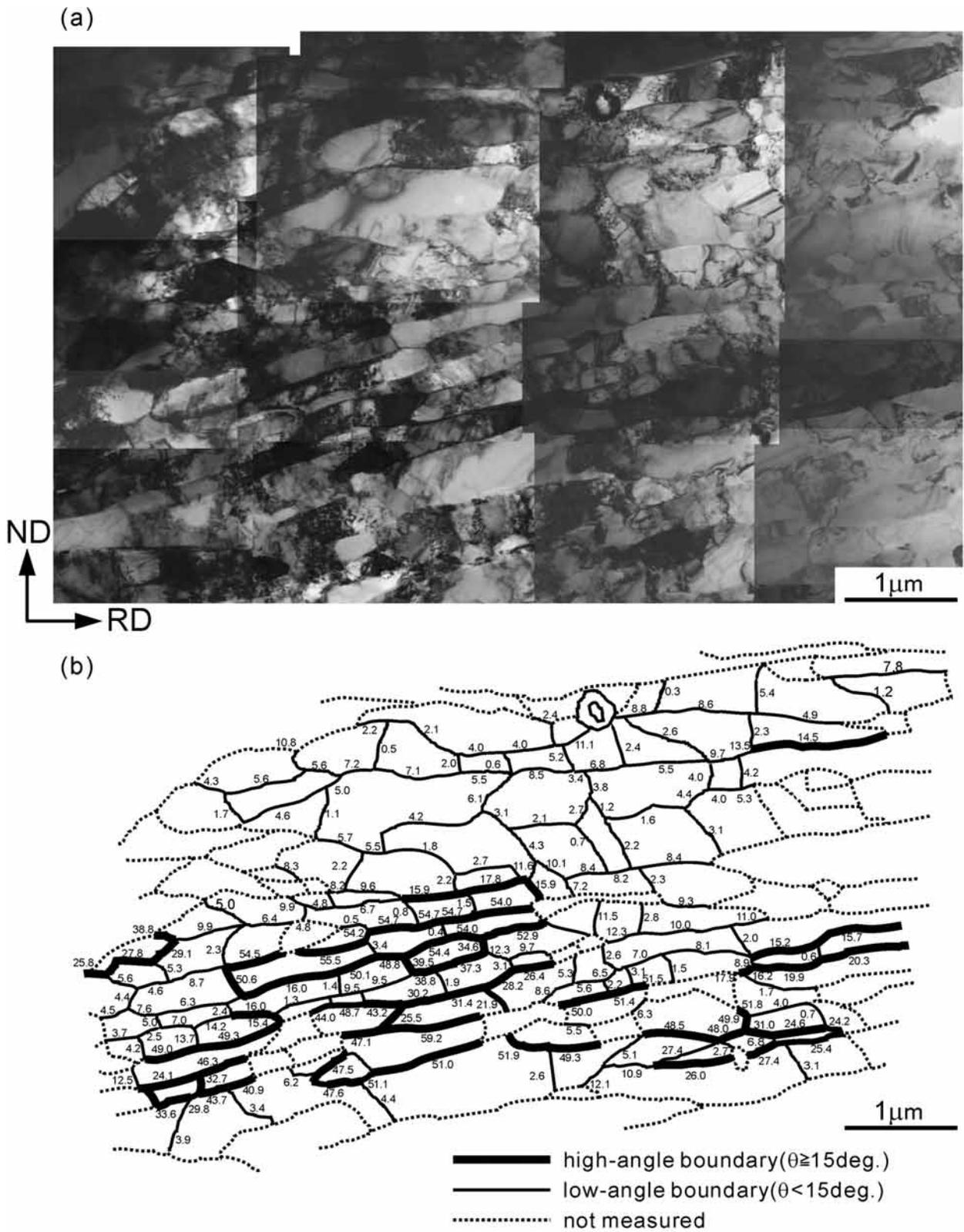


Fig.6.3 TEM microstructure (a) and corresponding misorientation map (b) of the IF steel ARB processed by 3 cycle ($\epsilon_{\text{roll}}=2.4$) at 500°C . Observed from TD.

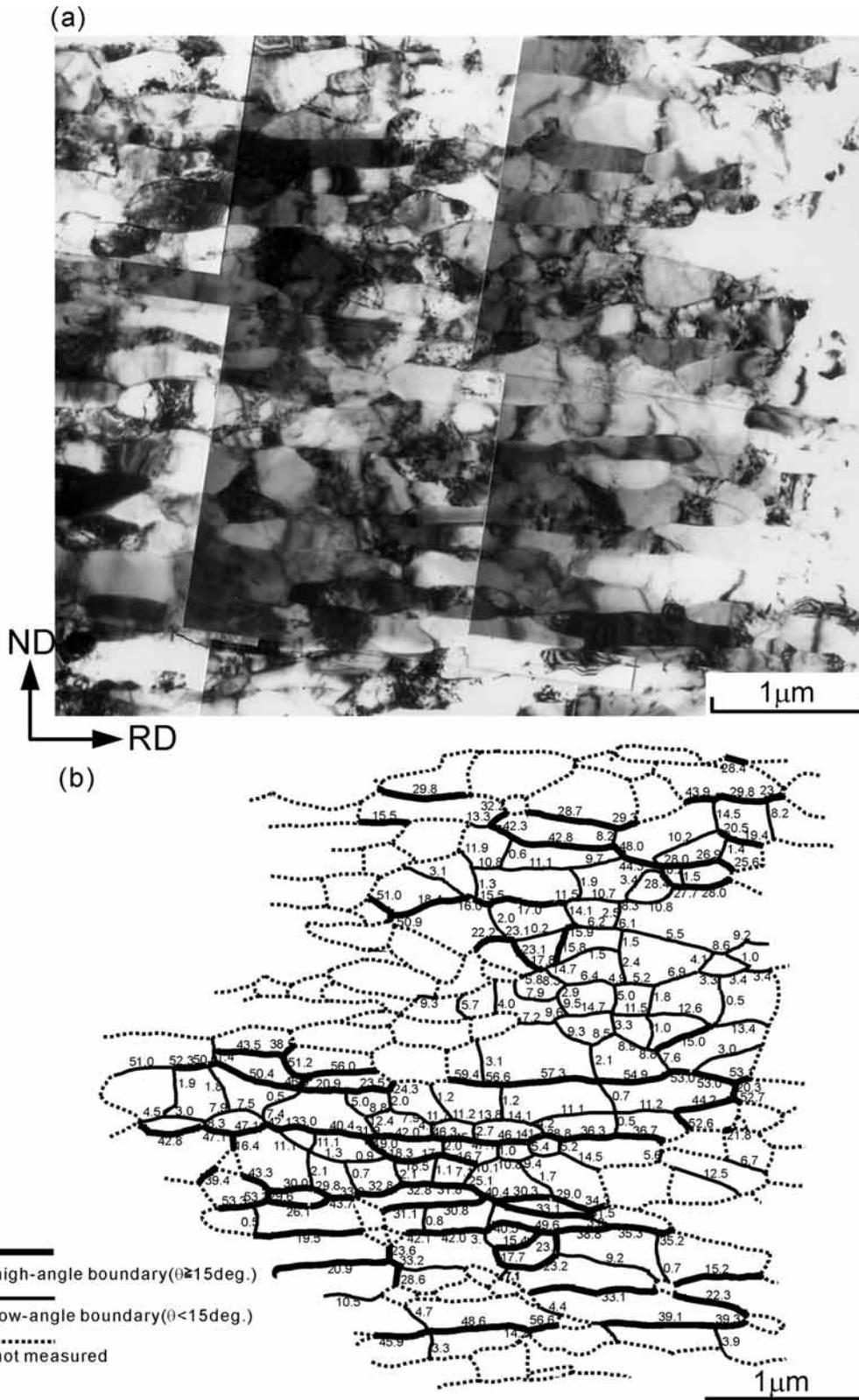


Fig.6.4 TEM microstructure (a) and corresponding misorientation map (b) of the IF steel ARB processed by 5 cycles ($\epsilon_{\text{ARB}}=4.0$) at 500°C. Observed from TD.

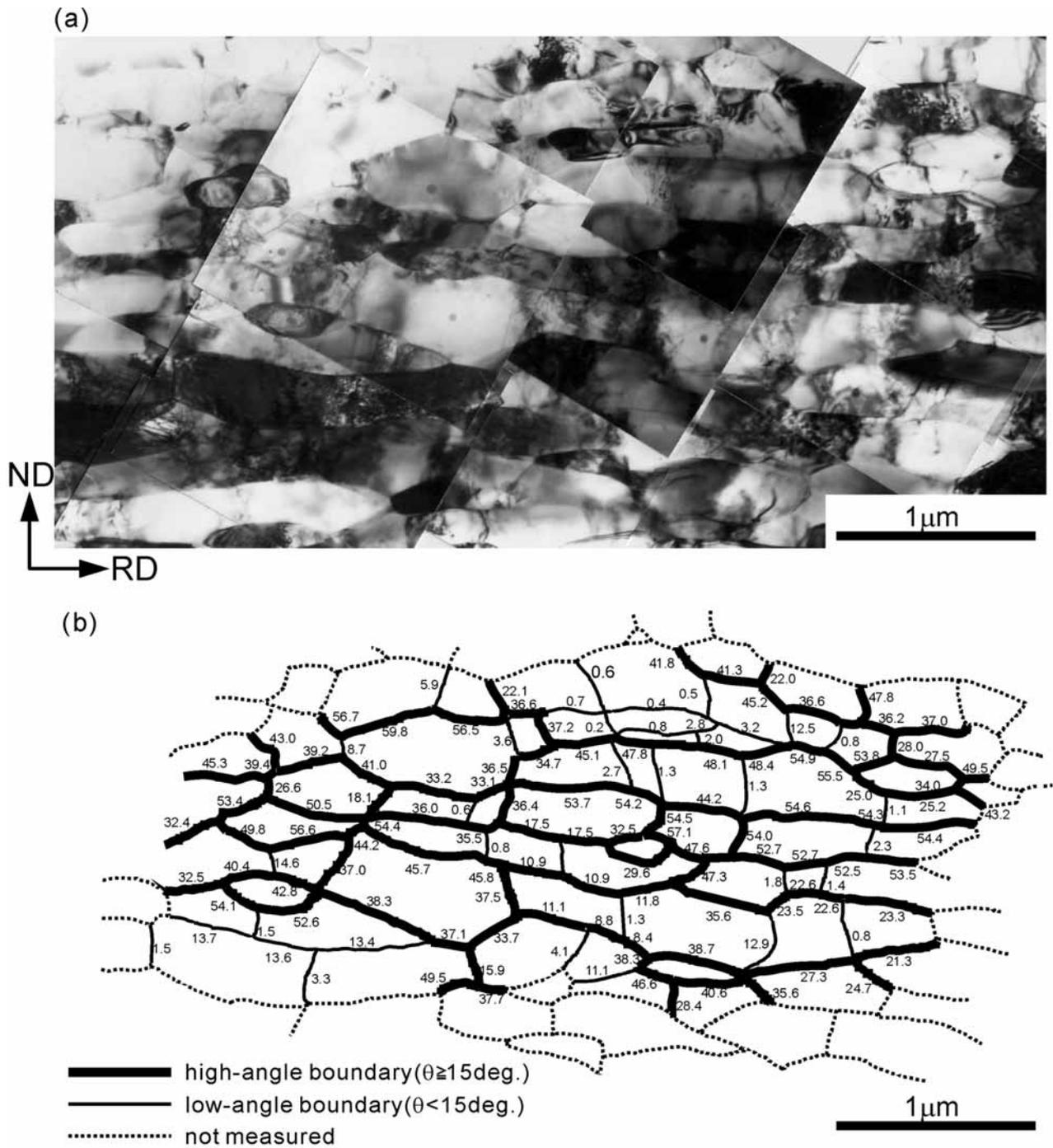


Fig.6.5 TEM microstructure (a) and corresponding misorientation map (b) of the IF steel ARB processed by 7 cycles ($\epsilon_{\text{roll}}=5.6$) at 500°C . Observed from TD.

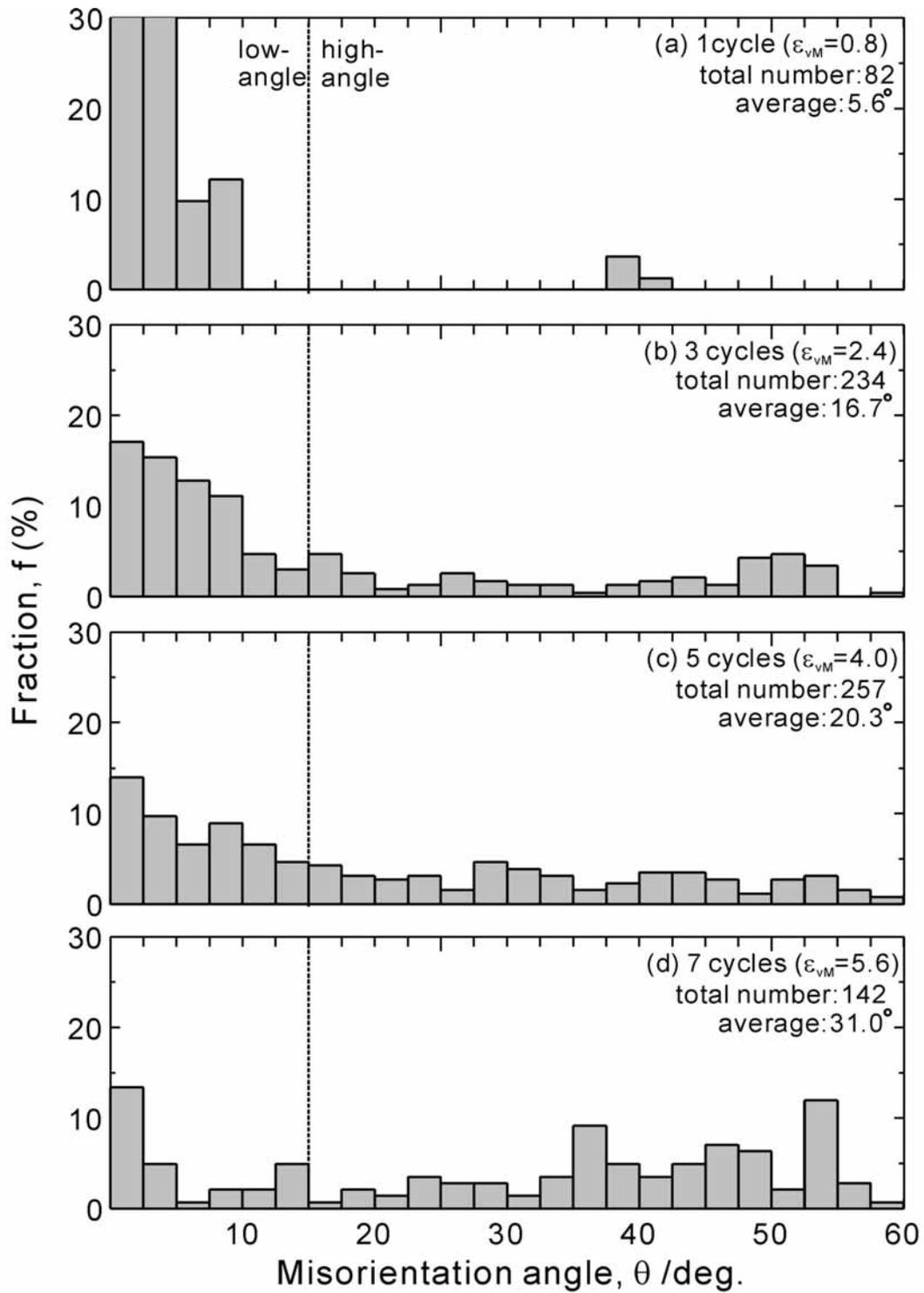


Fig.6.6 Histograms showing the distribution of misorientation angle of the boundaries in the IF steel ARB processed by 1 cycle ($\epsilon_{vM}=0.8$)(a), 3 cycles ($\epsilon_{vM}=2.7$)(b), 5 cycles($\epsilon_{vM}=4.0$)(c), and 7 cycles($\epsilon_{vM}=5.6$)(d) at 500°C.

が初期結晶中に多数導入され、それらによって結晶が微細に分断されてゆくことが明らかとなった。このような組織の形成過程はAlなどの積層欠陥エネルギーが中程度の金属においても見出されている[4-6]。Liuら[4]は冷間圧延により圧下率 99% ($v_M=5.0$)まで加工した際のAl中の組織の形成過程を調べており、上記と同じように、grain subdivisionにより初期粒が分断され、ひずみ 5.0 まで強加工すると、バウンダリの 70%が大角粒界からなる、ラメラ状の組織を得ている。すなわち、強ひずみ加工による超微細粒組織の形成機構は、基本的に塑性変形に伴うgrain subdivisionであると考えることができる。

ところで、上記に示したIF鋼の強ひずみ加工(ARB)は 500 において行われ、試料は毎回の接合圧延前に 500 で 10 分間保持された。従って上記のパンケーキ状微細粒組織は、この間の静的な組織変化、温間圧延中の動的な組織変化、そして圧延後冷却されるまでの静的な組織変化をも反映したものになっている。そこで、そうした高温における組織変化を排除し、またそれらが結晶粒超微細化に与える影響を明らかにするために、低炭素鋼の室温強ひずみ加工(ARB)を行った。Fig.6.7 は、フェライト・パーライト組織を出発組織として、室温ARBにより相当ひずみ、 $v_M=4.0$ まで強ひずみ加工された 0.13% C鋼のND面(a)、TD面(b)のTEM組織、およびARB後、560 で 1.8ks焼鈍を施した試料のND面(c)およびTD面(d)のTEM組織である。ARBまま材のND面観察(a)では、複雑な転位セル組織が観察された。図中に示しているSADパターンは、単一のネットパターンでは説明できない複雑なパターンを示し、大きな局所方位差が強ひずみ加工により導入されていることを示していた。一方、TD面観察では、圧延方向に伸長したラメラ状組織が認められた。この組織は、先に示した温間域で強ひずみ加工されたIF鋼ARB材(Figs.6.4-5)が有していたパンケーキ形状の超微細粒組織とは異なり、等軸的な形態を有していた。一方、ARB後、560 で 1.8ks焼鈍を施した試料のND面(c)では、明瞭なバウンダリに囲まれた超微細粒組織が観察された。また、TD面観察の結果、やや等軸化した伸長超微細粒組織が観察された。このことは、強ひずみ加工により得られるラメラ状組織は、温間域での焼鈍により等軸化する傾向を持つことを示している。いずれにせよ、これらの結果は、明瞭なバウンダリで囲まれた超微細粒の形成には、少なくとも回復過程が必要であることを示している。

以上の結果より、強ひずみ加工による結晶粒超微細化は、塑性変形によるgrain subdivisionと、回復による転位セルバウンダリから通常の粒界への変化(転位の再配列)、そして短距離の粒界移動によるより等軸的な形状の結晶粒への形状変化という一連の過程によるものであることが明らかとなった。

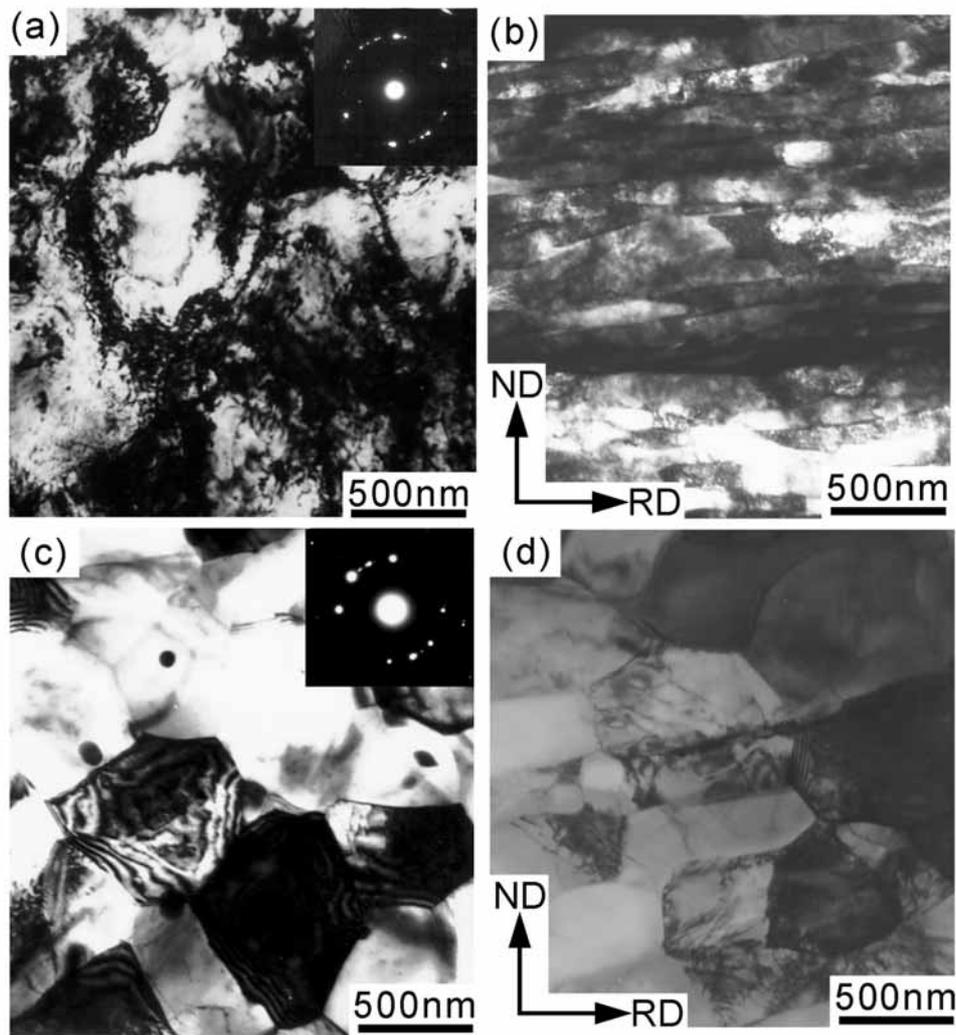


Fig.6.7 TEM microstructures of the 0.13% C steel ARB processed to an equivalent strain, ε_{eq} of 4.0 at ambient temperature (a,b) and subsequently annealed at 500°C for 1.8ks. Observed from ND (a,c) or TD (b,d).

6.4. マルテンサイトの冷間圧延・温間焼鈍における結晶粒超微細化機構

前節において、強ひずみ加工における結晶粒超微細化は、grain subdivision と回復により生じることを明らかにした。こうした機構・過程は、マルテンサイトを出発組織としたプロセスにおける結晶粒超微細化の場合にも、同様であろうと考えられる。例えば、強ひずみ加工された試料にはラメラ状組織が観察されたが、第2章で示したように、0.13% C 鋼のマルテンサイト組織を出発組織と

して、50%冷間圧延を施した場合にも、同様のラメラ状組織である大きな方位差を有するLDC組織が観察された。すなわち、マルテンサイトの冷間圧延・温間焼鈍プロセスでは、冷間圧延時に何らかの理由で grain subdivision が促進された結果、小さなひずみで超微細粒組織の基本組織であるラメラ状組織が得られ、その後の温間焼鈍によって回復が生じ、超微細粒組織が得られたものと考えられる。前節で述べた強ひずみ加工プロセスと、本研究の主題であるマルテンサイトの冷間圧延・温間焼鈍プロセスの間の最大の違いは、出発組織である。すなわち、出発組織をマルテンサイトとすれば、grain subdivision が促進されることを本研究の結果は示唆している。

マルテンサイト組織は(1)一種の微細粒組織であること、(2)複雑な組織形状を有すること、(3)高い転位密度を有すること、および(4)炭素の過飽和固溶体であることの4点の特徴を有する。これらのうちのどれが grain subdivision の促進しているのかを以下で検証する。

Hansen ら[3]は塑性変形により導入されるすべてのバウンダリは、形成機構の違いにより偶発的転位バウンダリ(Incidental Dislocation Boundary : IDB)と幾何学的に必要なバウンダリ(Geometrically Necessary Boundary: GNB)の二種類に分類されることを示した。IDBは同一のすべり系が活動している領域内での、活動転位の偶発的な堆積により生じ、一方で、GNBは活動するすべり系の種類や数(slip pattern)の異なる領域間に生じる[2-3]。先に示した、強ひずみ加工後の特徴的組織であるラメラ状組織(あるいはLDC組織)中には、二種のバウンダリが観察されるが、ラメラバウンダリはGNBに分類され、ラメラバウンダリを板厚方向に繋ぐバウンダリ(interconnecting boundary)の多くはIDBに分類される[4-5]。また、Hughes ら[5]やLiu ら[4]は、IDBとGNBのそれぞれの平均方位差はひずみの増大とともに大きくなることを示した。その結果GNBに比べると、IDBはひずみの増大ともなう平均方位差の増加の割合が小さく、大角粒界となりにくい事が明らかとなっている。塑性変形による結晶粒超微細化にとっては、大角粒界による grain subdivision が必要であるため、GNBの発生がまず重要である。GNBの詳細な形成機構に関しては議論があるところではあるが、少なくともGNBの形成には、その定義から考えて、隣接する小領域間で活動するすべり系の数や種類が異なることが必要である。このような領域の形成機構に関しては、Higashida ら[7]による、不均一変形の一つである変形帯の形成過程の研究を参考にすることが出来る。彼らは、FCC金属単結晶の引張試験により生じる変形帯(Kink band および Band of secondary slip)の形成機構を明らかにした。すなわち、変形帯形成の前駆段階として、局所湾曲すべり領域が形成されること、さらに、局所湾曲すべり領域は引張試験片のつかみ部近傍の変形が拘束される領域に生じやすいことを明らかにした。

変形の拘束効果は、粒界によっても生じると考えられる。実際に、Jago ら[8]は、鉄の引張変形の研究において、初期粒径が細くなるほど、変形帯やせん断帯などの不均一変形が多く観察されることを見出している。これらの結果は、初期結晶粒径が微細であるほど、結晶粒界の拘束効果により、不均一変形が促進され、GNBによる grain subdivision が促進されることを示唆している。

マルテンサイトは相変態ままで一種の微細粒組織を有している。第5章で示したように、マル

テンサイト組織の微細度はEBSD測定による有効粒径により記述できる。例えば 0.13% C鋼マルテンサイトのEBSD測定結果をFig.6.8 に示す。IQマップ(a)は、ラスマルテンサイトの形態をよく再現している。測定面法線方向の結晶方位を色で示したマップを(b)に示す。図中では、隣接測定点間の方位差が15度以上のバウンダリを黒い線で示している。測定された大角粒界の総長さより、有効粒径は $3.2\mu\text{m}$ であった。この結果は、マルテンサイトが実際に一種の微細粒組織であることを示す。出発組織のマルテンサイトが微細粒組織であったため、冷間圧延時のGNBによるgrain subdivisionが促進されたと考えられる。また、Fig.6.8 より、マルテンサイト中のパケットやブロックは複雑な形状を有していることが分かる。形状が複雑であれば、幾何学的に塑性変形を強く拘束するようになり、grain subdivisionを促進することが考えられる。実際にFig.6.9 に示した、0.13% C鋼の 50% ($v_M=0.8$)冷間圧延材のIQマップにおいて、矢印で表す位置に多くのせん断帯が観察された。これらのせん断帯はマルテンサイトの複雑な形態に起因するものと考えられる。このような、せん断帯の発生により、grain subdivisionが促進されたことも考えられる。

ところで、第1章で指摘したように、マルテンサイト組織は、微細粒組織という特徴のほかに、高い転位密度、炭素の過飽和固溶体という特徴を有する。すなわち、マルテンサイトを出発組織としたときのgrain subdivisionの促進は、マルテンサイトが一種の微細組織であることのみによってもたらされているとはまだ言えない。微細粒であること以外の特徴がgrain subdivisionに寄与しているか否かを検討するために、上記のマルテンサイトと同等の等軸微細粒組織を有するIF鋼を強ひ

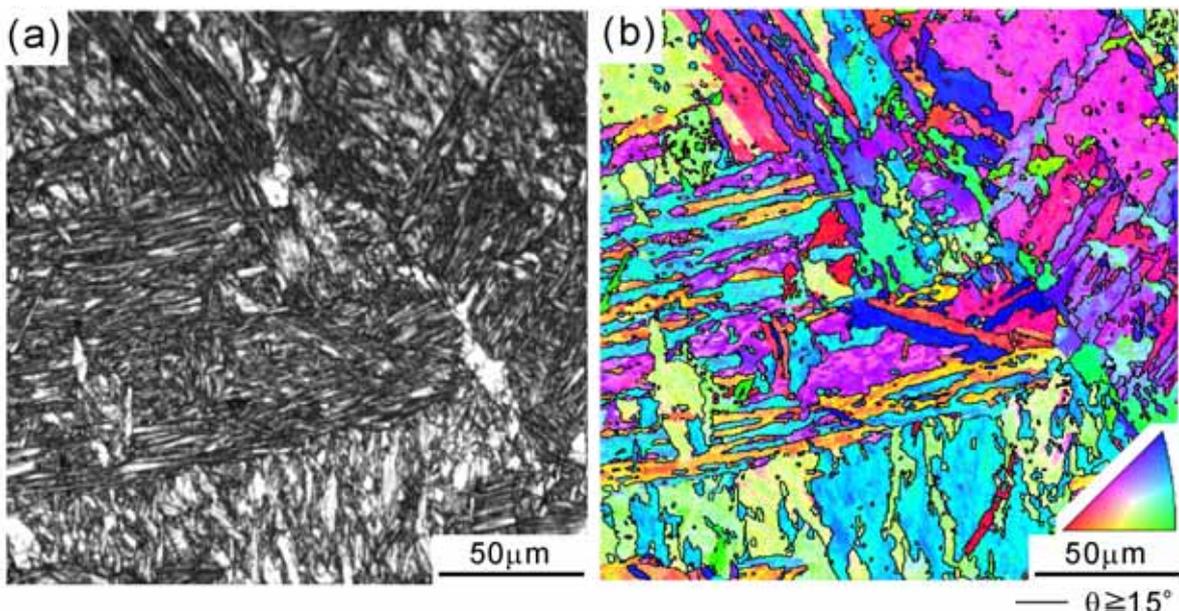


Fig.6.8 Image quality (IQ) map (a), orientation color map showing the normal direction of the observed plane (b) of the as-quenched martensite in the 0.13% C steel. The map (b) shows high-angle grain boundary.

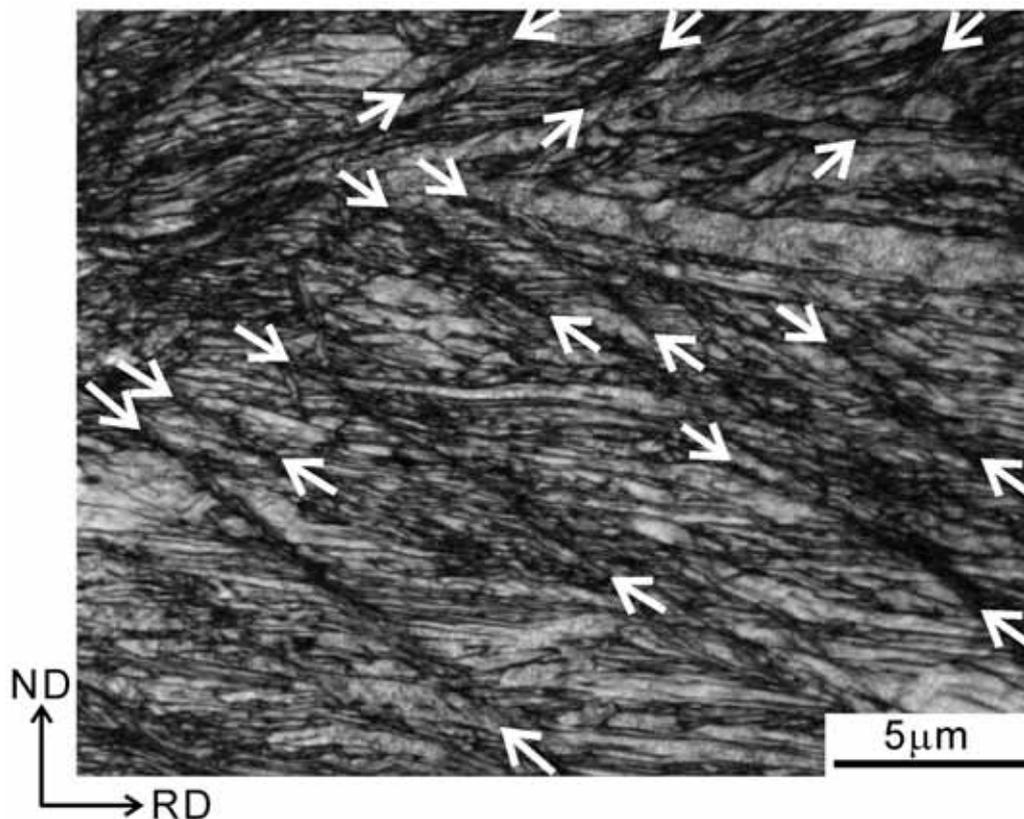


Fig.6.9 Image quality (IQ) map of the 0.13%C steel with martensite starting microstructure 50% cold-rolled ($\epsilon_{cr}=0.8$). Measured from TD by FE-SEM/EBSD.

ずみ加工と焼鈍により作製し、それを出発組織として 50% ($\epsilon_{cr}=0.8$)冷間圧延を施し、その組織を観察した。IF鋼の場合には、微細粒組織であっても、高い転位密度、炭素の過飽和固溶体、複雑な粒形状といった特徴は有していないため、微細粒組織の効果のみを取り出して議論することができる。

Fig.6.10(a)に、5 サイクル A R B 後、675 × 1.8 k s 焼鈍を施した IF 鋼の T D 面 T E M 組織 (Fig.6.8(a))を示す。Tsujiら[9]は、超微細粒組織を有する A R B 材に対して種々の条件で焼鈍を施すことにより、超微細粒域から粗粒域まで平均粒径を変化させることが可能であることを明らかにしている。ここでは、IF鋼の 5 サイクル ($\epsilon_{cr}=4.0$) A R B 材に対して、種々の焼鈍条件を検討した結果、675 × 1.8 k s 焼鈍により、0.13% C 鋼マルテンサイトの有効粒径 (3.2 μ m) とほぼ同じ結晶粒径 (3.5 μ m) の等軸微細粒組織を得ることができた。また、得られた微細粒の内部には転位は殆ど観察されなかった。次にこの 675 × 1.8 k s 焼鈍材を出発組織として、50%冷間圧延を施した試料の T E M 組織を Fig.6.8 (b) に示す。圧延材の多くの領域は、圧延方向に伸長した転位セル組織を示すが、一部の領域では等軸形状の転位セル組織も観察される。このような組織の違いは、結晶方位依存性によるものであると考えられる。マルテンサイトの加工材、あるいはフェ

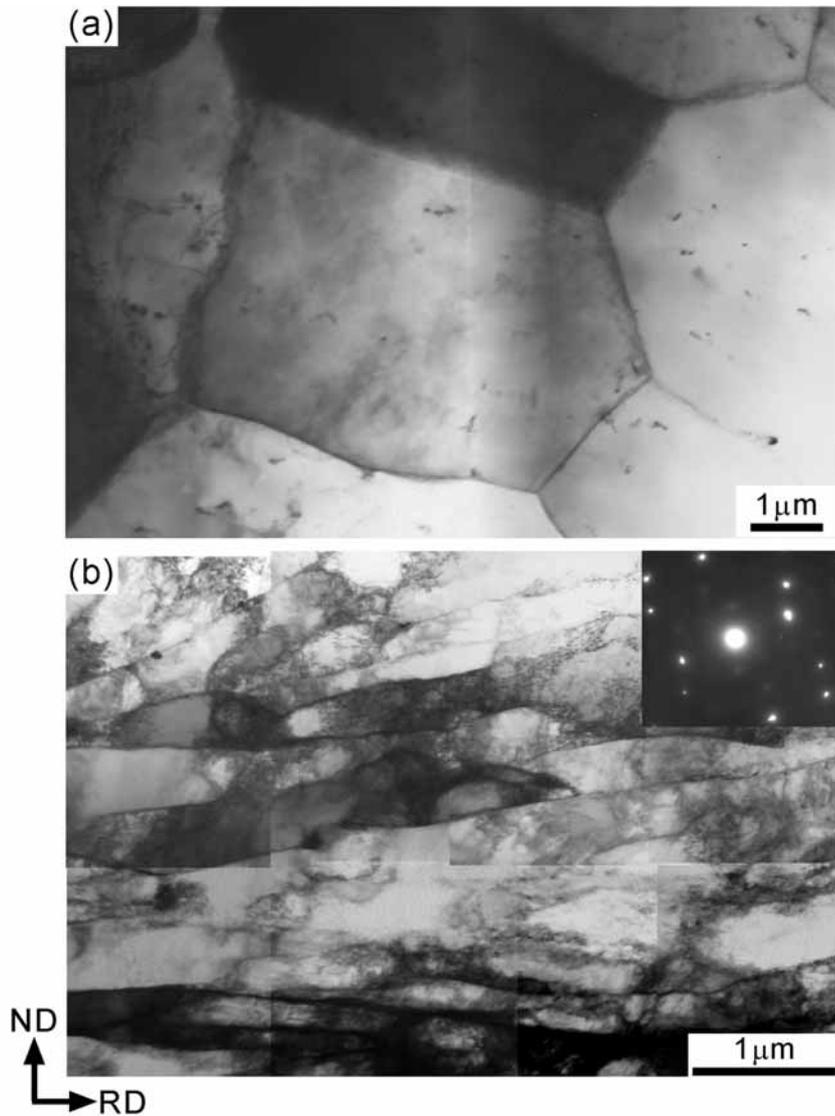


Fig.6.10 TEM microstructures of the IF steel ARB processed to a strain of 4.0 and annealed at 675°C for 1.8ks (a) and subsequently 50% ($\epsilon_{\text{roll}}=0.8$) cold-rolled (b). Observed from TD.

ライトを強ひずみ加工した場合に観察された超微細ラメラ組織は観察されなかった。伸長した転位セルの平均厚さは340nmであり、0.13% C鋼マルテンサイトの冷間圧延材で観察されたLDC組織の平均ラメラ間隔(60nm)よりも、約5.5倍大きい。また、図中には、直径1.6 μm の制限視野絞りを用いて採取したSADパターンを示す。SADパターンは単一のネットパターンを示した。このことは、得られたラメラ状転位セル組織中は小さな方位差しか持たないことを示している。ここで示したIF鋼の圧延前の組織は、微細粒組織を有していたが、固溶炭素を含まず、結晶粒は等軸

形状を示し、さらに、粒の内部には転位は観察されなかった。したがって、grain subdivision の促進に寄与している要因としては、初期組織が微細組織であることに加えて、マルテンサイト組織の他の特徴(高い転位密度、炭素の過飽和固溶体および複雑な形状)も複合的に寄与していることを示している。

そこで次に、マルテンサイトが炭素の過飽和固溶体である事による影響について考察する。第 5 章において、同じ有効粒径を有するものの含有炭素量が異なるマルテンサイトを 50% ($v_M=0.8$) 圧延した場合、ラメラバウンダリの平均間隔が小さくなり、さらに大角粒界の数が増大することを明らかにした (Fig.5.12-13)。この結果は、マルテンサイト中の含有炭素量が増大すれば、grain subdivision が促進されることを示唆している。しかし、マルテンサイトにおいて含有炭素量を変化させた場合、固溶炭素量が増加すると同時に転位密度も増大する (Fig.1.5) ため、grain subdivision が促進された理由として、二者(固溶炭素量および転位密度)のどちらが主要な影響を及ぼしているのか、断定できない。

Belyakovら[10]は、ステンレス鋼 (JIS-SUS304) を用いて、ほぼ同じ平均粒径を有し、粒の内部に高転位密度 ($0.5 \times 10^{15} \text{m}^{-2}$) を有する試料と、粒の内部に殆ど転位を含まない試料の二種の試料に対して、繰り返し圧縮変形による強ひずみ加工を施した場合の組織の発達過程を詳細に報告している。その結果、初期粒内に高密度の転位が存在しても、grain subdivision には影響を殆ど及ぼさないことを明らかにした。この結果より、マルテンサイト組織の特徴の一つである、高密度の転位の存在は、grain subdivision に大きな影響を及ぼさないことが推測される。従って、先に述べた第 5 章で示された結果は、マルテンサイトが炭素の過飽和固溶体であることが、grain subdivision の促進に大きく寄与していることが示唆される。

では、固溶炭素を含めばなぜ grain subdivision が促進されるのであろうか。固溶炭素と転位の相互作用により転位の易動度が低下することが知られている[11]。一般に、ひずみ ϵ は可動転位密度 ρ 、転位の移動距離 x 、およびバーガースベクトル b の積として、

$$\epsilon = b x \rho \quad (6 \cdot 1)$$

と示される。したがって同じひずみを与えた場合、転位の易動度が低い場合は転位の移動距離が小さくなり、可動転位密度が増大する。一方、Kuhlmann-Wilsdorf[12]は同一すべり系の刃状転位が Taylor 格子状に配列した場合、それらの転位の応力場により二次すべり系の活動が促進されることを示した。したがって、転位密度の増大により、二次すべり系の発生が生じやすくなり、それらの種類や量 (slip pattern) が隣接領域間で異なれば、GNB が発生する。従って、固溶炭素の増大により、GNB による grain subdivision が促進されうると考えられる。

以上のように、マルテンサイト組織の 4 つの特徴を検討した結果、少なくとも、微細粒組織であること、複雑な形状を有していたこと、および炭素の過飽和固溶体であることが grain subdivision を促進した可能性がある。特に、炭素の過飽和固溶体であることは、grain subdivision を大きく促進した可能性が考えられる。

以上の考察から、マルテンサイト組織を出発組織に用いなくとも、出発組織の適当な変更により、小さなひずみの塑性変形で結晶粒超微細化が達成される方策が考えられる。例えば、鑄造などの加工熱処理の前プロセスで、出発組織の粒径を出来るだけ小さくしておくことや、転位の易動度を大幅に下げることが可能であるような合金成分を添加することにより、強ひずみ加工を行わなくとも超微細粒組織が得られる可能性が考えられる。あるいは、上記のような出発組織の調整を施した試料に対して、強ひずみ加工プロセスを施せば、これまで得られている超微細粒組織よりも、さらに微細な組織が実現できる可能性もありえるであろう。

6.5 結言

本章では、マルテンサイトの冷間圧延・温間焼鈍による、結晶粒超微細化機構について議論した。

- (1) フェライト・パーライト組織あるいはフェライト組織を出発組織として、ARB による強ひずみ加工を行い、強ひずみ加工による結晶粒超微細化機構を明らかにした。強ひずみ加工の微細化機構は、塑性変形により導入された大角粒界による初期結晶粒の分断 (grain subdivision) と回復によるものである。
- (2) マルテンサイトを出発組織とした場合、小さなひずみで強ひずみ加工材相当の組織であるラメラ状転位セル組織が形成されていた。このことはマルテンサイトの組織的特徴が grain subdivision を大きく促進することを示唆している。
- (3) 4つのマルテンサイトの組織的特徴(微細粒組織、複雑な形状、高い転位密度、炭素の過飽和固溶体)が grain subdivision を促進する機構について検討したが、特に固溶炭素量が増大すると、grain subdivision が特に促進されることを明らかにした。

参考文献

- [1] 紙川尚也, 辻 伸泰, 齋藤好弘, 鉄と鋼, 89 (2003), 273.
- [2] N.Hansen, D.Juul Jensen, Phil. Trans. R. Soc. Lond., A357(1999), 1447.

- [3] D.Kuhlmann-Wilsdorf and N.Hansen: *Scripta Metall.*, 25 (1991), 1557.
- [4] Q.Liu, X.Huang, D.J.Lloyd and N.Hansen: *Acta Mater.* vol. 50 (2002), p. 3789
- [5] D.A.Hughes and N.Hansen: *Acta Mater.* vol. 48 (2000), p. 2985
- [6] X.Huang, N.Tsuji, N.Hansen and Y.Minamino: vol. A340 (2002), p.265
- [7] K.Higashida, J.Takamura, and N.Narita, *Mater. Sci. Engng.*, 1986, 81, 239.
- [8] R.Jago and N.Hansen, *Acta Metall.*, 34(1986), 1711.
- [9] N.Tsuji, Y.Ito, Y.Saito and Y.Minamino, *Scripta Mater.*, 47(2002), 893.
- [10] A.Belyakov, K.Tsuzaki, H.Miura and T.Sakai, *Acta Mater.*, 51(2003), 847.
- [11] 鈴木平, 吉永日出男, 竹内 伸, 「転位のダイナミックスと塑性」, 昇華房, (1985).
- [12] D,Kuhlmann-Wilsdorf, and N.R.Comins, *Mater. Sci. Eng.*, 60(1983), 7.

第7章 総括

本研究では、鋼のマルテンサイトを出発組織とした新しい加工熱処理による結晶粒の超微細化と高強度化について研究した。以下に得られた結果を総括する。

第1章は序論であり、本研究の背景を述べた。

第2章では、普通低炭素鋼(0.13%C:JIS-SS400)に対して、マルテンサイトを出発組織とし、圧下率 50% ($v_M=0.8$)の冷間圧延と温間域での焼鈍を施すことにより、結晶粒超微細化が可能であることを示した。マルテンサイトを出発組織として、圧下率 50% (相当ひずみ $v_M=0.8$)まで冷間圧延された低炭素鋼には特徴的な三種類の組織、(a)圧延方向に伸長したラメラ状転位セル組織(LDC組織)、(b)不規則に屈曲したラメラ状組織(IBM組織)および(c)せん断帯を伴う座屈したマルテンサイトラス組織(KL組織)が観察された。LDC組織が最も広い領域で観察され、また、ラメラバウンダリの平均間隔は60nmと非常に微細であった。LDC組織は大きな局所方位差を有しており、強ひずみ加工された金属に観察されるlamellar boundary組織と同様の特徴を有していた。また、温間(500)焼鈍により、平均粒径 180nmの超微細フェライト粒組織が得られた。超微細フェライト粒のバウンダリの結晶方位差を評価したところ、70%以上が方位差 15 度以上の大角粒界であった。温間焼鈍材は超微細フェライト粒組織に加えて、炭化物が均一に分散しており、また、一部には焼戻マルテンサイト組織も存在する複相超微細粒組織であった。

第3章では、マルテンサイトの冷間圧延・温間焼鈍により得られる複相超微細粒組織の室温引張特性と靱性を明らかにした。マルテンサイトを出発組織として圧下率 50% (相当ひずみ, $v_M=0.8$)の冷間圧延を施した 0.13%C鋼は、引張強さで約 1.5GPaという高強度化を示すが、均一伸び、および全伸びは数%程度に限られていた。500 から 550 までの温間域の焼鈍により得られた複相超微細粒材は、引張強さ 900MPa近傍の高強度を保ちつつ十分な均一伸び、及び全伸びを示した。微小衝撃試験の結果、複相超微細粒組織を有する 550 x1.8ks焼鈍材が、優れた室温靱性(衝撃吸収エネルギー)を示すのみならず、-190 の低温でも延性破壊を示すことが明らかとなった。また、複相超微細粒材料が優れた強度-延性バランスを示した理由は、複相組織の成分の一つである均一に分散した炭化物により、超微細粒組織内の加工硬化が促進され、塑性不安定現象の発現が引張変形の後期まで抑制されて、より大きな均一伸びが得られたものと考えられた。複相超微細粒組織が優れた靱性を示した原因は、複相超微細粒組織中の結晶粒界や析出物は、いずれも亀裂の進展を抑制する障害になりえることであると考えられる。特に、析出物はマトリクスの加工硬化を促進するため、亀裂先端近傍の塑性変形域の強度上昇をもたらし、クラック進展を抑制すると考えられた。

第4章では、マルテンサイトの冷間圧延・温間焼鈍により得られる材料の組織と室温引張特性に及ぼす圧下率の影響を明らかにした。マルテンサイトを出発組織とした場合、圧下率の増大とともに、著しい高強度化が達成される。70% ($v_M=1.5$) 圧延材の引張強さは、受入材(フェライト・パーライト組織)の約4倍の1.6GPaに達する。ただし、圧延材の伸びは均一伸びで数%程度と非常に小さくなった。圧延材には、3種類の特徴的な組織が観察されるが、圧下率に関わらず、主な組織はラメラ状転位セル組織(LDC組織)である。圧下率の増大と共に、LDC組織の割合が増大してゆき、70% ($v_M=1.5$) 圧延材ではほぼ全面がLDC組織となった。またLDC組織を構成するラメラバウンダリの間隔は、圧下率の増大とともに減少し、70%圧延で56nmまで微細となった。圧下率25% ($v_M=0.3$)、または圧下率50% ($v_M=0.8$)の圧延を施した場合、高い強度を保ちつつ十分な延性が回復する焼鈍条件を、温間域に見出すことができる。一方で、70% ($v_M=1.5$) 圧延材では、不連続再結晶が生じ、低温焼鈍で強度が大きく低下し、強度と延性を両立させるような焼鈍条件を見出すことは困難であった。いずれの圧下率の圧延を行った場合でも、500×1.8ks焼鈍により超微細粒組織が得られた。さらに高温で焼鈍すると、粒径数 μm にまで粗大化した再結晶粒が生じるが、再結晶温度は圧下率の増大とともに低下した。また、再結晶温度と強度が大幅に低下する温度は良い一致を示した。均一伸びで延性を評価した場合、強度-延性バランスは中間の圧下率である50%冷間圧延・焼鈍材が最も優れていた。70%冷間圧延材の場合は、延性が回復する前に不連続再結晶粒が生じるため、また25%圧延材の場合は冷間圧延における強度の上昇が不十分であったためであると考えられる。

第5章では、マルテンサイトの冷間圧延・温間焼鈍された鋼の組織と室温引張特性に及ぼす含有炭素量(0.20wt% Cまで)の影響を明らかにした。含有炭素量の増加に伴い、50%冷間圧延により得られるLDC組織中のラメラ間隔が微細になる。また、含有炭素量の増加とともに、圧延時に導入される大角粒界の量が増加する。500×1.8ks焼鈍を行った場合、含有炭素量が多いほど、微細でかつ等軸的な超微細粒組織が得られる。また、含有炭素量の増加に伴い、炭化物の体積率は増大するものの、サイズに大きな違いはみられない。強度-延性バランスは、含有炭素量の有無により大きく変化する。複相超微細粒組織を有する鋼は、含有炭素量の増大とともに、より高強度で大きな延性を示す傾向がみられた。この原因の一つには、含有炭素量が増大すると、析出物の体積率が増大するため、加工硬化率の増大が促進されたことが考えられた。

第6章では、マルテンサイトの冷間圧延・温間焼鈍による、結晶粒超微細化機構について議論した。フェライト・パーライト組織あるいはフェライト組織を出発組織として、ARBによる強ひずみ加工を行い、強ひずみ加工による結晶粒超微細化機構を明らかにした。強ひずみ加工の微細化機構は、塑性変形により導入された大角粒界による初期結晶粒の分断(grain subdivision)と回復によるものである。マルテンサイトを出発組織とした場合、grain subdivisionが促進され、小さなひずみでラメラ状転位セル組織が形成される。Grain subdivisionが促進された原因は、出発組織のマルテンサイトの組織的特徴にあると考えられた。4つのマルテンサイト組織の特徴(微細粒組

織、複雑な形状、高い転位密度、炭素の過飽和固溶体)が grain subdivision を促進する機構について検討したが、特に固溶炭素量が増大すると、grain subdivision が特に促進されることを明らかにした。

以上に示したように、本研究において、低炭素鋼の結晶粒超微細化の新たな方策と強靱な超微細粒材料を得るための指針を見出すことができた。

謝辞

本研究は、大阪大学大学院工学研究科教授 南埜宜俊先生および同助教授 辻 伸泰先生のご指導のもと、遂行されました。至らぬ著者に対して、懇切丁寧にかつ忍耐強くお教えいただいた両先生に心から感謝申し上げます。

また、本論文を作成するに際し、大阪大学大学院工学研究科教授 北川 浩先生および同教授 掛下 知行先生には、ご多忙中、懇切なご教唆、ご助言をいただきました。TEM 内での菊池線解析に当たっては、京都大学大学院工学研究科材料工学専攻教授の牧 正志先生、同助教授 古原 忠先生および同助手の森戸 茂一先生にご協力頂きました。また、大阪大学大学院工学研究科助手 小泉 雄一郎先生、大阪大学名誉教授 齋藤 好弘先生、デンマーク リソー国立研究所の X.Huang 博士および N.Hansen 博士には、種々のご指導、ご助言をいただきました。心より御礼申し上げます。

さらに、本研究の遂行に際し、日本学術振興会特別研究員として科学研究費補助金(特別研究員奨励費)、文部科学省21世紀 COE プログラム「構造・機能先進材料デザイン研究拠点の形成」より研究補助金を受けたことをここに記し、謝意を示します。

最後に、本研究の実施に際してご協力頂いた伊藤良規氏(現 IHI)を始めとする、旧齋藤研究室の皆様や、南埜研究室の皆様に心から感謝いたします。

本研究に関わる研究業績

< 学術雑誌論文 (4 件) >

- (1) R.Ueji, N.Tsuji, Y.Minamino, Y.Koizumi.
“Effect of rolling reduction on ultrafine grained structure and mechanical properties of low-carbon steel thermomechanically processed from martensite starting structure”,
Science and Technology of Advanced Materials. (2003) *in press*
- (2) R.Ueji, N.Tsuji, Y.Minamino, Y.Koizumi.
“Ultragrain refinement of plain low carbon steel by cold-rolling and annealing of martensite”,
Acta Materialia., **50** (2002), pp.4177-4189.
- (3) N.Tsuji, R.Ueji, Y.Minamino, Y.Saito.
“A new and simple process to obtain nano-structured bulk low-carbon steel with superior mechanical property”,
Scripta Materialia, **46** (2002), pp.305-310.
- (4) 辻 伸泰, 上路林太郎, 斎藤好弘.
「繰り返し重ね接合圧延により強ひずみ加工された極低碳素鋼における超微細結晶粒」,
まてりあ, **39** (2000), p.961.

< 国際会議等論文 (7 件) >

- (1) R.Ueji, N.Tsuji, Y.Minamino, Y.Koizumi.
“Microstructure and mechanical properties of ultrafine grained low carbon steel fabricated by conventional cold-rolling and annealing of martensite (martensite process) ”,
Proc. of Int. Symp. on Ultrafine Grained Materials III, Edited by Y.T.Zhu, T.G.Langdon, R.Z.Valiev, S.L.Semiatin, D.H.Shin and T.C.Lowe, TMS(The Minerals, Metals & Materials Society), (2004).
Submitted.
- (2) R.Ueji, N.Tsuji, Y.Minamino, Y.Koizumi.
“Effect of reduction and carbon content on the mechanical properties of the multiphased ultrafine grain-steels fabricated by martensite cold-rolling and annealing”,
Proc. of the 7th STX-21 workshop, NIMS (National Institute of Materials Science), pp.322-323, Tsukuba, Japan, (2003).
- (3) R.Ueji, N.Tsuji, Y.Minamino, Y.Koizumi, Y.Saito.
“Mechanical properties of nano-structured plain low-carbon steels produced by conventional cold-rolling and annealing of martensite starting microstructure”,
Proc. of Int. Symp. on Ultrafine Grained Materials II, edited by Y. T. Zhu, T. G. Langdon, R. S. Mishra, S. L. Semiatin, M. J. Saran and T. C. Lowe, TMS, pp.399-408, Seattle, USA, (2002).

- (4) N.Tsuji, R.Ueji, Y.Saito, Y.Minamino.
"Formation process of ultrafine grains during intense straining of low-carbon steels",
 Proc. of the 5th STX-21 workshop, NRIM (National Research Institute of Materials), pp.308-309, Tsukuba,
 (2001).
- (5) N.Tsuji, R.Ueji, Y.Saito, Y.Koizumi, Y.Minamino.
"A novel process to obtain nanostructured low-carbon bulk steel with high strength",
 Proc. of the 22nd Risø Int. Symp. on Materials Science "Recrystallization Fundamental Aspects and
 Relations to Deformation Microstructure", pp.407-415, Risø National Laboratory, Roskilde, Denmark,
 (2001).
- (6) N.Tsuji, R.Ueji, Y.Ito, Y.Saito.
"In-situ recrystallization of ultra-fine grains in highly strained metallic materials",
 Proc. of the 21st Risø Int. Symp. on Materials Science, "Recrystallization Fundamental Aspects and
 Relations to Deformation Microstructure", pp.399-424, Risø National Laboratory, Roskilde, Denmark,
- (7) N.Tsuji, R.Ueji, Y.Minamino.
"Microstructure, texture and mechanical properties of ultrafine grained IF steel",
 Proc. of Int. Forum. for the Properties and Application of IF steels (IF STEELS), pp.347-356, Chiba, Japan,
 (2003).

その他参考となる研究業績

< 学術雑誌論文 (4 件) >

- (1) N.Hansen, X.Huang, R.Ueji, N.Tsuji.
"Strength and structure after large strain deformation",
 submitted to *Materials Science and Engineering A*. (2003)
- (2) 北原弘基, 上路林太郎, 辻 伸泰, 南埜宜俊.
'EBSP 法による 30wt%Ni 鋼のレンズマルテンサイトの結晶学的解析',
 まてりあ, **42** (2003), in press.
- (3) R.Ueji, X.Huang, N.Hansen, N.Tsuji, Y.Minamino.
*"Quantitative analysis of structure-strength relation of commercial purity aluminium deformed by
 accumulative roll-bonding and annealing at low temperature"*,
 Materials Science Forum, **426-432** (2003), pp.405-410.
- (4) N.Tsuji, R.Ueji, Y.Minamino.
"Nanoscale crystallographic analysis of ultrafine grained steel fabricated by ARB process",
 Scripta Materialia, **47** (2002), pp.69-76.