

## 論 文

UDC 669.14.018.24 : 539.374 : 620.186.8

## 実用軸受鋼の超微細結晶粒化と超塑性

岡出 元宏\*・時実 正治\*<sup>2</sup>・Oleg. D. Sherby\*<sup>3</sup>

## Grain Refinement and Superplastic Behavior in a Commercial Bearing Steel

Motohiro OKADE, Masaharu TOKIZANE, and Oleg. D. SHERBY

## Synopsis :

An ultra-fine-grained SUJ-2 steel was obtained by applying one of thermomechanical processing routes developed in UHC-steel. This material showed the high elongation-to-failure values of 400~840% at warm temperature between 650 and 730°C over a range of initial strain rates from  $1 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$  to  $8 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ . The value of  $m \approx 0.33$  and the activation energy of 195 kJ/mol was obtained for the deformation process in this range. From these results, it could be concluded that grain boundary sliding is not totally dominating the deformation process of the present material although superplastic flow plays an important role in the region studied.

## 1. 緒 言

炭素 1~2.1 wt% を含む超高炭素鋼 (UHC-鋼) を、極めて微細なフェライト結晶粒と球状セメンタイトからなる組織にする一連の加工熱処理法が、1975年に、SHERBY とその共同研究ら<sup>1)2)</sup> によつて開発された。これらの方法によつて処理された材料は、温間で超塑性を示すとともに、室温での強度と靱性がすぐれている<sup>3)</sup> ので、新しい構造用材料として注目されている。さらに、この加工熱処理法を例えば 52100 軸受鋼 (1 wt% C-1.5 wt% Cr) のようないくつかの実用高炭素鋼に適応して、超塑性を与え得ることがすでに示されている<sup>4)</sup>。

本研究では、このような加工熱処理法を、現在、日本で最も広範囲に使用されている SUJ-2 実用軸受鋼に適用してみたところ、ほぼ期待どおりの超微細 2 相組織鋼を得ることができた。本報は、この加工熱処理した SUJ-2 鋼の、650~730°C の温度域 (フェライト+セメンタイト域) における超塑性変形挙動を検討したものである。

## 2. 材料の加工熱処理法と実験方法

## 2.1 材料とその加工熱処理法

本研究に使用した SUJ-2 鋼は、球状化焼鈍状態の

φ 80 mm の棒状で購入したものである。その化学組成は Table 1 に示すごとくである。購入状態の材料の組織 (5% ナイタル腐食) は、Photo. 1 に見られるごとく、粒径 10~20 μm のフェライト地と、0.5~2.0 μm の球状セメンタイト粒からなるものである。

このような丸棒を 1100°C 内外の温度で、55 mm × 50 mm × 1000 mm のピレットに鍛造し、これより約 50 mm 長さのブロックを切り出した。そしてこれらのブロックに Fig. 1 (a) に示すような加工熱処理を施した。すなわちブロックを 1150°C に 1 h 加熱後 650°C まで空冷し、この温度で等温的に圧延を行つた。この等温圧延は 55 mm 厚さから最終厚さ 4 mm まで (真歪み  $\epsilon = -2.62$ )、1 パス当たりの圧下率 15% 内外で、各パス間で炉中加熱を行いながら繰り返して圧延 (16 パス) によつて行つた。圧延した板材には、さらに Fig. 1 (b) に示すような熱処理サイクルを加えた。

圧延のままの試片、圧延材を 770°C × 30 min O. Q. した試片 (これは Fig. 1 (b) の熱処理サイクルの第 1 段階を行つた状態に対応する)、ならびにこれをさらに 650°C × 30 min A. C. した試片 (これは Fig. 1 (b) の熱処理サイクルを完了した状態に対応する) の走査電子顕微鏡による組織写真をそれぞれ Photo. 2 (a) ~ (c) に示す。650°C での温間加工により、パー

昭和 55 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 56 年 2 月 24 日受付 (Received Feb. 24, 1981)

\* 立命館大学大学院 (Graduate School, Ritsumeikan University)

\*<sup>2</sup> 立命館大学理工学部 (Faculty of Science and Engineering, Ritsumeikan University, Kitamachi Tojiin Kita-ku Kyoto 603)\*<sup>3</sup> Stanford University Ph. D.

Table 1. Chemical composition of the steel.  
(wt%)

	C	Si	Mn	P
SUJ-2	0.75	0.29	0.32	0.015
	S	Cr	Mo	O
SUJ-2	0.014	1.29	0.02	0.0012

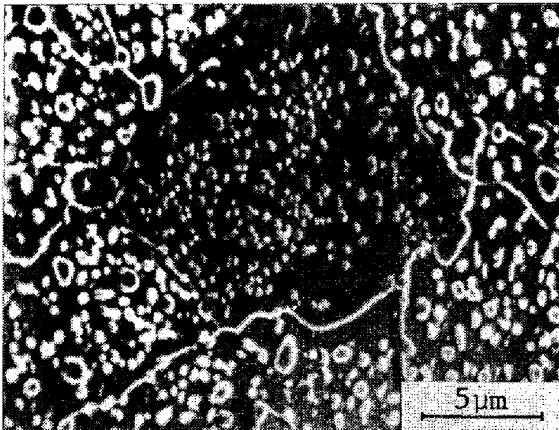
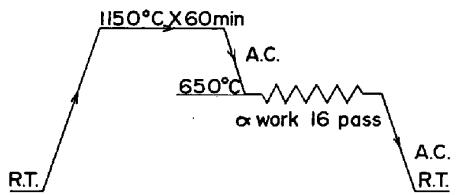
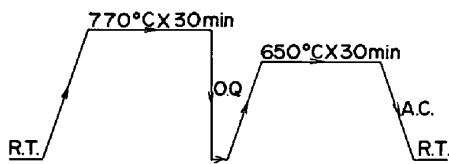


Photo. 1. Scanning electron micrograph of the steel in the as-received condition. (etched by 5% Nital)



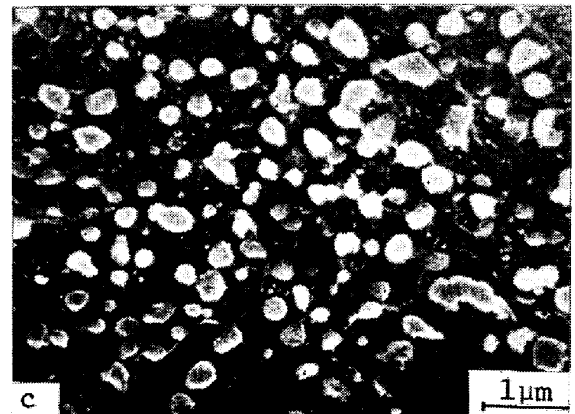
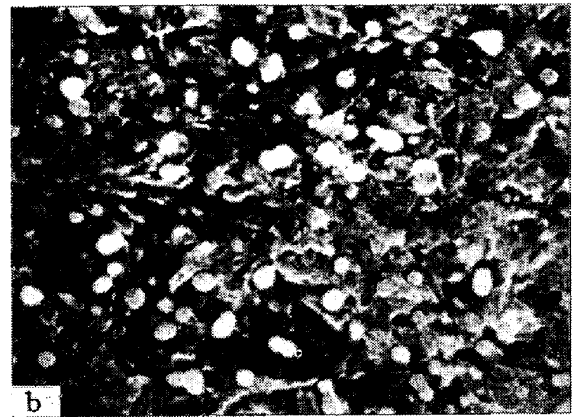
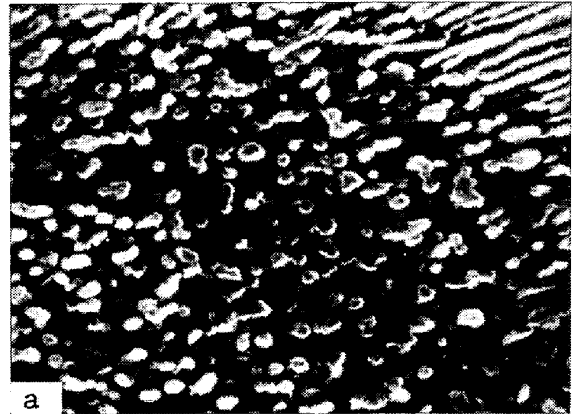
(a) Schematic diagram for the thermomechanical processing



(b) Schematic diagram for the thermal cycling step

Fig. 1. Schematic diagrams for the thermomechanical processing and the thermal cycling.

ライト組織は、そのほとんどがくたかれ、微細に分布した球状セメンタイト（粒径約 0.2 μm 程度）と微細結晶粒フェライト（粒径約 1 μm 程度）からなる組織となっているが、圧延のままの状態では、ところどころにパーライトを含んだ小域が残存し組織は不均一である。これをオーステナイトとセメンタイトの共存する温度域である 770°C に加熱後油焼入れした試片では、このような残存するパーライトは消失し、球状セメンタイトもいくぶ



(a) The as-warm-rolled specimen  
(b) The specimen oil quenched from 770°C  
(c) The thermally cycled specimen

Photo. 2. Scanning electron micrographs of the specimens. (etched by 5% Nital)

ん溶解し、母相は針状のマルテンサイト組織になっている。さらに、これを 650°C で加熱した試片では、マルテンサイトは、焼もどしによりフェライト地となり、球状セメンタイトは、多少成長肥大しているようである。しかしながらこの組織は平均粒径 0.8 μm 程度の微細なフェライト結晶粒と、平均粒径約 0.3 μm 程度の球状セメンタイトからなる均一な組織となっている。

上述の熱処理サイクルは、このように組織を均一化するだけではなく、温間圧延状態で含まれている小傾角粒界を大傾角粒界に転化させ、それによつて超塑性を向上

させるものと考えられている<sup>5)</sup>。本研究においては、このような熱処理サイクルを行つた状態の材料を用いて次に述べる試験を行つた。

なお、650°Cにおける等温圧延では、上述のごとくパーライト中のセメントサイトを細かくくたいて球状化すると同時にフェライト結晶粒を微細化する過程であり、この間におそらく加工と回復あるいは再結晶が交互に進行するものと判断されるが、これらの機構ならびに熱処理サイクルの果す役割については今後さらに詳細な検討を要するものと考えられる。

## 2.2 実験方法

赤外線輻射型イメージ炉を取りつけたインストロン型万能試験機により、次の2種類の試験を行つた。これらの試験は、試験中における試片の酸化をさけるために(90%N<sub>2</sub>+10%H<sub>2</sub>)混合ガスを流しながら行つた。使用した試験片の形状寸法をFig. 2に示す。

### 2.2.1 引張破断試験

引張延性を測るために、650°Cから730°Cの間の数種の温度で、 $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ から $8 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ の範囲の初期歪み速度にわたり、一定クロスヘッド移動速度で引張

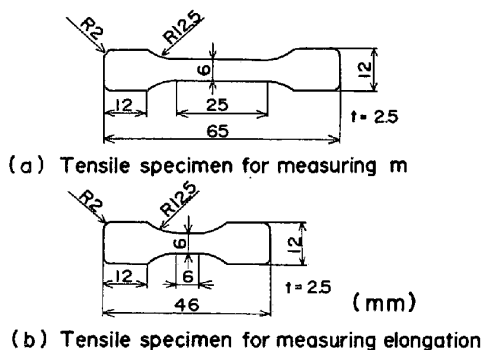


Fig. 2. Dimension of tensile specimens.

破断試験を行つた。なお、本材料のA<sub>1</sub>点は735°Cである。

### 2.2.2 歪み速度変換試験

試験片を低クロスヘッド移動速度で、ほぼ定常変形応力に達するまで引張つた後、クロスヘッド移動速度を次々に変換し、各クロスヘッド移動速度で少量ずつの歪みを加えていつた。このような方法で各変形温度(650, 665, 680, 695, 710, および730°C)における歪み速度と流動応力の関係を求めた。なお、歪み速度変換試験は、すべて伸びが30%以下の範囲で行つており、この範囲では、試験片の局部的なネッキングは起こらず、均一伸びが得られた。

## 3. 実験結果と考察

破断まで引張変形したすべての試片をPhoto. 3に示す。また、これらの結果から得た破断伸びを歪み速度の関数としてFig. 3に示す。全体の傾向として、歪み速度が小さくなる程、また変形温度が高くなる程、破断伸びは増加しているが、変形温度730°C、歪み速度 $1.4 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ の場合では、破断伸びが792%に低下している。このことは、このような高温での長時間にわたる試験中に、結晶粒の成長が進行したことに起因するものと考えられる。

歪み速度変換試験の結果から得た種々の変形温度における流動応力-歪み速度曲線をFig. 4に示す。これらの結果から、歪み速度感受性指数 $m$ 値は、本実験の範囲のほとんどの領域で0.33( $n=3$ , ただし $n$ は応力指数)に近い値を示している。この $m \approx 0.33$ という値は、UHC-鋼の超塑性変形の領域で得られた $m \approx 0.5$ <sup>6)</sup>と比べると、比較的低い値である。しかしながら、本研究で

Initial strain rate $\times 10^{-4}$ (sec <sup>-1</sup> )	Deformation temperature (°C)			
	730	710	680	650
1.4	792%	745%	667%	602%
2.8	846%	683%	583%	470%
5.6	701%			425%
8.3	667%	554%	433%	371%

Photo. 3. Specimens of the SUJ-2 steel after testing to failure.

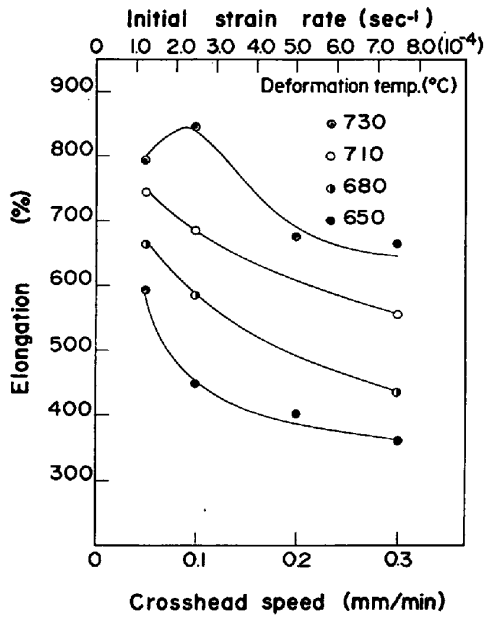


Fig. 3. Elongation to failure as a function of initial strain rate.

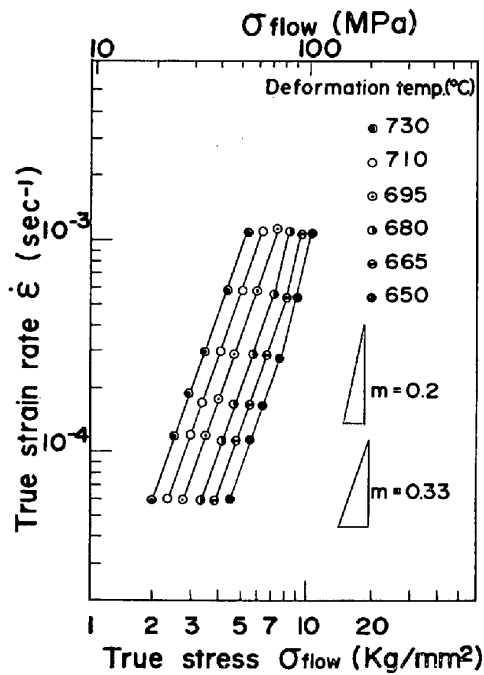


Fig. 4. Flow stress-strain rate relation for fine grained SUJ-2 steel.

得た上記のような大きな破断伸び (400~840%) から、この領域では超塑性流動が、この材料の変形過程で重要な役割を果たしているものと考えられる。

低温-高歪み速度域にわたる一部の領域では、Fig. 4に見られるごとく歪み速度感受性指数  $m \approx 0.2$  ( $n \approx 5$ )を示している。このような高歪み速度域に  $m$  値の小さな領域が存在することは、従来の超塑性合金においても、また UHC-鋼においても共通して認められており<sup>6)</sup>、こ

のような領域では、塑性流動が転位クリープによつて進行するものと説明されている<sup>6)7)</sup>。

微細結晶粒材が粒界拡散律速によつて超塑性変形する時、その歪み速度  $\dot{\epsilon}_{sp.f}$  は、次のごとく現象論的方程式によつて表されることがよく知られている<sup>8)~10)</sup>。

$$\dot{\epsilon}_{sp.f} = A \frac{b \cdot D_{gb}}{d^3} \left( \frac{\sigma}{E} \right)^2 \dots\dots\dots (1)$$

ただし  $A$  : 定数 ( $\approx 10^8$ )

$d$  : 結晶粒径

$b$  : Burgers Vector

$D_{gb}$  : 母相中における粒界拡散の拡散係数

$\sigma$  : クリープ応力

$E$  : 弾性係数

しかしながら、本研究で得られた応力指数  $n$  は、3に近い値であり、これらの流動応力-歪み速度関係のデータを(1)式にあてはめて整理することは困難である。そこで次の関係<sup>5)</sup>

$$\dot{\epsilon} = K \left( \frac{\sigma}{E} \right) \exp \left( - \frac{Q}{RT} \right) \dots\dots\dots (2)$$

を一般式として仮定し、この鋼の塑性変形過程の活性化エネルギーを暫定的に評価してみた。塑性流動の活性化エネルギーは(2)式にもとづき次のごとく定義される。

$$Q \Big|_{\sigma=\text{const}} = -R \frac{d \ln(\dot{\epsilon} E^n)}{d(1/T)} \dots\dots\dots (3)$$

あるいは

$$Q \Big|_{\dot{\epsilon}=\text{const}} = R \frac{d \ln(\sigma/E)^n}{d(1/T)} \dots\dots\dots (4)$$

今、 $n=3$  ( $m=0.33$ )を適用して(3)式ならびに(4)式に対応する関係を求めると、それぞれ Fig. 5 および Fig. 6 に示すごとく結果を得た。図中の( )内は、得られた活性化エネルギーの値を示す。これらの結果を総合

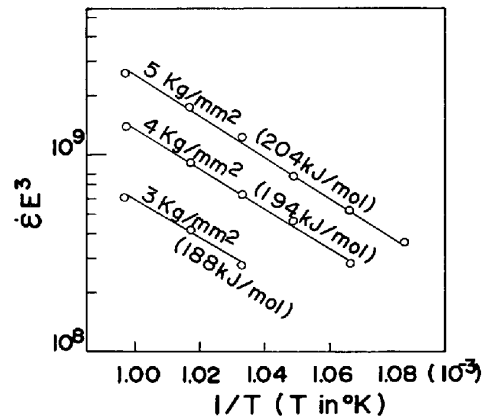


Fig. 5. Activation energy for plastic flow calculated from plots of modulus compensated strain rate as a function of reciprocal absolute temperature.

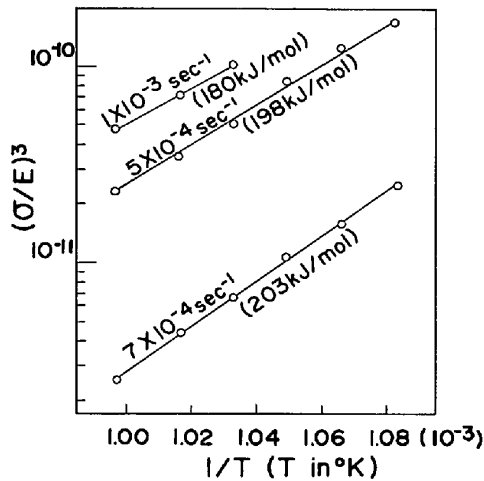


Fig. 6. Activation energy for plastic flow calculated from plots of modulus compensated stress as a function of reciprocal absolute temperature.

して、 $n \approx 3$  の領域における活性化エネルギーは  $Q \approx 195$  kJ/mol と評価される。これらのプロットに際しては、本研究に用いた鋼の弾性係数の温度依存性が  $\alpha$ -鉄のそれと変わらないという仮定のもとで、KÖSTER<sup>11)</sup> が  $\alpha$  鉄について温度の関数として与えた  $E$  の値を使用した。

超塑性域における変形過程について得た活性化エネルギーの値、 $Q \approx 195$  kJ/mol は、 $\alpha$ -鉄中での鉄の格子拡散の活性化エネルギー ( $Q_L \approx 250$  kJ/mol<sup>6)</sup>) よりはるかに小さな値であるが、 $\alpha$ -鉄中の粒界拡散の活性化エネルギー ( $Q_{gb} \approx 170$  kJ/mol<sup>6)</sup>) と比較すると、いくぶん大きな値である。このような結果は、本研究において、この領域での  $m$  の値が、 $m \approx 0.33$  であり、理想的な微細結晶粒超塑性の場合に期待される  $m \approx 0.5$ <sup>6)</sup> よりもかなり小さな値を示したことから予測される結果である。すなわち、この領域においては、超塑性流動が重要な役割を果たしているとはいふものの、その変形過程は粒界すべりによつて完全に支配されておらず、小さな  $m$  値に対応する粒内すべり (転位クリープ) をも含むために、測定された  $m$  値は、理想的な微細結晶粒超塑性に対応する値より小さな値となり、塑性流動の活性化エネルギーは粒界すべりを律速する粒界拡散のそれよりも、いくぶん大きな値を示したものと判断される。

#### 4. 結 論

UHC-鋼について開発された一連の加工熱処理法の1つを適用して、超微細結晶粒組織を持った SUJ-2 鋼

を得ることができた。この材料は、650~730°C の温度範囲で  $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  から  $8 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  の歪み速度範囲で400~840% の大きな破断伸び値を示した。そして、この領域での変形過程について歪み速度感受性指数  $m \approx 0.33$  の値と、195 kJ/mol の活性化エネルギーが得られた。これらの結果にもとづくと、本研究において上述のごとく大きな破断伸びを示した軸受鋼の塑性流動は、理想的な微細結晶粒超塑性に対応するものとはいえないが、粒界拡散に律速された粒界すべりが、その変形過程において、重要な役割を果たしているものと結論することができる。

終わりに、本研究に使用した軸受鋼の加工熱処理は、(株) 神戸製鋼所中央研究所の御援助により行われたことを付記し、同所の御協力に感謝致します。

#### 文 献

- 1) O. D. SHERBY, B. WALSER, C. M. YOUNG, and E. M. CADY: Scripta Met., 9 (1975), p. 569
- 2) O. D. SHERBY, C. M. YOUNG, B. WALSER, and E. M. CADY: U. S. Patent # 3,951,697, Apr. 20, (1976)
- 3) B. WALSER, E. S. KAYALI, and O. D. SHERBY: 4th International Conference on the Strength of Metals and Alloys, ed. by Laboratoire de physique du Solid, Nancy, France, 1 (1976)
- 4) J. WADSWORTH and O. D. SHERBY: J. Met. Sci., 13 (1978), p. 2645
- 5) E. S. KAYALI: Ph. D. Thesis, Stanford University, (1976)
- 6) B. WALSER and O. D. SHERBY: Met. Trans., 10A (1979), p. 1461
- 7) C. M. PACKER and O. D. SHERBY: Trans. ASM, 60 (1967), p. 21
- 8) J. E. BIRD, A. K. MUKHERJEE, and J. E. DORN: Quantitative Relation between Properties and Microstructure, ed. by D. G. BRANDON and A. ROSEN p. 255 [Israel Univ. Press]
- 9) R. A. WHITE: Ph. D. Thesis, Stanford University, (1978)
- 10) O. D. SHERBY, R. D. CALIGIURI, E. S. KAYALI, and R. A. WHITE: Recent Advances in Metals Processing, ed. by J. J. BURKE, V. WEISS, and R. MEHRABIAN Twenty-Fifth Sagamore Army Materials Research Conference (1980) [Syracuse, Press, NY]
- 11) W. KÖSTER: Z. für Metallk., 39 (1948), p. 1