

急冷途中における大ひずみ加工による低炭素鋼 フェライト結晶粒の超細粒化

足立 吉隆*・富田 俊郎*・日野谷 重晴*

Ferrite Grain Size Refinement by Heavy Deformation during Accelerated Cooling in Low-carbon Steel

Yoshitaka ADACHI, Toshiro TOMIDA and Shigeharu HINOTANI

Synopsis : It is well established that the ferrite grain size of low-carbon steel can be refined by hot rolling of the austenite at temperature below the non-recrystallization temperature (T_{nr}). The strain retained in the austenite increases the number of ferrite nuclei. In present study a C-Mn steel is heavily deformed by compression at temperature below the determined T_{nr} for this steel during accelerated cooling. Compression experiments are carried out at various cooling rates before deformation and temperatures. The ferrite grain size and the ferrite/bainite phase fraction are extensively examined. It is observed that heavy deformation during accelerated cooling widens the range of transformation temperature of austenite to ferrite. If cooling rate before deformation is set to be high (~ 50 K/s) and deformation temperature decreases down to 530°C , the attainable fraction of ferrite increases instead of decrease of bainite. Ferrite could be a predominate phase transformed from severely deformed austenite at significantly low temperature (down to 530°C), in which, unless deformed, bainite commonly forms from austenite. Enabling the transformation to ferrite at very low temperature leads to a progressive reduction of the ferrite grain size down to $1\ \mu\text{m}$. Possible mechanism of the strain assisted low temperature transformation to ferrite is discussed.

Key words : thermo-mechanical treatment; low carbon steel; ultra fine grain; ferrite; bainite; large strain deformation; supermetal.

1. 緒言

粒径 $1\ \mu\text{m}$ という超微細フェライト粒を創製する研究開発が最近活発化している^{1,2)}。鉄鋼材料の強度-靱性バランスの向上に微細粒化が効果的であることは周知であるが、細粒化の主目的が目標とする粒径により異なる。すなわち、 $1\ \mu\text{m}$ 以下の超細粒化では強度の向上が主目的であるのに対して、従来行われてきた加工熱処理 (TMCP) による $5\ \mu\text{m}$ 程度の細粒化では靱性の向上が主目的である。粒径と強度の関係はよく知られたホールペッチ式で整理でき、鉄鋼材料では通常の熱間圧延材、TMCP 材の結晶粒 ($\sim 5\ \mu\text{m}$ 径) からメカニカルミリングによって得られる超細粒 (\sim 数十 nm 径) までの広範囲にわたって粒径の $-1/2$ 乗と強度が比例関係にあることが明らかにされている³⁾。

結晶粒微細化に重要な基本ポイントは、1. 変態駆動力の増加、2. 粒界移動度の低下、3. 核生成サイトの増加である。核生成サイトが有効に働くためにはその種類に応じた駆動力が必要となる (本稿では、核生成サイトの中でその種類に応じた駆動力が与えられ実際に稼働するサイトを有効核生成サイトと称する。) ため、1と3を同時に満足することが細粒化効率の向上に有効である。例えば、オーステナイト粒界と転位セルがフェライトの核生成サイトとして存在する場合、駆動力 (過冷度) により主たる核生成サイ

トが異なるものと考えられる。すなわち、オーステナイト粒界とセル境界の単位面積当たりの粒界 (境界) エネルギーを比較すると、一般的に大角をなす前者の方が大きいものと考えられ、小さな駆動力 (過冷度) 下では粒界 (境界) エネルギーの減少量がより大きいオーステナイト粒界でのフェライト核生成が優先的に生じ、一方大きな過冷度が与えられた場合には、粒界 (境界) エネルギーの大小に関係なく、両核生成サイトがともに稼働するであろう。今日成功している TMCP 技術には上述した細粒化に重要な基本ポイントの三点が巧みに取り入れられており、有効核生成サイト数を増すために、未再結晶オーステナイト域での加工で導入した核生成サイトを加工後の加速冷却により有効に働かせている。微細化の程度いいかえれば有効核生成サイト数は、初期オーステナイト粒径、加工温度、加工率、加工後の冷却速度等のプロセス因子により支配されるが、加工設備のハード的な制約により、これらすべてについて理想的な条件を選ぶことはできない。その結果、実機製造で TMCP 技術によって得られる粒径はフェライト粒で $5\ \mu\text{m}$ 程度である⁴⁾。より細粒化を図る場合、有効核生成サイト数をより増加させる TMCP の確立が望まれる。

そこで、報告されている超細粒鋼の創製プロセスを、変態によるものと再結晶によるものに大別し、両者を比較することにより、TMCP のより望ましい方向を検討する

Table 1. Thermomechanical treatments to obtain fine ferrite grains in low carbon steels.

Grain refinement through recrystallization	Grain refinement through transformation
0.17C-0.44Si-1.32Mn, $d=0.66\ \mu\text{m}^{(5)}$ 	0.17C-0.33Si-1.5Mn, $d=2.2\ \mu\text{m}^{(7)}$
0.05C-2.0Mn-0.034Al, $d=0.77\ \mu\text{m}^{(6)}$ 	0.14C-0.33Si-1.1Mn, $d=1\sim 1.5\ \mu\text{m}^{(8)}$
IF steel, $0.5\ \mu\text{m}^{(10)}$ 	0.07C-0.33Si-1.63Mn-0.03Nb, $2.6\ \mu\text{m}^{(9)}$

(Table 1⁵⁻¹⁰)。核生成の駆動力は変態が再結晶より一般に大きいといわれ、よって初期粒径は変態で生成した場合の方が小さいと考えられるにも関わらず、両者を比較すると現在到達されている粒径は、再結晶法では $0.7\ \mu\text{m}^{(5)}$ 、変態法では $2\ \mu\text{m}^{(6)}$ 程度である。再結晶法が超細粒化に、少なくとも現時点では、優位である。この要因として、加工温度および粒成長時の温度が考えられる。報告されている超細粒鋼製法の多くのプロセス^{6,8,10}では、変態により細粒化を目指すプロセスの方が加工温度が高く、核生成サイトとなる格子欠陥の蓄積効率が小さいことが考えられる。また、拡散変態は再結晶よりも高温で生じ、駆動力が大きいことに起因する粒界の動きやすさ、すなわちモビリティの増大に加えて、高温の為拡散係数が大きくなりモビリティのさらなる増大を招いているものと推察される。したがって、有効核生成サイト数の増大ならびに粒成長時のモビリティの低下を図るうえで、加工温度をより低温化し、同時にフェライト変態を徹底的に低温で生じさせる技術の確立が望まれる。

今日、工業化に成功しているTMCPでは、加工硬化したオーステナイトからのフェライト変態を積極的に利用し、フェライトの核生成サイト数を増大させたうえで、加速冷却により過冷度を高めて有効核生成サイト数を増し、微細なフェライト粒を得ている。このプロセスでは加工温度は、オーステナイトの未再結晶域と低温化が図られているものの、 800°C 以上と比較的高温であり、また加工後の制御冷却により得ている過冷度も小さく(例えば $100\ \text{K}$)、フェライト変態の有効核生成サイト数が十分であるとはいえない。

従来のTMCPで実施されている加工後の冷却に比べて、

Table 2. Chemical composition (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Sol. Al
0.20	0.01	0.83	0.004	0.001	0.002

加工前の冷却速度が加工温度ならびに過冷度に及ぼす効果については検討例が少ない。加工前の冷却速度が増大すると、 Ar_3 点が低下し(例えば 600°C 以下)オーステナイト域の従来以上に低い温度で加工が可能となり核生成サイト数がより増加する。また、加工前の冷却速度が増大すると、過冷度も従来以上に増加するので低温での加工との複合効果により有効核生成サイト数が従来以上に増加することが期待される。ただし、過度に過冷度を高めると、フェライト変態と競合するベイナイトやマルテンサイト変態が生じ、オーステナイト→フェライト変態は起こらない。したがって、加工前の冷却速度をより一層高めて過冷度が大きい状態で加工することにより有効核生成サイト数を増すには、ベイナイトやマルテンサイト変態を抑制する手法を同時に確立することが必要となる。これにより、従来以上に有効核生成サイトが増加するとともに、フェライト粒の成長が抑制され超細粒が得られることが期待される。

そこで本報では、粒径 $1\ \mu\text{m}$ 以下の超微細フェライト粒を得ることを目的とし、フェライト粒径に及ぼす加工前の冷却速度、加工温度、加工率の影響ならびに低温相(ベイナイト、マルテンサイト)の生成を抑制する手法を検討した。本報の特徴は、大ひずみ加工による連続冷却変態曲線図(CCT)の変化を利用し、連続冷却途中の競合するオーステナイト→ベイナイト変態とオーステナイト→フェライト変態のそれぞれを制御し、超細粒化への展開を検討した点にある。

2. 実験方法

用いた供試材はTable 2に示すC-Mn鋼である。400–500 MPa級の低炭素鋼に添加される場合が多いSiも本供試材は含まない。本供試材を、熱間加工装置(Thermecmaster, 富士電波工機製)を用いて以下の条件で圧縮加工した。 1000°C –300sのオーステナイト化後、冷却速度 $1\ \text{K/s}$ から $50\ \text{K/s}$ の条件で各加工温度まで冷却し、ただちに加工温度 530°C から 900°C までの範囲においてひずみ速度 $5/s$ で最高70%(減厚率)加工した。加工後、装置の制約上許される範囲でただちに 400°C までHeガスにより強制冷却した。一部の試料については、加工温度から 400°C までの冷却速度を $50\ \text{K/s}$ から $1\ \text{K/s}$ の範囲で変えた実験も実施した。試験片形状は直径 $8\ \text{mm}$ 、長さ $12\ \text{mm}$ の円柱状である。

熱間加工実験の基礎データとして、熱膨張測定装置(Formaster, 富士電波工機製)を用いて熱膨張曲線を測定し、それを元にCCT曲線を作成した。オーステナイト化

は1000°C–300sとした。試験片形状は直径3mm、長さ10mmの円柱状である。

熱間加工した試験片の組織を、圧縮加工方向と平行な断面において、透過型電子顕微鏡 (TEM)、走査型電子顕微鏡 (SEM)、光学顕微鏡を用いて、観察した。SEMおよび光学顕微鏡観察にあたっては、鏡面状に機械研磨した試料を2 vol%のナイタールを用いて腐食した。観察部位は加工方向の板厚の中心部とした。結晶粒径は公称粒径で表わし、切断法によりもとめた平均粒切片長さを1.12倍した値とした。

3. 実験結果

3.1 無加工材のCCT曲線と組織

各冷却速度で冷却した場合の無加工材の組織とCCT曲線をFig. 1に示す。本供試材では、冷却速度により(a)マルテンサイト (Fig. 1中Mで示す)、(b)ベイナイト(B)、(c)フェライト(F)の各組織が生成する。一部パーライトが生成していることが組織観察では確認されるが、熱膨張曲線からのみではパーライトの生成にともなう膨張を明確には測定できないため、CCT図上には示していない。CCT曲線によれば、フェライト相を主相とする最大の冷却速度はおおよそ3K/s以下であり、10~20K/sでは主相がベイナイト組織となる。3K/sの冷却曲線と交差する部分のフェライト相の析出開始を示す曲線は冷却速度依存性が小さく(時間軸に対してほぼ平行である)、したがって無加工材ではオーステナイト→フェライト変態時の駆動力は冷却速度を3K/sまで大きくしても大きな増大は期待できない。

3.2 加工前の冷却速度、加工温度、加工率の影響

急速冷却途中で加工した場合に生成した組織を加工時の

温度にしたがってFig. 2に示す(加工率は70%)。冷却速度が50K/s (Fig. 1 CCT曲線中↑で示す)の場合、無加工時には主相がベイナイト組織となるが、70%の加工では700°C以下(a)–(c)でフェライトが主相として生成する。また、530°Cでの加工でも伸展組織はほとんど認められない (Fig. 2(a))。より高温の800°C (d)での加工では、ベイナイトが生成する。フェライト粒径は加工温度が低温化するほど小さくなり、530°Cでは1.2μm径となる (Fig. 3(a))。なお、本研究で最小粒径が得られた加工条件は加工前冷却速度50K/s、加工温度530°C、加工率70%であり、加工後400°Cまでの冷却速度を50K/sから1K/sの範囲で変化させたが、組織に大きな変化は認められなかった。また、粒径が約1μm以下、約2μm以上のフェライト組織の主な第二相はそれぞれ粒状の析出物、パーライトとなる (Fig. 3(a) (b))。粒状の析出物 (Fig. 3(a)の矢印)は、電子線回折像より、セメントタイトであることを確認した。

加工率を70%とし、組織に及ぼす加工前の冷却速度の影響をFig. 4に示す(加工率70%)。冷却速度を50K/sと大きくした場合、加工により加工温度530°Cまで等軸フェライト相が生成するのに対して、10K/sおよび1K/sでは570°C以下での加工では全面加工組織となる。すなわち、加工前の冷却速度を大きくした場合には、等軸フェライト相が得られる加工温度範囲が低温域まで広がる。

Fig. 5は、急速冷却(冷却速度50K/s)途中の加工率と加工温度を変えた場合の組織である。60%の加工ではフェライトが生成する加工温度(例えば700°C)であっても、40%以下の加工率ではフェライトは生成せず、ベイナイトが主相として生成する。すなわち、本供試材に対して、ベイナイト領域でフェライトが生成するプロセス上の必要条件は、(1)加工前の急速冷却、(2)530°C以上700°C以下

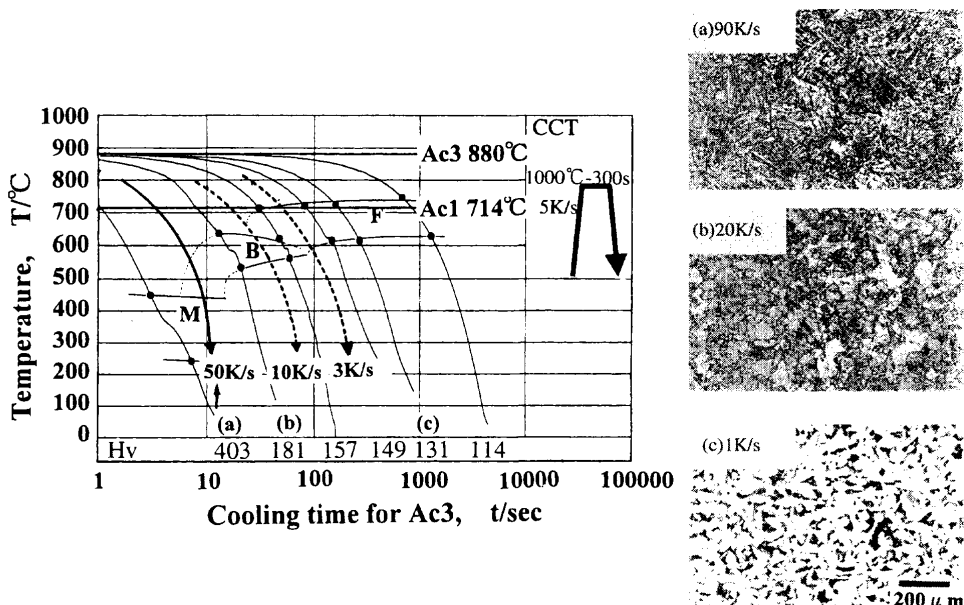


Fig. 1. CCT diagrams for 0.2C–0.83Mn steel. (a)–(c) Optical micrographs showing microstructures formed at the cooling rate given inside.

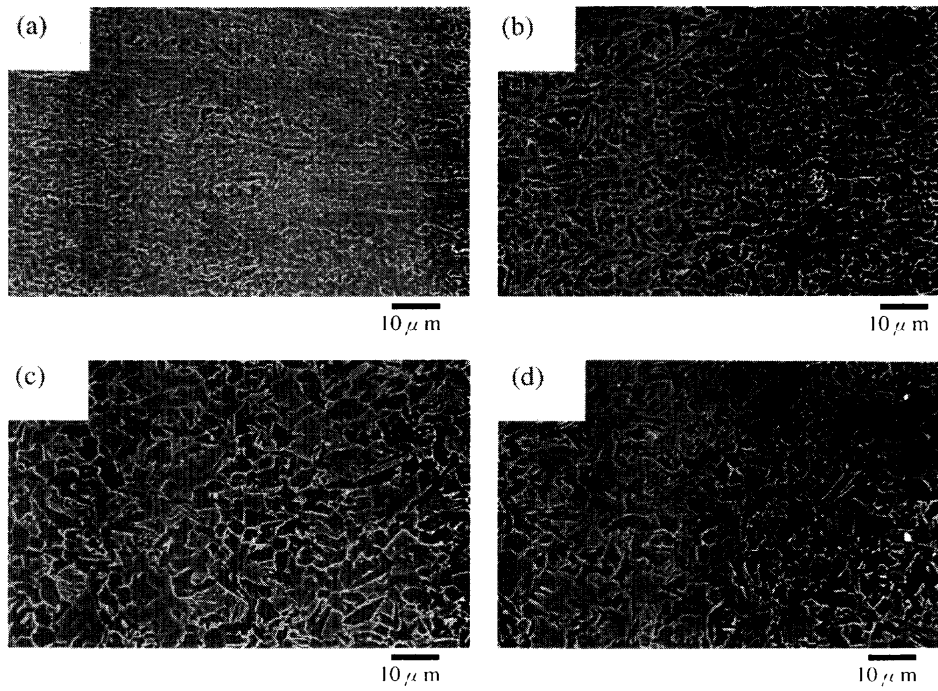


Fig. 2. Deformation temperature dependence of microstructure. Cooling rate before deformation; 50K/s, Reduction; 70%. Deformation temperature; (a) 530°C, (b) 590°C, (c) 700°C, (d) 800°C.

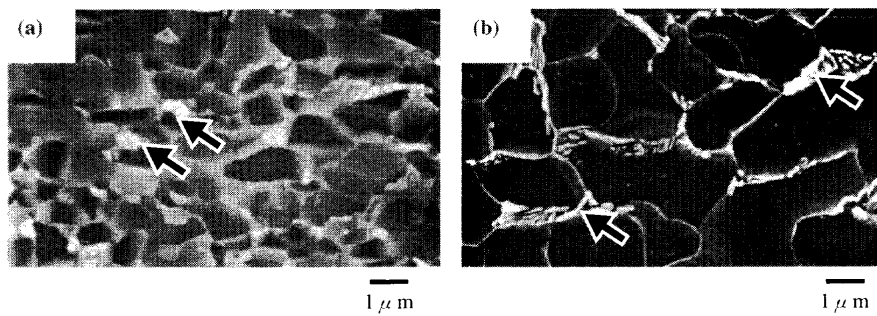


Fig. 3. SEM micrographs showing fine ferrite grains with grain size (a) less and (b) more than 1 μm in diameter. Cooling rate before deformation; 50 K/s, Reduction; 70%. Deformation temperature; (a) 530°C, (b) 590°C. Arrows display that the second phase is discrete carbide for (a) and pearlite for (b).

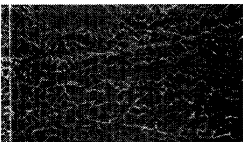
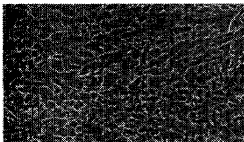
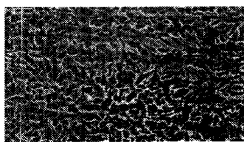

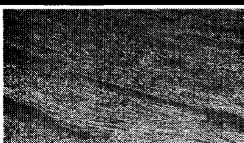
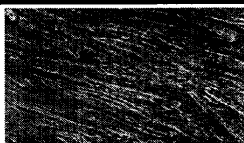
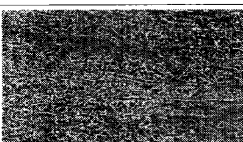
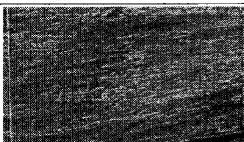
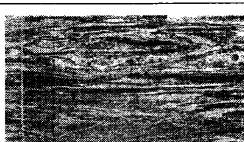
Deformation temperature	Cooling rate prior to deformation		
	50K/s	10K/s	1K/s
700°C	 10 μm	 10 μm	 10 μm
570°C	 10 μm	 10 μm	 10 μm
530°C	 10 μm	 10 μm	 10 μm

Fig. 4. SEM micrographs showing microstructures.

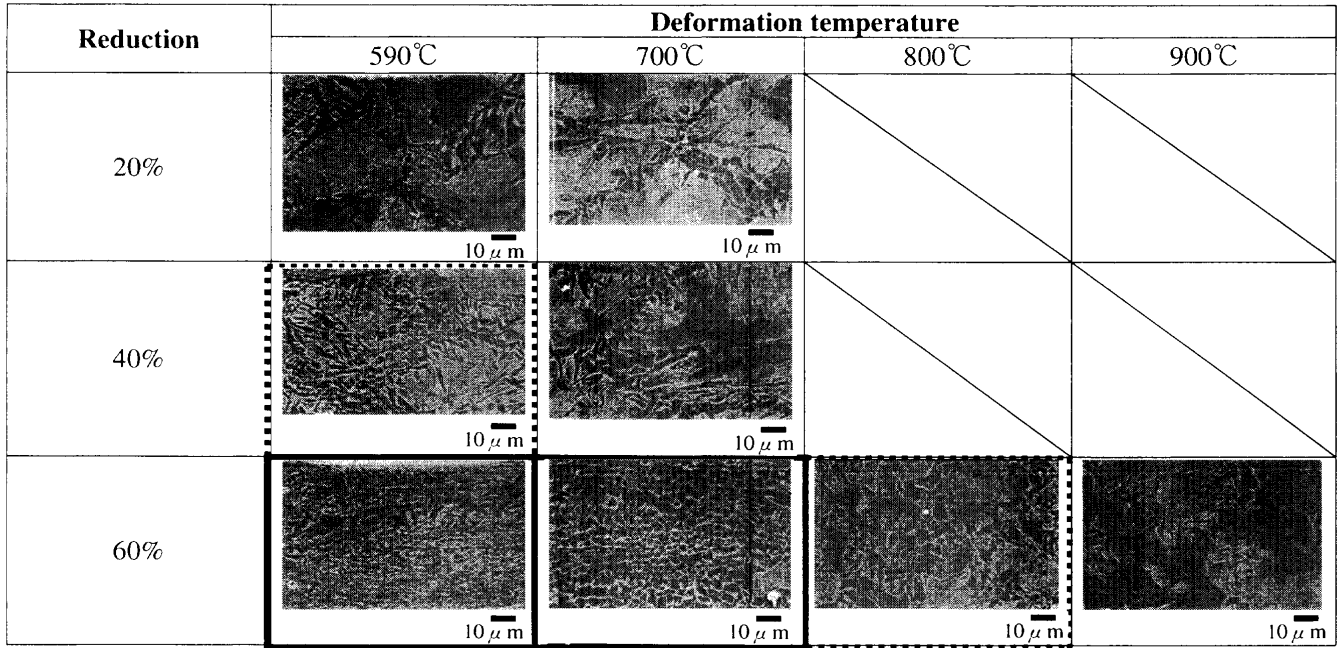


Fig. 5. Effect of deformation temperature and reduction ratio on microstructures. Cooling rate before deformation; 50 K/s.

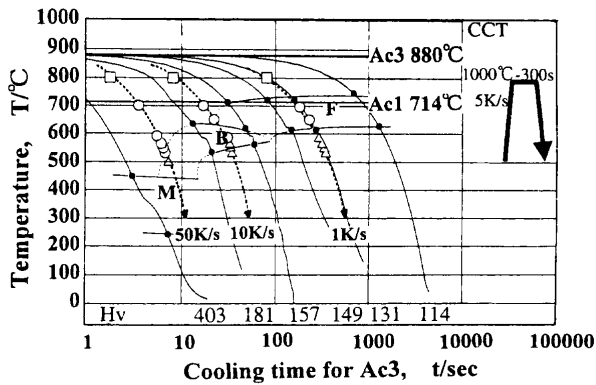


Fig. 6. Relationship between CCT diagram and corresponding microstructures formed from high temperature phases deformed at temperatures shown by symbols. Major phase ○; equiaxed ferrite, □; bainite or martensite, △; elongated microstructure

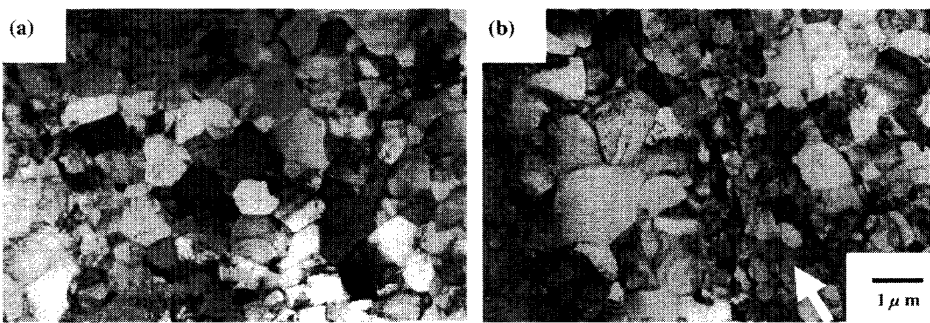


Fig. 7. TEM micrographs showing fine ferrite grains. Cooling rate before deformation: 50 K/s. Deformation temperature: 530°C. Reduction ratio: 70%.

での加工、(3) 60%以上の大ひずみ加工である。

以上の結果を総括するため、冷却速度—加工温度（加工後はHeガス冷却）—組織の関係を無加工材のCCT上に上書きしたものをFig. 6に示す。等軸フェライト粒（図中○で示す）が得られる加工温度範囲は低温オーステナイト域あるいはフェライトやベイナイトが析出する初期の二相域であることが分かる。530°Cで加工した場合に注目すると、50 K/sで急速冷却し低温オーステナイト域あるいは二相域で加工した場合にのみ等軸フェライト粒が生成し、10 K/sや1 K/sで冷却しベイナイトやフェライトの析出が完了し

た後の加工では加工組織の状態(△)となり等軸フェライト粒は得られない。また、800°C以上の高温で加工した場合、冷却速度によらず、ベイナイト(□)が主相となる。

3.3 微細フェライト粒の微細構造

本報で最小粒径が得られた条件下（加工前冷却速度50 K/s、加工温度530°C、加工率70%）で生成したフェライト粒の微細組織をFig. 7に示す。組織は場所により異なり、大部分が約1μm径の等軸粒であり、一部により微細な結晶粒が一方に配列した部位（Fig. 7(b)の矢印）が認められる。

4. 考察

単純組成のC-Mn鋼で、粒径 $1\sim 2\mu\text{m}$ の超微細フェライト粒が生成することが明らかとなった。その超細粒が得られるプロセスと従来のTMCPとのプロセス上の違いをFig. 8に示す。超細粒が生成するプロセス面での必要条件は、1. 加工前の急速冷却、2. 低温での加工、3. 大ひずみ加工、である。1および2の条件は、CCT図のオーステナイト領域の最も低温域での加工ということに対応し、無加工材ではその直下の温度で生成する相がベイナイトであっても、大ひずみ加工により超微細フェライト粒が生成する。以下、この超細粒の生成機構を考察する。

始めに、超細粒が変態、再結晶のいずれで生じたものかを検討する。CCT図と加工材の粒形態の関係(Fig. 6)より、等軸フェライト粒(O)が生成する加工温度は低温オーステナイト領域あるいはフェライト、ベイナイトの析出初期の二相域であることが分かる。冷却速度が小さく、 530°C ではフェライトやベイナイトの変態が完了している状態で加工した場合には大きく変形を受けた組織(Δ)となる。これらの結果は、 530°C という低温では再結晶は生じないのに対して、オーステナイト \rightarrow フェライト変態は生じることを示唆している。従来のTMCPに比べて、オーステナイト域での加工温度がより低温化するとともに、オーステナイト \rightarrow フェライト変態温度がより低温化する。加工温度および変態温度が同時に低温化すると、フェライトの有効核生成サイト数が従来以上に増大するとともに、フェライトの粒成長も抑制されるために粒径 $1\mu\text{m}$ の超細粒化が達成されたものと推察される。梅本¹¹⁾は、フェライトの粒径に及ぼすオーステナイトの加工の影響を調べ、加工の効果として、1) フェライトの核生成サイトとなるオーステナイト粒界の増加、2) 同じく核生成サイトとなる剪断帯の導入、3) 粒界や焼鈍双晶/母相界面でのレッジ形成にともなう核生成の活性化エネルギーの低下、を挙げている。本報で述べたフェライト粒の超細粒化は、これらのオーステナイト

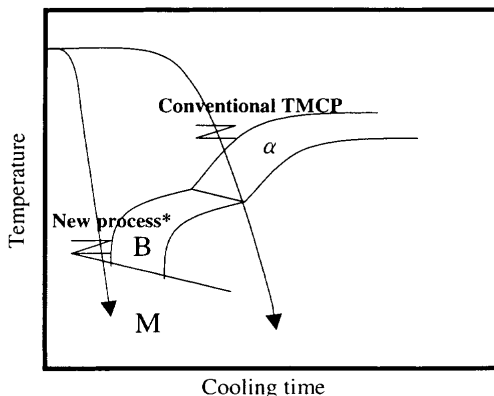


Fig. 8. Comparison between conventional TMCP and new process.
* Strain assisted low temperature transformation to ferrite(SALT).

の加工にともなう効果を下敷きとし、そのうえ更に有効核生成サイトが増加し、あわせて低温であるためフェライト相の粒成長が抑制された重複の効果によってもたらされたものと考えられる。

Shipway¹²⁾は、 $0.45\text{C}-2.08\text{Si}-2.69\text{Mn}$ 鋼におけるベイナイトおよびパーライト変態挙動に及ぼす冷却過程での圧縮加工の影響を調べ、加工により組織全体に占めるベイナイトの比率が低下し、パーライトの比率が増加することを明らかにした(ただし、Bs点は上昇するとしている)。Tsuзaki¹³⁾らも、同様な結果を報告している。これらの結果は、加工によりベイナイトおよびパーライトともに核生成は促進されるが、転位のセル組織によりベイナイトは成長を阻害されるのに対し、パーライトは影響を受けないことによるものと説明されている¹²⁾。転位セルによる成長の阻害を受けない(あるいは影響が小さい)パーライトはその変態の開始、終了共に測定されるが、影響を強く受けるベイナイトは変態の終了点が明確ではないことが想定される。フェライト変態に及ぼす加工の影響もパーライト変態の場合と同様に考えると、ベイナイト生成域においてフェライトの生成比率が増すことが都合よく説明できる。フェライト変態とベイナイト変態の終了点に及ぼす加工の影響を模式図で示したものがFig. 9である。Fig. 9(a)-(c)のいずれの加工でもフェライト変態の終了点は短時間側に移動するのに対し、競合するベイナイト変態の終了点が変わらなければ、加工によりフェライトの比率が増すことになる。すなわち、加工によりベイナイト変態がフェライト変態でマスクされるといえる。特に、急速冷却時には加工を低温オーステナイト領域(Fig. 9(a))で実施でき、核生成サイトの導入効率が高まり、フェライト粒の細粒化に都合がよいものと推察される。なお、両変態の開始点はともに加工により短時間側に移動するものと考えられる。

かなり過冷されたオーステナイトからはマッシュフェライトが生成することが知られている。本研究で得られた超細粒フェライトは 600°C 以下の低温で生成しており、マッシュフェライトの可能性もある。この点についてはセメントタイトの析出形態を考察するところで再度議論する。

Ar3点直上で加工することにより加工中にフェライト変

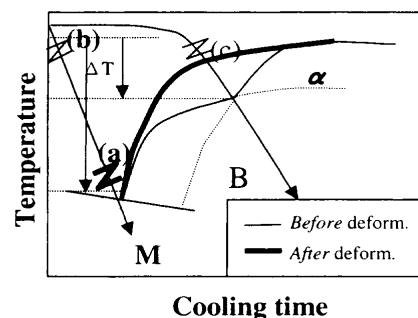


Fig. 9. Schematic illustration of possible change of CCT diagrams by heavy deformation during accelerated cooling((a) or (b)).

態が生じ、フェライト粒径が約 $1\mu\text{m}$ となることが報告されている^{14,15)}。加工中に生じる変態は動的変態と呼ばれている。動的変態で生じたフェライト粒は引き続く加工により変形するが、加工温度が比較的高温（例えば 800°C 近傍）であれば再結晶し、冷却後は動的変態で生じたフェライト粒と再結晶フェライト粒が混在した組織となる。本報の場合、加工温度は再結晶が生じ難い 600°C 以下であるため、動的フェライト変態が超細粒フェライト相の主な機構であれば、超微細フェライト粒と加工状態の伸長フェライト粒が最終組織として観察されることになる。しかしながら本研究で観察された超微細フェライト粒の主な形態が等軸でありまた転位密度が小さいことは、主には加工後の冷却過程でフェライト変態が生じたことを示唆する。ただし、Fig. 7の矢印で示すように、Shear bandに対応すると思われる領域に配列した超細粒領域も観察されることから、一部ではあるが、動的フェライト変態が生じた可能性もある。

本研究では、低温のオーステナイト域での加工によりベイナイト生成域でフェライトが生成した。一方、加工オーステナイトからのベイナイト変態によりオースフォームドベイナイトが生成することが知られている¹⁶⁾。加工により、ベイナイト生成域でフェライトあるいはオースフォームドベイナイトのいずれが生成するかを選択則は現在のところ不明な点が多い。加工によりベイナイト領域でフェライトが主相として生成する条件として、本供試材に対しては、 700°C 以下での加工、60%以上の加工が必要となる。その条件が満たされない場合、ベイナイトが主相として生成する。この結果は、ベイナイト領域でのフェライトの均一な生成に必要な核生成サイト数（例えば転位セルの粒径）に臨界値が存在することを示唆する。このように加工条件により、生成相が変化する鋼種もあるが、広い加工条件でもオースフォームドベイナイトのみが生成する鋼種があることも予想される。例えば、CCT曲線上のフェライトノーズが極めて長時間側（例えば 1000s ）に位置する鋼種の場合、70%程度の加工では短時間側までフェライトノーズが移動せずフェライトが生成する加工条件が狭いことが予想される。

フェライト粒径がおおよそ $2\mu\text{m}$ から $1\mu\text{m}$ になると、第二相が主にパーライトからセメンタイト粒子となることが判明した。このようなセメンタイトの存在形態の変化はこれまでもいくつかの報告がなされており、層状組織のよく発達していないパーライトは“divorced pearlite¹⁷⁾”、“degenerate pearlite¹⁸⁾”あるいは“semipearlite¹⁹⁾”などと呼ばれている。ラメラ状のパーライト組織はフェライトとセメンタイトが協調して生成した結果であるが、かならずしもその協調性が成立するわけではない²⁰⁾。フェライトとセメンタイトの協調性に及ぼす因子としては、変態温度、オーステナイト粒径、合金元素、冷間加工などが知られてい

る²⁰⁾。以下、本研究で観察された“divorced pearlite”について、オーステナイト粒径および変態温度の観点から考察する。

フェライト変態時に最後まで残ったオーステナイト部に炭素が濃縮し、その部位が冷却後セメンタイトとなれば、フェライト粒界にセメンタイトが析出し本観察結果と同様な組織に至る。いま、フェライト粒径を $1\mu\text{m}$ と仮定し、フェライト粒でオーステナイト領域全面を覆い尽くした場合にできる隙間（変態時に最後までオーステナイトとして残存するCが濃縮した部位）の長軸の長さを求めると、フェライト粒を球状とすると、 $0.37\mu\text{m}$ となる。その部位にパーライトが生成する場合、パーライト中のセメンタイト間隔を $0.2\mu\text{m}$ とすると、1本から2本のセメンタイト膜が生成することになる。したがって、このような場合にはセメンタイトとフェライトが積層したパーライトとはいええず、単一のセメンタイトとフェライトで構成された組織となる。このように変態の過程で最後までオーステナイトとして残存する領域がフェライト粒の細粒化とともに小径化することを想定すると、超細粒鋼では空間的にパーライト変態が生じる領域が存在せず、ラメラ状のパーライト変態は生じがたい。すなわち、おおよそ $1\mu\text{m}$ 径未満のオーステナイト領域はパーライトのラメラ間隔と同じオーダーとなることから、ラメラ組織のパーライトの生成は不可能であり単独でセメンタイトが析出することになり、本研究の観察結果 (Fig. 3(a)) と同様となる。

一方、セメンタイトの析出形態の変化を、フェライト変態温度の低温化と関連づけて考察する。特に、マルテンサイトの時効過程で析出するセメンタイトの析出形態と比較して考察する。フェライト変態温度が低温化するとマッシュフェライトが生成することが知られている²¹⁾。マッシュフェライトもマルテンサイトも炭素濃度は母相と同じであり、炭素が過飽和に固溶している点では同じである。しかし、マルテンサイト中の転位密度は大きく時効過程でセメンタイトが優先的に析出するサイトがラス内に存在するのに対して、マッシュフェライト中の転位密度は小さくセメンタイトの優先析出サイトはフェライト粒界となるであろう。その結果、セメンタイトの優先析出サイトとしては、マルテンサイト中ではラス内、ラス境界が存在するのに対して、マッシュフェライト中では粒界のみとなることが推察される。フェライト粒界のみにセメンタイトが析出した組織は、本研究で観察された細粒フェライト組織 (Fig. 3(a)) と類似する。

以上の考察では、細粒フェライトの第二相が、ラメラ状のパーライトに変わって、単独で存在するセメンタイト (divorced pearlite) となる理由として、フェライトの細粒化にともなうオーステナイト領域の小径化あるいは変態温度の低温化にともなうフェライト変態機構の変化を検討したが、現時点では両側面から説明できる。フェライト中の炭

素が過飽和に固溶していれば、後者の説明に都合がよいが、APFIMを用いたフェライト中の固溶炭素量の定量的な測定結果については別の機会に報告したい。

超細粒化すると、高強度化する一方で、均一伸びが低下し単相では粒径が $1\mu\text{m}$ 以下となると均一伸びが零になるといった報告がなされている²²⁾。同じ粒径では、単相組織よりも複相組織の方が、均一伸びが良いことが実験的にも、理論的にも実証されている²³⁾。したがって、超細粒化にとまう均一伸びの低下が複相組織化により緩和されることが期待される。しかしながら、 $1\mu\text{m}$ までフェライト粒が微細化すると、第二相はセメントナイトとなり、パーライトやマルテンサイトは生成しないことが明らかとなった。したがって、今後の検討課題として、セメントナイトの存在による均一伸びの向上への有効性ならびに望ましいセメントナイト粒径、体積率が挙げられる。

本研究ではMs点とベイナイト変態開始曲線の交差する温度—時間領域（オーステナイトの最も低温域に相当）で加工することを狙い加工前の冷却速度を50 K/sと高い条件に設定した。工業化を考えた場合、50 K/sという冷却速度は困難であり、緩冷却が望まれる。目標とする冷却速度として、板厚10 mmの鋼板に対して現在の加速冷却機で得られる最大の冷却速度である20 K/s²⁴⁾が挙げられる。加工前の緩冷却を可能とする対策として、CCT曲線が長時間側に移行した組成の鋼を用いた検討が望まれるが、上述したようにフェライトノーズが極度に長時間側に存在する場合、急冷途中での加工によってフェライト変態を誘起できなくなる可能性があることから、本手法を適用する鋼種にはフェライトノーズの位置する適正な時間が存在するものと予想される。

5. 結論

大ひずみ加工による粒径 $1\mu\text{m}$ 以下への超細粒化を、0.2C-0.83Mn鋼を対象に、検討し以下の知見を得た。

(1) 急速冷却時のオーステナイト域での加工により競合するフェライトとベイナイトの相比率に変化し、加工率を高めることによりフェライト相の比率が増加する。これによりベイナイトが生成する低温域で主相がフェライト相となり、従来以上に過冷状態のオーステナイトからフェライト変態が生じる。

(2) オーステナイト域での加工温度の低温化によりフェライト結晶粒は細粒化し、530°Cでの加工により粒径 $1.2\mu\text{m}$ となる。低温領域での加工ならびに従来以上に過冷状態のオーステナイトからのフェライト変態を同時に達成することにより有効核生成サイトが増加することが超細粒化の一因と考えられる。

(3) フェライト粒径あるいは変態温度により第二相が異なり、 $2\mu\text{m}$ 径あるいは約600°C以上で生成するフェライ

トの第二相はパーライト、 $1\mu\text{m}$ 径あるいは500°C近傍で生成するフェライトの第二相はセメントナイトである。

なお、本研究は通産省、NEDOからの研究委託により実施したものであることを記し謝意を表わします。また、本研究内容について議論していただいたスーパーマタル（鉄系）研究体の皆様に感謝します。最後に、実験の進行にご助力いただいた下川修平氏に感謝の意を表わします。

文 献

- 1) Proc. of 1st symposium on super metal, R&D Inst. of Met. and Composites for Future Industries (RIMCOF) and The Japan Res. and Development Center for Met. (JRCM), Tokyo, (1998).
- 2) Proc. of '98 workshop of Structural Materials for 21st Century, National Research Institute for Metals, Tsukuba, (1998).
- 3) S.Takagi and Y.Kimura: Proc. of '98 workshop of Structural Materials for 21st Century, National Research Institute for Metals, Tsukuba, (1998), 28.
- 4) T.Maki: *J. Jpn. Soc. Heat Treat.*, **37** (1997), 5.
- 5) M.Fujioka, Y.Abe and Y.Hagiwara: Proc. of 1st symposium on super metal, R&D Inst. of Met. and Composites for Future Industries (RIMCOF) and The Japan Res. and Development Center for Met. (JRCM), Tokyo, (1998), 205.
- 6) S.Torizuka, O.Umezawa, K.Tsuzaki and K.Nagai: *CAMP-ISIJ*, **11** (1998), 565.
- 7) T.Hayashi, O.Umezawa, S.Torizuka, K.Tsuzaki and K.Nagai: *CAMP-ISIJ*, **11** (1998)566.
- 8) 矢田 浩, 瀬沼武秀, 松村義一: 鉄鋼の結晶粒超微細化, 鉄鋼基礎共同研究会鉄鋼の結晶粒超微細化部会編, 日本鉄鋼協会, 東京, (1991), 9.
- 9) Y.Saito, N.Tsuji, S.Tanigawa and H.Utsunomiya: *CAMP-ISIJ*, **11** (1998), 560.
- 10) 天野慶一, 木村 求, 上田修三: 鉄鋼の結晶粒超微細化, 鉄鋼基礎共同研究会鉄鋼の結晶粒超微細化部会編, 日本鉄鋼協会, 東京, (1991), 28.
- 11) 梅本 実: 第131・132回西山記念技術講座, 日本鉄鋼協会, 東京, (1989), 97.
- 12) P.H.Shipway and H.K.D.H.Bhadeshia: *Mater. Sci. Technol.*, **11** (1995), 1116.
- 13) K.Tsuzaki, T.Ueda, K.Fujiwara and T.Maki: New Materials and Process for the Future, ed. by N.Igata *et al.*, Soc. of the Advancement of Mater. and Process Engineering (SAMPE), California, (1989), 799.
- 14) H.Yada, Y.Matsumura and T.Senuma: Proc. of Inst. Conf. on Phys. Metall. of Thermomechanical Processing of Steels and Other Met. (Thermec '88), ed. by I.Tamura, ISIJ, Tokyo, (1988), 20.
- 15) P.D.Hodgson, M.R.Hickson and R.K.Gibbs: *Mater. Sci. Forum*, **284-286** (1998), 63.
- 16) K.Fujiwara, S.Okaguchi and H.Ohtani: *ISIJ Int.*, **35** (1995), 1006.
- 17) M.Hillert: Decomposition of Austenite by Diffusional Processes, Interscience Publishers, New York, (1962), 197.
- 18) H.Hanemann and A.Schrader: Atlas Metallographics, Verlag von Gebrüder Borntraeger, Berlin, (1927-33).
- 19) R.A.Granger: *Trans. Am. Soc. Met.*, **35** (1947), 879.
- 20) S.Kinoshita and K.Hirano: *Bull. Jpn. Inst. Met.*, **8** (1969), 268.
- 21) 田村今男: 鉄鋼材料強度学, 日刊工業新聞社, 東京, (1969), 34.
- 22) N.Matsukura and S.Nanba: Proc. of 1st Symposium on Super Metal, R&D Inst. of Met. and Composites for Future Industries (RIMCOF) and The Japan Res. and Development Center for Met. (JRCM), Tokyo, (1998), 229.
- 23) N.Tsuchida and Y.Tomota: Proc. of '98 workshop of Structural Materials for 21st Century, National Research Institute for Metals, Tsukuba, (1998), 60.
- 24) K.Tsukada, K.Matsumoto, K.Hirabe and K.Takashige: *Iron Steel-maker*, **9** (1982) July, 21.