

パンケーキオーステナイト厚さと生成する 粒界フェライト厚さの関係

鳥塚 史郎*・長井 寿*

Relationship between Thickness of Pancake Austenite and Thickness of Grain Boundary Ferrite

Shiro TORIZUKA and Kotobu NAGAI

Synopsis : The grain boundary of the pancake austenite (γ) is a predominant nucleation site for ferrite (α). If the thickness of the pancake γ becomes small through deformation, the thickness of the α grains that are formed at the γ grain boundaries is also expected to become as small as the thickness of the pancake γ . On this basis, the relationship between the thickness of the pancake γ (TH_γ) and that of the grain boundary α (TH_α) is studied both experimentally and theoretically for a 0.16C–0.4Si–1.5Mn steel. When TH_γ is in the range of 30 to 300 μm , TH_α is 6–7 μm and independent of TH_γ . However, when TH_γ is less than 20 μm , TH_α decreases linearly with a decrease in TH_γ . Since the volume fraction of the pearlite is assumed to be 0.25, TH_α is expected to follow the relation $TH_\alpha < 0.75TH_\gamma$. The obtained relation was near $TH_\alpha = 0.375TH_\gamma$. The geometrical soft impingement is attributed to the decrease of TH_α .

Key words: pancake austenite; grain boundary ferrite; transformation; soft impingement.

1. 緒言

未再結晶温度域で変形したオーステナイト(γ)から生成するフェライト(α)粒組織は微細であることが知られている。ところが、筆者らは低炭素鋼において、圧縮変形によって扁平した γ (パンケーキ γ) の粒界から生成する α (粒界 α とする) の形、大きさ、結晶方位を系統的に検討した結果、粒界 α 厚さはひずみによって減少しないことを明らかにした¹⁾。すなわち、0.16C–0.4Si–1.4Mn (mass%)組成の低炭素鋼において変形前の γ 粒径を平均300 μm とし、1023Kで1.0までのひずみを与えて γ 粒を変形し、連続冷却(10K/s)する際に変態生成する粒界 α 厚さ (γ 粒界に垂直な方向の粒切片)、長さ (γ 粒界に平行な方向の粒切片)、結晶方位を調べた。その結果、Fig. 1に示すように、粒界 α 厚さは、ひずみによらず平均6–7 μm と変化しないことがわかった。

以上はひずみが1.0までの範囲であり、パンケーキ γ 厚さが、生成する粒界 α 厚さに比べ10倍以上大きい場合の結果である。しかし、より大きなひずみを与えたり、同じひずみでも変形前 γ 粒径を小さくして、パンケーキ γ 厚さを6 μm 程度とした時、粒界 α 厚さがどのような影響を受けるのか大変興味深い。

γ 粒界は α の優先生成サイトであるから、Fig. 2に示すように、すべての γ 粒界から α が生成することを仮定した場合、粒界 α 厚さをパンケーキ γ 厚さ以下に制御できる可能性がある。なぜなら、粒界 α が成長する前方では γ 中に炭

素が濃縮して成長を抑制しており、 α 粒がすでに前方に生成している粒界 α を浸食してまで成長することは考えにくいからである。したがって、 α 優先生成サイトである γ 粒界の間隔を狭くすれば、 α 粒成長の物理的制約となり、変態生成する粒界 α 厚さもより薄くできる可能性がある。

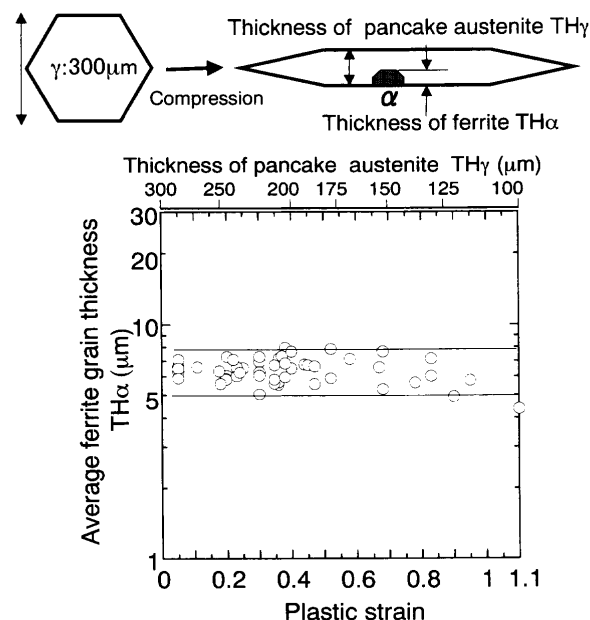


Fig. 1. Relationship between the plastic strain and the thickness of ferrite grains formed at the grain boundaries of austenite deformed at 1023K and then cooled at 10K/s. The thickness represents the grain size perpendicular to the austenite grain boundary¹⁾.

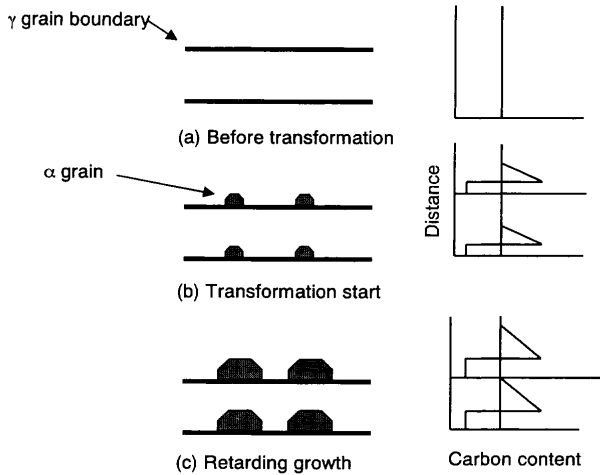


Fig. 2. Schematic drawing of the relationship between the ferrite grain growth and the carbon concentration profile.

本論文では、まず、変態生成する粒界 α の成長に物理的障害がない場合の成長厚さ（自由成長厚さと呼ぶ）を定量的に検討する。次に、圧縮変形によって γ 粒界間隔（パンケーキ γ 厚さ）を自由成長厚さ程度までに狭めた場合に、生成する粒界 α 厚さを系統的に調べ、その変化について考察する。

2. 実験方法

2.1 自由成長厚さの検討

まず、界面の局所平衡を考慮して、等温変態の際の α 粒成長厚さを計算した²⁾。次に、計算結果の妥当性検証のための等温変態実験を行った。Table 1に示す組成を有するSM490相当の低炭素鋼を真空溶解、熱間圧延により作製し、長さ16×幅15×厚さ12mmの大きさの試験片を切り出した。この試験片に対して、加工熱処理シミュレータを用いて、Fig. 3に示す圧縮変形を行った。試験片を1473Kに加熱後60s保持し γ 粒径を300 μm に調整した後、10K/sで1023Kまで冷却し、ひずみ速度10/sにて1パスで圧縮を行った。試験片の変形量は厚さ：12mm→8.3mm（圧下率30%、最初の数字は圧縮前の厚さで次の数字は圧縮後の厚さを示している。以下同様。）である。圧縮後直ちに973Kまで20K/sで冷却し、973Kで5sおよび10s保持後に水冷した。

なお、連続冷却中の $\gamma \rightarrow \alpha$ （ポリゴナル α ）変態温度域は加工温度の1023Kから923Kのおおよそ100Kの範囲であると見積られる³⁾。したがって、等温変態実験は中間温度である973Kで行った。

2.2 パンケーキ γ の粒界から生成する粒界 α 厚さの検討

次に、変形されパンケーキ状となった γ の厚さと粒界 α 厚さを比較するため、さまざまな大きさの γ 粒を変形し、連続冷却を行った。試験片を1173, 1323, 1373, 1473Kに加

Table 1. Chemical composition of the sample used (mass%).

C	Si	Mn	P	S	N
0.16	0.4	1.4	0.015	0.005	0.001

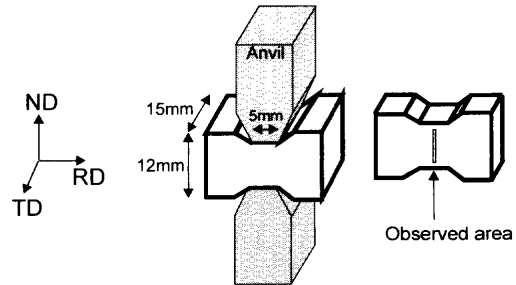


Fig. 3. Schematic illustration of the compression deformation.

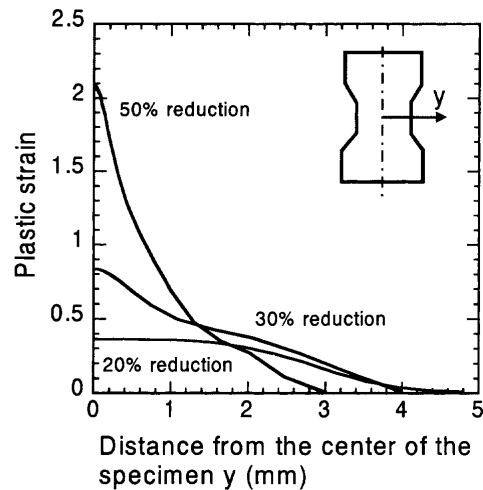


Fig. 4. Plastic strain obtained from FEM calculation at a distance from the center of the specimen for the specimens compressed by 20, 30 and 50% in reduction at 1023K¹⁾.

熱後60sから180s保持し γ 粒径を平均17, 50, 100, 300 μm に調整した後、10K/sで1023Kまで冷却した後、ひずみ速度10/sにて1パスで圧縮を行った。試験片の変形量は厚さ：12mm→6mm（圧下率50%）、12mm→8.3mm（圧下率30%）、12mm→9.6mm（圧下率20%）である。圧縮後773Kまで10K/sで制御冷却し、その後は放冷した。また、制御冷却終了温度である773Kでは $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態は完了している。また、加工直後の γ 粒の形を調べるために、加工直後に水冷も行った。

γ 粒径が300 μm , 17 μm の試験片において変形を施さずに10K/sで冷却した時の A_{r3} 点は熱膨張測定よりそれぞれ、833K, 963Kであり、1023Kにおける圧縮変形開始前は γ 単相状態であることを確認している。

ところで、Fig. 3に示すような圧縮変形では、試験片内部は均一には変形されず、ひずみは試験片表面から中心部にかけて連続的に増加する。そのため、1つの試験片で、

さまざまなひずみの部位を観察できる利点がある。そこで、内部のひずみ分布を有限要素法による数値解析で求めた。結果を Fig. 4 に示す¹⁾。なお、数値解析結果は実測したひずみ分布と一致していた⁴⁾。 α 粒径の測定位置は試験片の TD 軸に垂直な断面の矢印 (Fig. 3) で示す部分にある旧 γ 粒界で、粒界 3 重点近傍を除いた直線的な旧 γ 粒界に限った。また、測定領域はひずみ 1.0 までの範囲に限った。なお、測定位置では変形の対称性のためにせん断ひずみ成分は相殺されている。本論文では、塑性変形量を試験片における観察位置での圧縮ひずみで表す。

3. 結果

3.1 α 粒の自由成長厚さ

3.1.1 計算結果

等温変態における $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態開始後の α 粒の厚さは、一般に界面の局所平衡を考慮した (1) 式で表される²⁾。

$$S = \alpha t^{0.5} \dots\dots\dots (1)$$

$$\alpha = \sqrt{D \frac{(C^{\gamma\alpha} - C^0)^2}{(C^{\gamma\alpha} - C^{\alpha\gamma})(C^0 - C^{\alpha\gamma})}} \dots\dots\dots (2)$$

ここで α は Parabolic rate constant, D は γ 中の炭素の拡散係数, $C^{\gamma\alpha}$ は γ/α 相境界における γ 相の炭素濃度, $C^{\alpha\gamma}$ は γ/α 相境界における α 相の炭素濃度, C^0 は γ 相中の平均炭素濃度を表す。濃度はモル分率である。

Fe-0.16C-0.4Si-1.4Mn (mass%) 鋼における $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態開始後の α 粒厚さの変化を式 (1) を用いて計算した。 D は Kaufman の式⁵⁾

$$D = 0.5 \exp(-30C) \exp\left[-\frac{38300 - 1.9 \times 10^5 + 5.5 \times 10^5 C^2}{RT}\right] \text{ (cm}^2/\text{s)} \dots\dots\dots (3)$$

より求め、 $C^{\gamma\alpha}$, $C^{\alpha\gamma}$ は Thermo-calc により得た。(3) 式中の C は $C^{\gamma\alpha}$ とした。計算に用いた各値を Table 2 に示す。その結果、Fig. 5 に示すように、温度 973-1073K の範囲では、

変態開始後約 1s で α 粒の厚さは 1.5-3 μm となり、10s 後には 4-8.5 μm まで成長する。等温変態温度で 100K の差は、 α 粒厚さで最小最大 2 倍の差をもたらす程度である。

3.1.2 実験結果

Fig. 6(a), (b) に 1023K で加工後 973K まで 20K/s で急速冷却し、973K で 5s および 10s 後水冷した場合の粒界 α の組織写真を示す。 γ 粒の変形は圧縮ひずみで 0.75 であり、隣接 γ 粒とは十分な距離がある。5s 後および 10s 後粒界 α の平均厚さは、それぞれ、4.3 μm , 5.8 μm であった。Fig. 5 に示すように、計算値と実測値はよく一致している。

Table 2. Carbon concentration at the γ/α interface in 0.16C-0.4Si-1.4Mn (mass%) steel obtained by thermo-calc, where $C^{\gamma\alpha}$, $C^{\alpha\gamma}$ and C^0 (mol fraction) represent carbon concentration in austenite at the γ/α interface, in ferrite and in austenite, respectively.

Temperature (K)	$c^{\gamma\alpha}$	$c^{\alpha\gamma}$	c^0
1073	1.1119E-02	6.4220E-05	7.3649E-03
1023	2.2824E-02	2.1377E-04	7.3649E-03
973	3.9237E-02	2.9642E-04	7.3649E-03
923	5.8694E-02	3.4306E-04	7.3649E-03

(Mol fraction)

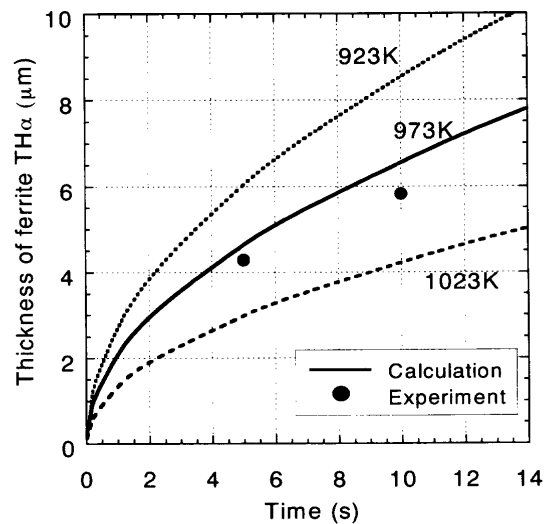


Fig. 5. Growth of grain boundary ferrite in isothermal transformation. Lines and plots represent calculation and experimental results, respectively.

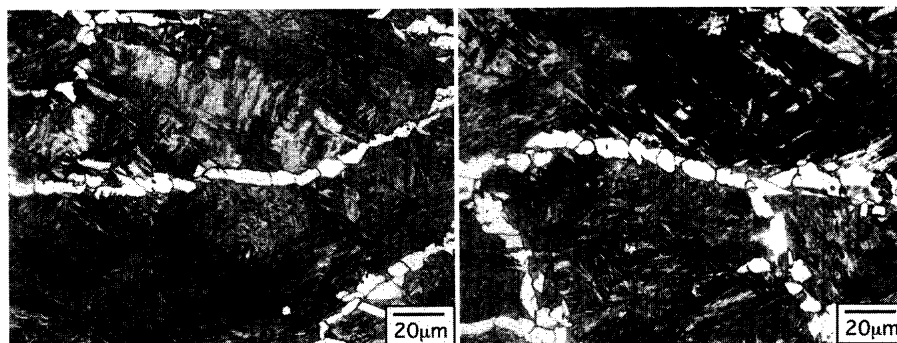


Fig. 6. Light micrograph of grain boundary ferrite on isothermal transformation. Deformation: $\epsilon = 0.75$ at 1023K. Isothermal heat treatment: at 973K for (a) 5s, followed by quenched and (b) 10s, followed by quenched.

これらの結果から、10K/sの連続冷却変態の場合、10s後に粒界 α は6 μm 程度まで成長することになる。この予想はFig. 1の結果と一致している。すなわち、10K/sの連続冷却における粒界 α の自由成長厚さは6 μm 程度となる。

3.2 パンケーキ γ 厚さと粒界 α 厚さの関係

3.2.1 パンケーキ γ 厚さ

圧縮変形によってパンケーキ状となった γ の厚さ TH_γ は

$$TH_\gamma = d_\gamma / \exp(\varepsilon) \dots \dots \dots (4)$$

と表される。ここで、 d_γ は変形前 γ 粒径、 ε はひずみ（圧縮ひずみ）を表す。 $d_\gamma=17, 50, 100, 300\mu\text{m}$ のそれぞれに対して、 ε と TH_γ の関係はFig. 7のように表される。すると、 γ 粒径とひずみに応じて、パンケーキ γ 厚さは、ひずみが0から1の範囲で、300 μm から6 μm まで変化する。

γ 粒径が17 μm の場合に関して、1023Kで変形後に直ちに水冷し、実際にパンケーキ γ を観察し、パンケーキ γ 厚さを調べた結果をFig. 8に示す。今回の組成では焼入れ性が不十分であるため、変形後直ちに水冷しても、粒界 α の生成は阻止できなかったため、粒界 α を旧 γ 粒界の痕跡とみなした。粒界 α の間隔を測定し、パンケーキ γ 厚さとみなし、その結果をFig. 7にプロットした。Fig. 8(a), (b), (c)

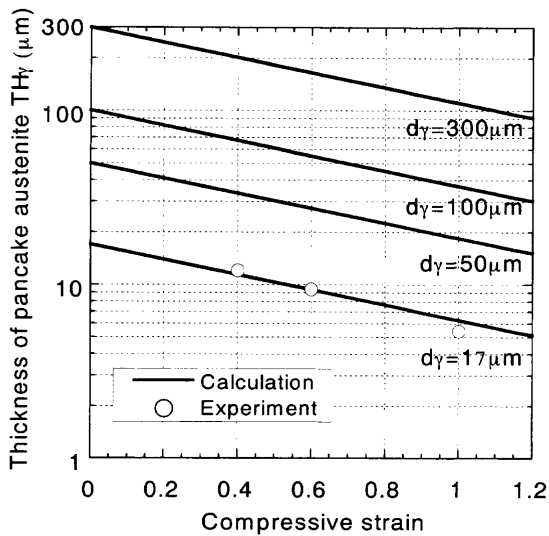


Fig. 7. Relationship between the compressive strain and the thickness of the pancake austenite TH_γ .

ではひずみが0.4、0.6および1.0であるから、(4)式よりパンケーキ γ 厚さはそれぞれ、11.3、9.3、6.3 μm と計算される。一方、実測値は、12.0、9.4、5.4 μm であり、両者はよく一致している。

3.2.2 パンケーキ γ 厚さと粒界 α 厚さの関係

Fig. 9(a)–(f)に各ひずみ領域から生成した組織の光学顕微鏡写真を示す。変形前 γ 粒径、ひずみ、パンケーキ γ 厚さはそれぞれ、(a) $d_\gamma=300\mu\text{m}$, $\varepsilon=0.78$, $TH_\gamma=138\mu\text{m}$, (b) $d_\gamma=100\mu\text{m}$, $\varepsilon=0.34$, $TH_\gamma=72\mu\text{m}$, (c) $d_\gamma=50\mu\text{m}$, $\varepsilon=0.47$, $TH_\gamma=31\mu\text{m}$, (d) $d_\gamma=50\mu\text{m}$, $\varepsilon=1.0$, $TH_\gamma=18\mu\text{m}$, (e) $d_\gamma=17\mu\text{m}$, $\varepsilon=0.47$, $TH_\gamma=11\mu\text{m}$, (f) $d_\gamma=17\mu\text{m}$, $\varepsilon=1.0$, $TH_\gamma=6\mu\text{m}$ である。Fig. 9(a), (b)ではパンケーキ γ 厚さが72 μm 以上あり、粒界 α と粒内ウィッドマンステッテン α の区別は容易である。Fig. 9(c), (d)のように、パンケーキ γ 厚さが30–18 μm となってくると、必ずしも、粒界 α と粒内 α の区別は明確ではなくなってくる。さらに、Fig. 9(e), (f)ではパンケーキ γ 厚さは11–6 μm であるが、粒内ウィッドマンステッテン α は見られなくなる。粒界 α 厚さは、Fig. 9(a)–(c)までは、変化が見られないが、Fig. 9(d)ではやや減少し、Fig. 9(e), (f)では明らかに減少している。

パンケーキ γ 厚さと粒界 α 厚さの関係を整理した結果がFig. 10である。Fig. 9で示したように、パンケーキ γ 厚さが300–30 μm の範囲では、粒界 α 厚さは6–7 μm と一定である。しかし、パンケーキ γ 厚さが20 μm 以下になると、粒界 α 厚さは減少し始める。パンケーキ γ 厚さが10 μm になると、粒界 α 厚さは3 μm 以下となる。

Fig. 10の点線は、

$$TH_\alpha = 0.75TH_\gamma \dots \dots \dots (5)$$

すなわち、 γ 粒界間隔を1つの α 粒が成長した時の最大厚さである。ここで、係数0.75はパーライトの体積率0.25を考慮したものである。しかし、得られた粒界 α 厚さとパンケーキ γ 厚さの関係はこの予測よりも小さく、 γ 粒界間隔に2つの α 粒が生成した場合の

$$TH_\alpha = 0.375TH_\gamma \dots \dots \dots (6)$$

に近い。

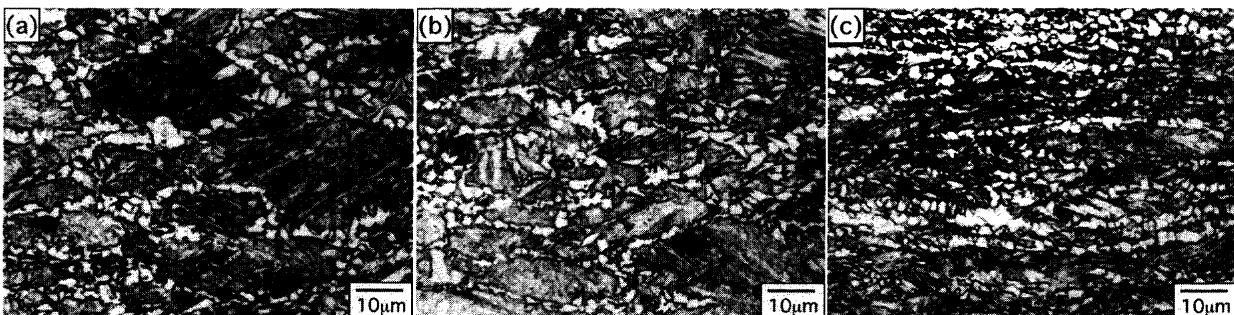


Fig. 8. Light micrograph of the pancake austenite. The austenite was deformed by (a) 0.4, (b) 0.6 and (c) 1.0 in plastic strain at 1023K and then was quenched.

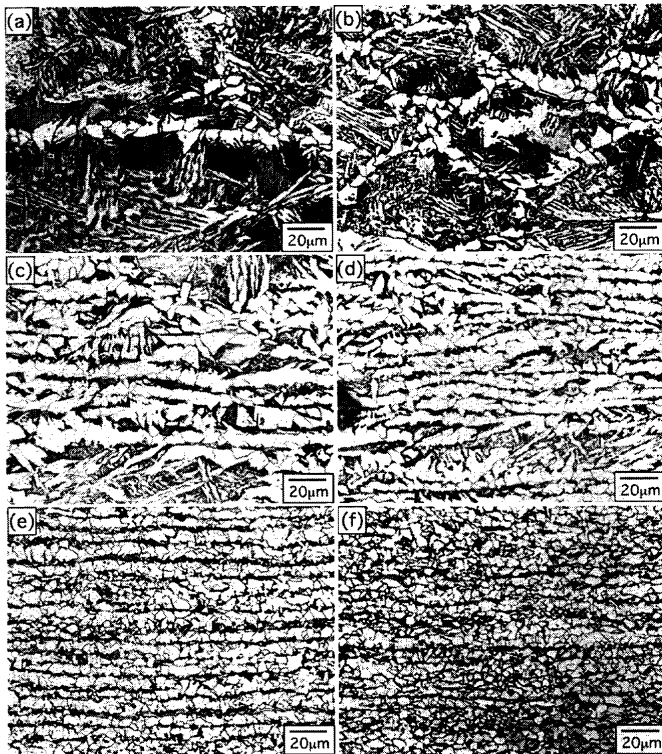


Fig. 9. Ferrite formed at the grain boundaries of variously deformed austenite. Prior austenite grain size (d_γ), compressive strain (ϵ) and thickness of pancake austenite (TH_γ) are (a) $d_\gamma=300\ \mu\text{m}$, $\epsilon=0.78$ and $TH_\gamma=138\ \mu\text{m}$, (b) $d_\gamma=100\ \mu\text{m}$, $\epsilon=0.34$ and $TH_\gamma=72\ \mu\text{m}$, (c) $d_\gamma=50\ \mu\text{m}$, $\epsilon=0.47$ and $TH_\gamma=31\ \mu\text{m}$, (d) $d_\gamma=50\ \mu\text{m}$, $\epsilon=1.0$ and $TH_\gamma=18\ \mu\text{m}$, (e) $d_\gamma=17\ \mu\text{m}$, $\epsilon=0.47$ and $TH_\gamma=11\ \mu\text{m}$, and (f) $d_\gamma=17\ \mu\text{m}$, $\epsilon=1.0$ and $TH_\gamma=6\ \mu\text{m}$, respectively TH_α is calculated by Eq. (4).

4. 考察

パンケーキ γ 厚さ TH_γ が $20\ \mu\text{m}$ 以下になると粒界 α 厚さ TH_α が減少し始める理由と、 TH_α が TH_γ の $1/2$ 以下であることについて考察する。

一般的に α 粒の大きさは核生成数と成長速度によって決まる。しかし、梅本ら⁷⁾、筆者ら¹⁾は粒界 α に関して、核生成数が増加しても粒界 α 厚さは変化しないことを理論的および実験的に示している。したがって、粒界 α 厚さは核生成頻度の影響を受けないと考えられるので、粒界 α 厚さの減少の機構について成長の観点のみから議論する。

$\gamma \rightarrow \alpha$ 変態時における拡散変態界面の移動を線形勾配近似すると Fig.11 のようになる。界面の γ 側、すなわち α 粒の前方には、炭素の濃化域 ΔX が存在する。炭素の濃化域は γ を熱力学的に安定にするため、濃化域内での α 生成は抑制されることになる。 α 側から吐き出された炭素量と γ 側の濃化域の炭素量は一致することから、 ΔX は式(7)で表される。

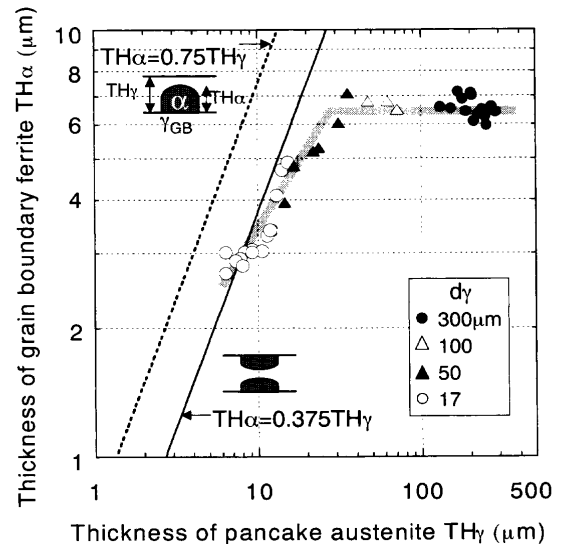


Fig. 10. Relationship between the thickness of pancake austenite TH_γ and the thickness of grain boundary ferrite TH_α .

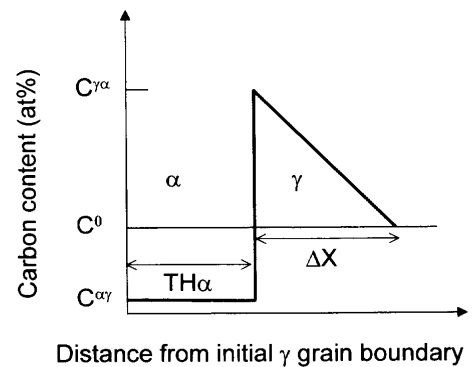


Fig. 11. Schematic drawing of the change of carbon content at the γ/α interface based on the theory of linearized gradient approximation²⁾.

$$\Delta X = \frac{2(C^0 - C^{\alpha\gamma})TH_\alpha}{(C^{\gamma\alpha} - C^0)} \dots\dots\dots(7)$$

ΔX を求めた結果が Fig.12 である。例えば、1023K の場合、 TH_α が $7\ \mu\text{m}$ の時、 ΔX は $6.5\ \mu\text{m}$ となる。仮に TH_γ が $13.5\ \mu\text{m}$ の場合、濃化域の先端が γ 界面にぶつかることになる。Fig.13 に示すように、隣接する γ 粒界にも α が生成していると仮定した時、炭素の濃化域は γ 粒界を越えることはできない。その結果、さらに α が成長しようとした場合、 γ 中の平均炭素濃度 C^0 は上昇する。 C^0 が上昇すると界面の移動速度が低下することが式(1)、(2)から予測される。

ここで、Fig.13 のように、粒界 α 厚さ TH_α と炭素の濃化域厚さ ΔX の和がパンケーキ γ 厚さ TH_γ に一致した時に、粒界 α の成長が止まると仮定すると、 TH_α は

$$TH_\alpha = TH_\gamma - \Delta X \dots\dots\dots(8)$$

により予測できる。結果を Fig.14 に示すが、 TH_α が $7\ \mu\text{m}$ と

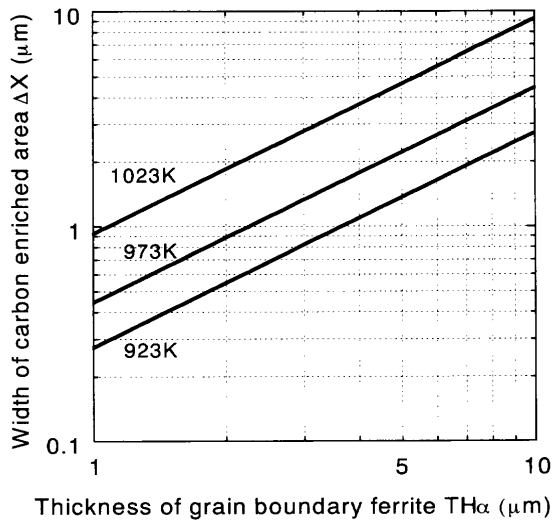


Fig. 12. Width of carbon enriched area ΔX calculated by Eq. (1).

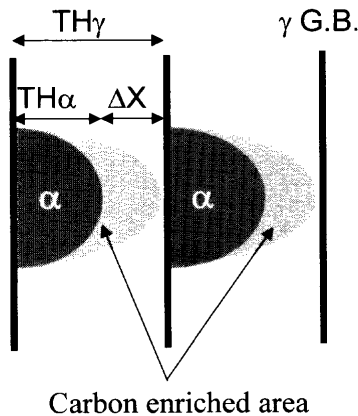


Fig. 13. Schematic drawing of geometrical soft impingement.

なるような TH_γ は $14\ \mu\text{m}$ であるが、実際に TH_α が減少し始める TH_γ は $20\ \mu\text{m}$ であり、おおよそ一致しているとみなせる。また、 TH_γ の減少に伴う TH_α の関係は、Fig. 14 の予測の直線に近い。したがって、 TH_α の減少は、炭素の濃化域が TH_γ に接したことによる成長抑制が原因であると考えられる。すなわち、Fig. 13 に示す幾何学的なソフトインピンジメント⁶⁾によって成長が抑制されたと考えられる。

粒界 α の成長が抑制されて、パンケーキ γ 中には炭素が濃化した γ が残留する。しかし、その後の連続冷却に伴って γ の過冷度は大きくなり、十分な過冷度になった時、炭素濃度が相対的に低い部分から次の α 粒が生成することが考えられる。すなわち、結果的に1つのパンケーキ γ 厚さから2つの α 粒が生成することになる。このように考えると、 $TH_\alpha = 0.375TH_\gamma$ に近い関係が得られたことが説明できる。

以上の結果より、圧縮変形によって γ 粒界間隔 (パンケーキ γ 厚さ) を自由成長厚さ程度までに狭めると、生成する粒界 α 厚さはパンケーキ γ 厚さより十分小さくなり、

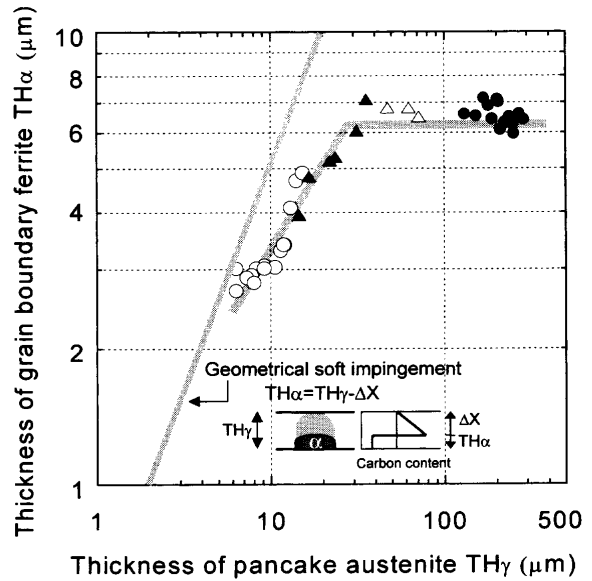


Fig. 14. Growth retarding of grain boundary ferrite by geometrical soft impingement.

1つのパンケーキ γ 厚さの中に、2つ程度の α 粒が生成すると考えられる。

5. 結言

変態生成する粒界 α の成長に物理的障害がない場合の成長厚さ (自由成長厚さ) を定量的に検討し、次に、圧縮変形によって γ 粒界間隔 (パンケーキ γ 厚さ TH_γ) を自由成長厚さ程度までにした場合に、生成する粒界 α 厚さ (TH_α) の変化を調べ、その原因を考察した。

(1) 粒界 α の自由成長厚さは成長の線形勾配近似モデルに基づく計算と実験結果がよく一致しており、1023K で変形した γ 粒から連続冷却変態 (10K/s) で生成する粒界 α は厚さで $6\ \mu\text{m}$ 程度まで成長する。

(2) パンケーキ γ 厚さが $300\text{--}30\ \mu\text{m}$ の範囲では、生成する粒界 α 厚さは $6\text{--}7\ \mu\text{m}$ と変化せず、自由成長厚さと一致している。ところが、パンケーキ γ 厚さが $20\ \mu\text{m}$ 以下になると α 粒厚さは減少し始める。厚さが減少し始めた後の粒界 α 厚さとパンケーキ γ 厚さの関係は、粒界 α 厚さがパーライトの体積率 0.25 を考慮したパンケーキ γ 厚さの $1/2$ 程度となる $TH_\alpha = 0.375TH_\gamma$ に近い。

(3) パンケーキ γ 厚さが $20\ \mu\text{m}$ 以下になると粒界 α 厚さが減少し始めるのは、 α 粒前方の炭素の濃化域が隣接 γ 粒界に到達し、残留 γ 中の炭素濃度が上昇することによって α の成長が抑制されたためと考えられる。

本研究を進めるにあたり、東京理科大学基礎工学部大学院生源田悟史氏 (現ディスコ (株))、同基礎工学部学生高橋広樹氏 (現ダイジェット工業 (株)) にご協力いただいた。また、組織観察については、野沢智子氏、土谷悦子氏に多大なご協力をいただいた。

文 献

- 1) S.Torizuka, O.Umezawa, K.Tsuzaki and K.Nagai: *Tetsu-to-Hagané*, **86** (2000), 807.
- 2) 榎本正人：金属の相変態，内田老鶴圃，東京，(2000)，100.
- 3) T.Hanamura, H.Shibata, Y.Waseda, H.Nakajima, S.Torizuka, T.Takahashi and K.Nagai: *ISIJ Int.*, **39** (1999), 1188.
- 4) T.Ohashi, S.Torizuka, T.Inoue, K.Tsuzaki and K.Nagai: *CAMP-ISIJ*, **11** (1998), 1190.
- 5) L.Kaufman: The Decomposition of Austenite by Diffusional Processes, ed. by V.F.Zakay and H.L.Aaronson, Interscience Publishers, New York, (1962), 339.
- 6) 榎本正人：金属の相変態，内田老鶴圃，東京，(2000)，185.
- 7) M.Umemoto, H.Ohtsuka and I.Tamura: Proc. Int. Conf. on Physical Metallurgy of Thermomechanical Processing of Steels and Other Metals (THERMEC-88), Vol. 2, ISIJ, Tokyo, (1988), 769.