

18Ni, 17Ni-0.2C および SM490 鋼マルテンサイトの動的再結晶挙動

包 耀宗*・足立 吉隆*²・遠峰 裕二*・鈴木 徹也*³・徐 平光*⁴・友田 陽*⁵

Dynamic Recrystallization Behavior in Martensite in 18Ni, 17Ni-0.2C and SM490 Steels

Yao Zong BAO, Yoshitaka ADACHI, Yuuji TOOMINE, Tetsuya SUZUKI, Ping Guang XU and Yo TOMOTA

Synopsis : The 18Ni, 17Ni-0.2C and low carbon (SM490) steels were quenched after austenitization to obtain full martensite structure. Then specimens were heated rapidly up to various temperatures below A_s followed by compression with various strain rates. During hot deformation, some specimens show dynamic recrystallization, which is well summarized by using Zener-Hollomon (Z) parameter. The Z -values corresponding to the occurrence of dynamic recrystallization depend on chemical compositions of martensite steels and are much higher than those for IF steel. The dynamic recrystallization observed is so-called continuous recrystallization which is different from discontinuous recrystallization in the IF steel; subgrains change to grains with high angle boundaries during deformation. The grain size changes with Z -value and sub-micron sized grains were obtained in the 17Ni-0.2C steel.

Key words: dynamic recrystallization; martensite; hot compression; Zener-Hollomon parameter.

1. 緒言

動的再結晶は高温変形中に生じる動的復旧過程の一つで、加工熱処理により微細結晶粒が得られることから工業的にも有用であり、その制御法を含めた機構の解明が期待されている。しかし、高温の変形中に生じる動的挙動であるがゆえに現象の把握が困難であり、フェライト鋼に関しては研究が少ない。

Glover と Sellars¹⁾は、高純度鉄の高温ねじり試験により動的再結晶が生じる条件及び変形応力(σ)-ひずみ(ϵ)曲線の形状について検討した。Maki ら²⁾は Fe-16%Cr-0.028%C 合金を用いて高温引張変形後に急冷すると動的再結晶組織が観察されたと報告している。また、Zadeh と Jonas³⁾、Baczynski と Jonas⁴⁾は、IF 鋼の高温ねじり試験を用いて変形応力の変化や組織観察結果を合せて考察し動的再結晶が発現したと結論した。さらに、辻ら⁵⁾は、IF 鋼を用いて最高温度 1123K までの広い温度範囲において高温圧縮試験を行い、変形中の組織形成過程を調べることにより動的再結晶の発現を報告している。このようにフェライトにおいてもオーステナイト同様に動的再結晶が生じることが明らかにされている。一方、鳥塚ら⁶⁾はフェライト-パーライト鋼の高ひずみ高 Z 加工 (Z は Zener-Hollomon 因子)により $1\mu\text{m}$ 以下の微細組織が得られ、このときの動的再結晶は

従来の不連続再結晶ではなく連続再結晶であることを示した^{6,7)}。

しかし、マルテンサイト鋼を用いて温間変形で動的再結晶を検討した例はほとんど見あたらない。著者らは Fe-17Ni-0.2C 合金マルテンサイトを急速加熱し温間圧縮を施すと小さいひずみで動的再結晶が生じることを見出した⁸⁾。マルテンサイトを出発組織とすれば、フェライトよりも動的再結晶による結晶粒微細化が容易である。本研究では Fe-18Ni 合金、さらに、実用鋼である SM490 鋼も用いて Fe-17Ni-0.2C 合金と同様な温間変形中の動的再結晶挙動を調べ、3種類の鋼の比較を行った。

2. 実験方法

供試材の化学組成を Table 1 に示す。Fe-18Ni と Fe-17Ni-0.2C 合金の場合は、真空溶解鑄造後、1373~1173K で鍛造及び溝ロール圧延で断面 $15\times 15\text{mm}$ の角棒にした後、水冷した。その後、1373K で 1.8ks 加熱保持後、水冷した。SM490 鋼は、真空炉で 1273K に 3.6ks 保持した後、マルテンサイト組織を得るために水冷した。以後、3種類の試料を Fe-18Ni, Fe-17Ni-0.2C および SM490 と呼ぶ。これらより熱間圧縮試験用の円柱状試験片 (高さ: 6mm, 直径: 4mm) を放電加工機で切り出した。

平成 17 年 3 月 17 日受付 平成 17 年 4 月 26 日受理 (Received on Mar. 17, 2005; Accepted on Apr. 26, 2005)

- * 茨城大学大学院生 (Graduate Student, Ibaraki University, 4-12-1 Nakanarusawa Hitachi 316-8511)
- * 2 物質材料研究機構超鉄鋼研究センター (Research Center of Steels, National Institute for Materials Science)
- * 3 茨城大学工学部超塑性工学研究センター (Research Center of Superplasticity, Faculty of Engineering, Ibaraki University)
- * 4 茨城大学 SVBL (SVBL, Ibaraki University in Ibaraki)
- * 5 茨城大学大学院理工学研究科 (Graduate School of Science and Engineering, Ibaraki University)

Table 1. Chemical compositions of steels investigated (mass%).

Steels	C	Mn	Si	P	S	Cu	Al	N	Ni	Nb	Fe
Fe-18Ni	0.003	< 0.01	< 0.01	—	—	—	—	—	17.96	0.002	Bal
Fe-17Ni-0.2C	0.22	< 0.01	< 0.01	—	—	—	—	—	17.2	0.002	Bal
SM490	0.16	1.43	0.41	0.014	0.004	0.01	0.027	0.028	—	—	Bal

Table 2. Transformation temperatures determined by dilatometry (K).

Steel	As	Af	Ms
Fe-18Ni	883	903	593
Fe-17Ni-0.2C	843	868	398
SM490	1010	1133	895

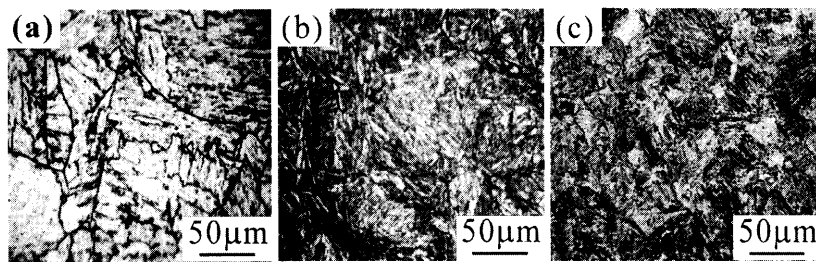


Fig. 1. Microstructures of as-quenched specimens: (a) Fe-18Ni, (b) Fe-17Ni-0.2C and (c) SM490.

3種類の試料について熱膨張計を用いて、As温度等の変態温度を測定した。圧縮試験は、試作した直接通電加熱型温間圧縮試験機⁹⁾を用いて行った。圧縮試験はAs温度以下の焼戻しマルテンサイト域 (Fe-18Niの場合は673~873K, Fe-17Ni-0.2Cの場合は723~833K, SM490の場合は773~1003K) とし、加熱速度は5K/sで、目標温度に達したら1s間保持した後、ひずみ速度: $2.2 \times 10^{-4} \sim 8.7 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の範囲で、最大ひずみ量0.7まで圧縮試験を行った。試験片は、圧縮後の静的回復や粒成長を抑制するために直ちに水冷し組織を凍結した。均一変形を仮定して、圧縮試験で測定した荷重と変位のデータより真応力-真ひずみ(σ - ϵ)曲線を推算した。

組織観察は、光学顕微鏡(OM)、走査型電子顕微鏡(SEM)および透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて行った。観察面は、縦断面(TD)の中心部分とした。機械研磨後、6%硝酸ナイタル溶液を用いて腐食した。TEM観察用の薄膜は圧縮方向に平行な中心部から切り出し、氷酢酸+クロム酸+水の電解研磨液を10°C以下で用い、電圧30Vで行った。TEM観察では局所領域の方位差測定をKikuchi線法により行った。結晶粒径はASTM公称粒径で表し、切断法により求めた平均粒切片長さを1.12倍して求めた。

3. 実験結果

3.1 初期組織と変態温度

熱膨張により測定したAs温度等をTable 2に示す。As点

は、Fe-18Niが883K, Fe-17Ni-0.2Cが840K, SM490が1010Kであった。したがって圧縮試験はこれらの温度以下で行うことにした。焼入状態の組織はFig. 1に示すように3種類の鋼ともにラスマルテンサイトであった。旧オーステナイト粒径はFe-18Niが約66 μm , Fe-17Ni-0.2Cが約87 μm , SM490が約51 μm であった。

3.2 応力-ひずみ曲線

Fig. 2にFe-18Ni, Fe-17Ni-0.2CおよびSM490に関して種々な温度(ひずみ速度は同じ)で圧縮試験を行った際の応力-ひずみ曲線を示す。Fe-18Niにおいては、673Kと773Kでは降伏後ピーク応力を示した後に軟化する加工軟化型の曲線となった。また、863Kにおいては応力が定常を示し、いずれの場合も動的再結晶、動的回復などの動的復旧が変形中に生じたことを示している。辻ら⁵⁾の報告によれば、フェライト(BCC)鋼では応力-ひずみ曲線に明確なピーク応力が現れない場合でも動的再結晶が生じる場合がある。Fe-17Ni-0.2CとSM490の場合においても同様に実験条件内で動的復旧型の応力-ひずみ曲線を呈している。

3.3 高温変形中の組織変化

Fig. 3に高温変形後のFe-18NiとFe-17Ni-0.2Cの縦断面組織を示す。Fig. 3(a), (b)は試料Fe-18Niを823Kでひずみ速度 $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で、ひずみ0.26あるいは0.7まで圧縮した場合の組織である。いずれも圧縮加工により細長く伸長した結晶粒群の中に微細な等軸粒の多い領域(写真で黒くみえる領域)が混在している。(b)の方が微細な等軸粒の

領域が多く見られ、再結晶がひずみの増加とともに進行している。後の考察で示すように、この領域は動的再結晶とサブグレインの混在状態であり、ひずみの増加に伴って粒界が大角化する。Fig. 3(c), (d)はFe-17Ni-0.2Cを773K、ひずみ速度 $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で、ひずみ0.27あるいは0.7まで圧縮した場合の組織である。Fe-18Niの場合よりも等軸粒領域の割合が多い。すなわち、C量が多い方が小さいひずみで再結晶が進行している。

Fig. 4にFe-18NiとSM490の等軸結晶粒領域のSEM観察例を示す。ひずみ量はいずれも約0.7である。(a)はFe-18Niの843K、ひずみ速度 $5.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の場合で、(b)は843K、ひずみ速度 $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の場合である。ひずみ速度の増加に伴い粒径が小さくなる傾向が見られた。Fig. 4(c)および(d)にはSM490のひずみ速度 $1.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ における圧縮温度の影響を示す。温度の低下とともに再結晶粒径が小さくなることが観察される。また、球状の析出物はセメントイトと思われる。

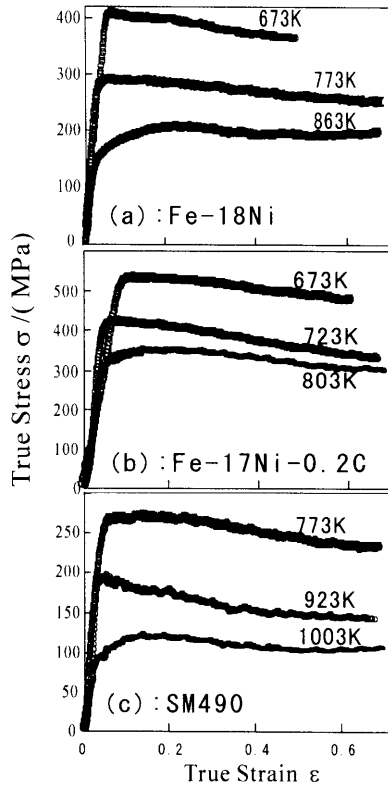


Fig. 2. True stress-strain curves at various temperatures: (a) Fe-18Ni, (b) Fe-17Ni-0.2C and (c) SM490.

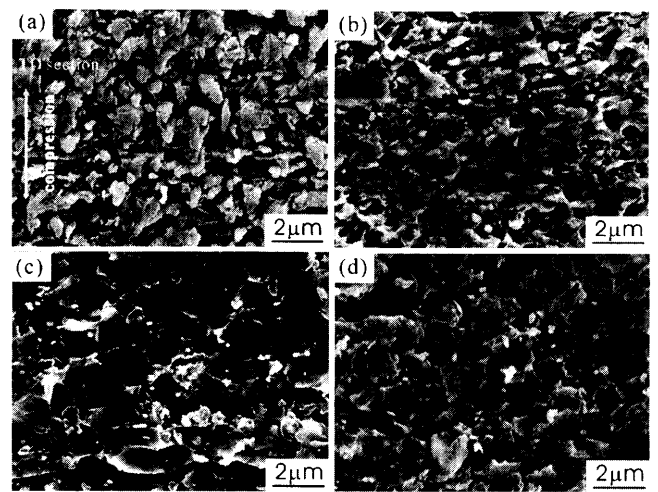


Fig. 4. SEM microstructures of specimens after hot-deformation; (a) Fe-18Ni, 843K, $5.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (b) Fe-18Ni, 843K, $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (c) SM490, 1003K, $1.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, and (d) SM490, 873K, $1.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

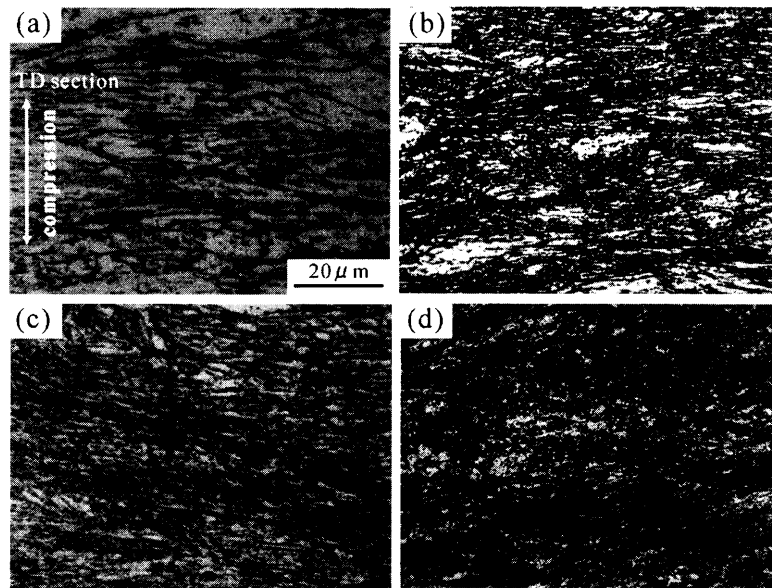


Fig. 3. Optical microstructures of specimens after hot-deformation: (a) Fe-18Ni, 823K, $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $\epsilon=0.26$, (b) Fe-18Ni, 823K, $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $\epsilon=0.70$, (c) Fe-17Ni-0.2C, 773K, $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $\epsilon=0.27$ and (d) Fe-17Ni-0.2C, 773K, $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $\epsilon=0.70$.

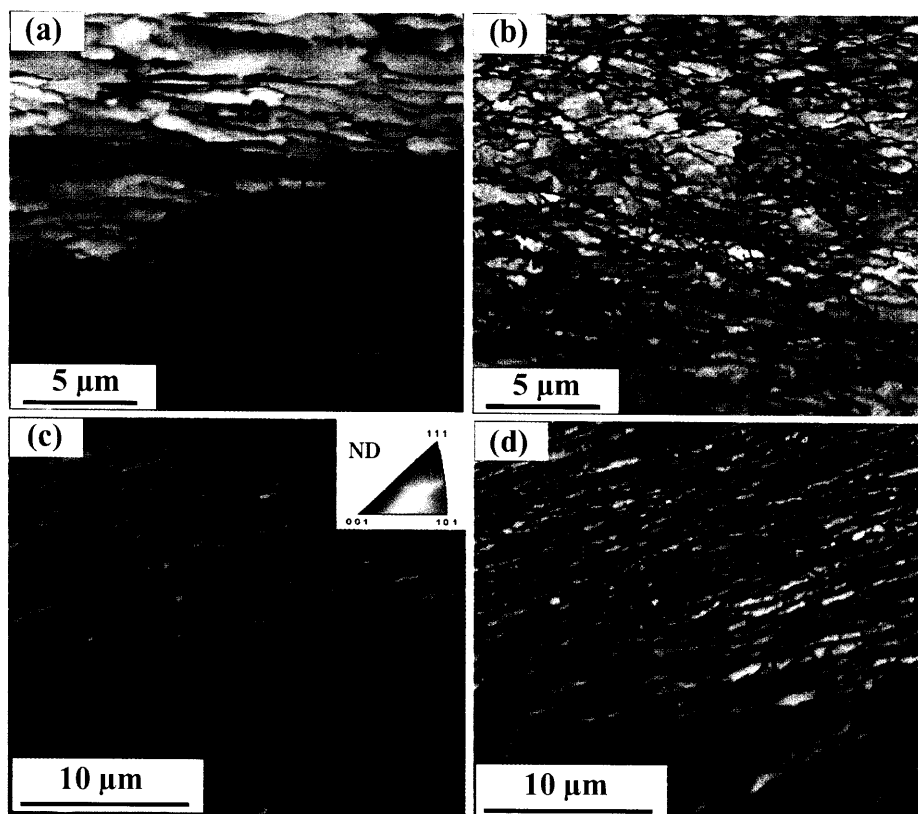


Fig. 5. EBSD results for Fe-18Ni (a), (b) deformed by $\epsilon=0.7$ at 823K with $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, and Fe-17Ni-0.2C, (d) deformed by $\epsilon=0.7$ at 773K with $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. (b) and (d) show grain boundary characters where red: $>15^\circ$, green: $5\text{--}15^\circ$ and black: $2\text{--}5^\circ$.

4. 考察

4.1 動的再結晶挙動

Fig. 2に示したように、本実験では動的再結晶が生じていると推定される。適当な条件下の変形では、ある臨界ひずみ以上になると再結晶の駆動力に達するひずみエネルギーが蓄積され、動的再結晶が起こると考えられている(不連続動的再結晶)。動的再結晶粒の特徴として、結晶粒界に凹凸がある、大角粒界で囲まれている、粒内に転位組織が存在する等があげられる。以下、これらの特徴について検討する。まず、Fig. 4でも見られるが粒界の凹凸は随所で観察された。次にEBSD測定例をFig. 5に示す。Fe-18Niでは小角粒界が多いが一部に大角粒界で囲まれた再結晶粒が認められる。圧縮方向に平行な粒界には小角粒界が多く垂直方向には 15° 以上の大角粒界が多い。Fe-17Ni-0.2Cでは(c), (d)に示すように同じひずみでもFe-18Niより大角粒界化が速い。小角粒界からなるサブグレインと大角粒界で囲まれた再結晶粒の大きさはほとんど同じである。これはOhmoriら⁷⁾がフェライト-パーライト鋼(SMC490)で明らかにした連続動的再結晶の挙動とよく似ている。連続動的再結晶組織では、(1)加工に伴い連続的に転位セル境界が大角化してゆくこと、(2)大角粒界が周囲の加工組織を浸食しながら急速に粒成長を起こすことはほとんどみ

られない(サブグレインと同程度のサイズで共存する)ことが特徴である。Ohmoriらの結果と異なる点は、フェライト-パーライト組織では約1.2以上の加工ひずみで動的再結晶が確認され始めるのに対して、マルテンサイトを出発組織とすると、ひずみ約0.26ですでに観察されることである。

最後にTEM観察例をFig. 6に示す。個々の粒のKikuchi線解析により方位を決定し、粒界の角度をTSLの解析ソフトにより計算した。Fe-18NiではFig. 5(a), (b)のSEM観察では大角粒界が見られたが、その頻度は少くTEMではほとんど観察できなかった。Fig. 6(b)はFe-17Ni-0.2Cにおける例であり、大角粒界で囲まれた結晶粒が認められる。結晶粒の内部には転位が多く存在する。

以上の結果より、本実験では連続動的再結晶がフェライト-パーライト鋼に比べて小さいひずみで起こると判断される。フェライト-パーライト組織よりもマルテンサイトの方が、動的再結晶が起こり易い理由としては、初期組織が微細であることおよび初期転位密度が高いことが考えられる。初期マルテンサイト組織は急速加熱後も組織が微細で多くの転位を内蔵しているため、圧縮変形により導入される転位との相互作用により、転位セル壁が大角粒界へ移行しやすい、つまり動的再結晶粒が生じ易いと思われる。上路⁹⁾はマルテンサイトを出発組織とすれば、室温で小さ

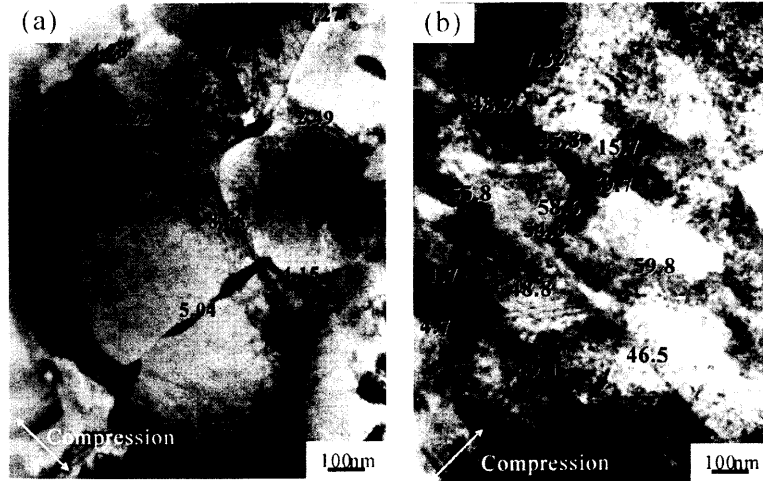


Fig. 6. TEM microstructures for Fe-18Ni (a) deformed by $\epsilon=0.7$ at 823K with $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ and Fe-17Ni-0.2C (b) deformed by $\epsilon=0.66$ at 803K with $1.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

いひずみで強ひずみ加工材相当の微細粒化(Grain subdivision)が起こり、その原因として固溶炭素と転位の相互作用を指摘している。本研究でも Fe-18Ni より Fe-17Ni-0.2C の方が連続再結晶が起こりやすく、微細粒が得られ易い。

Fe-18Ni や Fe-17Ni-0.2C では、圧縮温度に長時間保持するとオーステナイトが生成する可能性がある¹⁰⁾。しかし、圧縮後の試料を透過型電子顕微鏡で観察した限り、オーステナイトも冷却中に生成したマルテンサイトも観察されなかったため、本実験結果にオーステナイト生成の影響はないと判断した。焼戻し(加熱保持)時間を長くしてオーステナイト生成の影響を調べることは興味深いので、今後、検討する予定である。真相を解明するには焼戻し後の動的再結晶挙動を調べる等、さらなる検討が必要である。

4.2 動的再結晶の発現条件

本実験の変形条件(変形温度とひずみ速度)を Fig. 7 に対数プロットで整理した。図中にひずみ0.7で動的再結晶が部分的に発現した条件を○印で示した。いずれの試料の場合も高温、低ひずみ速度領域および低温、高ひずみ速度領域(高変形応力領域)では動的再結晶が観察されなかった。すなわち動的回復領域が存在し、それらの中間領域の変形条件でひずみ0.7における部分的動的再結晶の発現が見られた。動的再結晶発現領域は3種類の鋼によって異なっている。

一般に動的再結晶の発現は温度補償ひずみ速度(Zener-Holloman parameter (Z))

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT) \dots\dots\dots (1)$$

により整理できる¹¹⁾。ここで、 $\dot{\epsilon} (\text{s}^{-1})$ はひずみ速度、 $T (\text{K})$ は絶対温度、 R はガス定数(8.314 J/mol)、 $Q (\text{J/mol})$ は活性化エネルギーである。 Q の値は変形応力を用いて実験データから推定されることも多い¹¹⁾が、キュリー点($T_c=1053\text{K}$)以下のフェライト鉄の自己拡散の活性化エネルギー

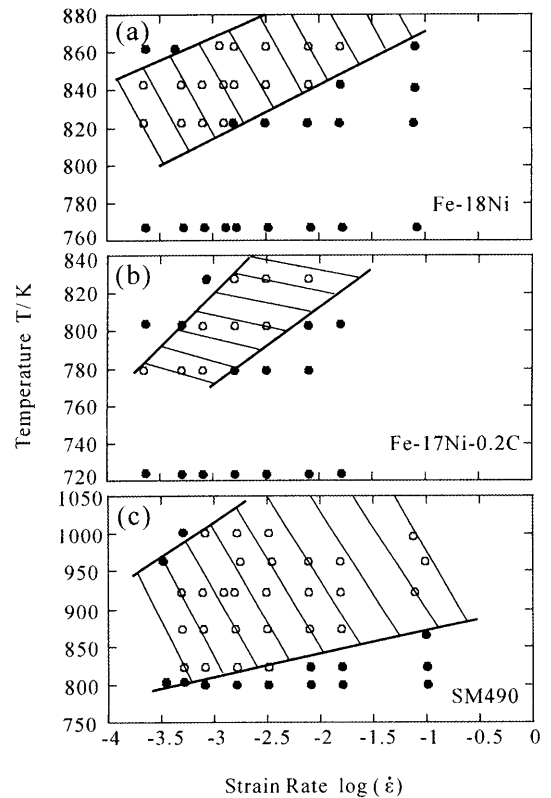


Fig. 7. Deformation conditions examined, i.e., test temperature and strain rate for the three steels: (a) Fe-18Ni, (b) Fe-17Ni-0.2C and (c) SM490.

254 kJ/mol¹²⁾が用いられることも多い⁷⁾。ここでは前者の方法も試みたが信頼できる値を推定できなかったため、合金組成の影響は無視して後者の値で整理を試みた。Fig. 7 における動的再結晶発現領域を Z で整理すると Fe-18Ni は $10^{11} < Z < 10^{14} \text{ s}^{-1}$ 、17Ni-0.2C は $10^{12} < Z < 10^{15} \text{ s}^{-1}$ 、SM490 は $10^{10} < Z < 10^{13} \text{ s}^{-1}$ が得られる。

3種類の鋼の動的再結晶発現条件を比べると、Fig. 8 のようになる。図には辻らによる IF 鋼の結果⁵⁾も参考に示し

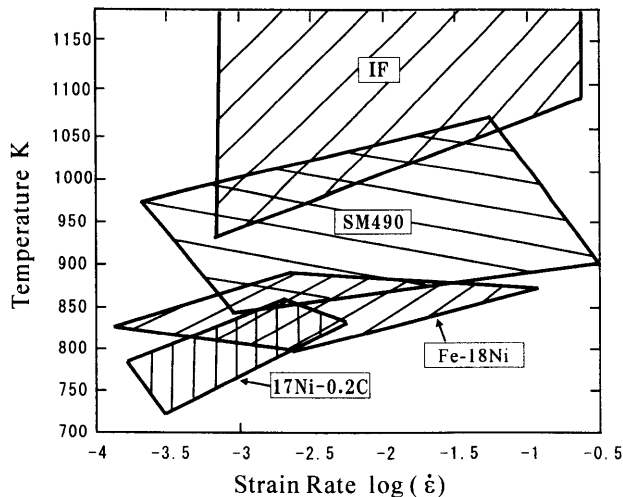


Fig. 8. Comparison of deformation temperature and strain rate where dynamic recrystallization was observed for IF⁵⁾, SM490, Fe-18Ni and Fe-17Ni-0.2C.

た。本実験のマルテンサイト鋼はIF鋼と比べると動的再結晶発現領域が低温側にある。Fe-18NiおよびFe-17Ni-0.2CにおいてはIF鋼の下限条件より200K程度低温において動的再結晶の発現が見られる。

鳥塚ら⁶⁾によるとフェライト-パーライト(F-P)鋼を出発材としても高Z高ひずみ加工を与えれば0.5 μmの動的再結晶が得られている。本実験結果と比べると、さらに高Z域で大きなひずみが必要になる。ここでIF鋼は不連続動的再結晶であるのに対して、マルテンサイト鋼やF-P鋼の場合は連続動的再結晶でありメカニズムが異なる。Ohmoriら⁷⁾が示したように連続動的再結晶では与えたひずみの大きさと大角粒界で囲まれた結晶粒の割合を考慮してFig. 8を再整理する必要がある。

4.3 動的再結晶の粒径

動的再結晶により得られた最小粒径はSM490の場合0.87 μm, Fe-18Niで0.68 μm, Fe-17Ni-0.2Cで0.47 μmであった。これらの粒径をZ因子に対してプロットするとFig. 9のようになった。IF鋼⁵⁾やF-P鋼^{6,7)}と同様に、マルテンサイト鋼においても動的再結晶粒径はZ因子の値に依存して変化し、高Zになるほど結晶粒径は小さくなっている。マルテンサイト鋼の場合の結晶粒径のZ依存性はIF鋼より小さい。注目すべきは鳥塚が指摘した⁶⁾ように、IF鋼のサブグレイン組織となるZ域の粒径の傾向を延長するとほぼ本実験結果と重なることである。

辻らによると動的再結晶粒径もサブグレイン粒径もZ因子でよく整理される。同じZ因子で比べると動的再結晶粒径の方が大きくなるが、これは十分な易動度を持つ大角粒界が形成されるとすみやかに成長が起こるからである。動的再結晶粒に対する直線を外挿すると高Z域で交差する。本実験のデータは、この交差点近傍に存在する。このような領域では動的再結晶粒とサブグレインの大きさは同程度

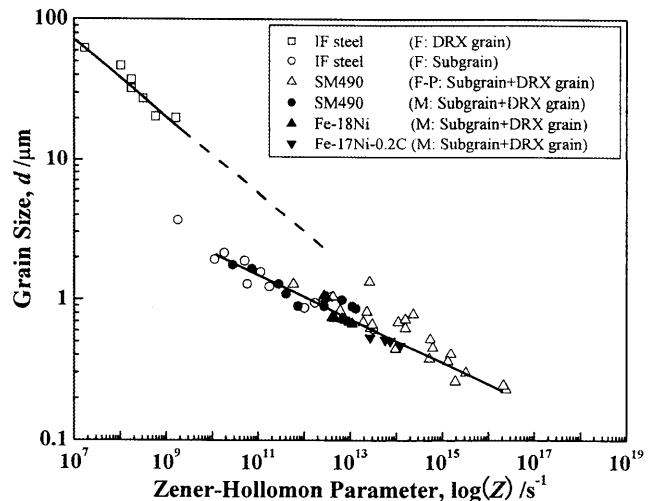


Fig. 9. Grain size as a function of Z-parameter, where the data for IF⁵⁾ steel and F-P steel (SM490)^{6,7)} were plotted. Here, F, F-P and M mean ferrite, ferrite-pearite and martensite, respectively.

で共存し得ると考えられる。すなわち、微細なサブグレインの状態から徐々に粒界が大角化して行き動的再結晶組織が形成されると推定される。

5. 結論

Fe-18Ni, Fe-17Ni-0.2C, SM490の3種類のマルテンサイト鋼を用いて、As温度以下の種々な温度でひずみ速度を変化させて圧縮試験を行い、動的再結晶によるフェライト結晶粒の微細化について研究した。得られた主な結果は以下のとおりである。

(1) マルテンサイト鋼ではIF鋼と比べて低温領域（高Z域：ZはZener-Hollomon因子）で動的再結晶が発現した。サブグレインの小角粒界が徐々に大角化してゆく連続動的再結晶の様相を呈し、不連続動的再結晶を示すIF鋼の場合とは再結晶挙動が異なる。

(2) Fe-17Ni-0.2Cの方がFe-18Niよりも小さいひずみで動的再結晶が起こり、平均粒径約0.51 μmの微細結晶粒が得られることがわかった。

(3) マルテンサイト鋼ではフェライト-パーライト鋼と同様に高Z域でサブグレインと動的再結晶が同程度の大きさに共存し、変形とともに粒界が大角化してゆくが、その発生に至るひずみ量ははるかに小さい。

本実験で用いた試料は物質・材料研究機構超鉄鋼研究センターで作製していただいた。長井寿センター長および津崎兼彰副センター長に感謝する。また、実験で用いた高温圧縮試験装置は平成15, 16年度日本鉄鋼協会戦略的研究費で試作した装置である。

文 献

- 1) G.Glovre, C.M.Sellers: *Metall. Trans.*, **4** (1973), 765.
- 2) T.Maki, S.Okaguchi and I.Tamura: Proc. of Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys (ICSMA6), ed. by R.C.Gifkins, Pergamon Press, (1982), 529.
- 3) A.Najafi-Zadeh, J.J.Jonas and S.Yue: *Metall. Trans. A*, **23A** (1992), 2607.
- 4) J.Baczynski and J.J.Jonas: Proc. 3rd Int. Conf. on Recrystallization and Related Phenomena (Rex 96), ed. by T.R.Mcnelley, Monterey Institute of Advanced Studies, Monterey, CA, USA, (1997), 339.
- 5) N.Tsuji, Y.Matsubara, Y.Saito and T.Maki: *J. Jpn. Inst. Met.*, **62** (1998), 967.
- 6) S.Torizuka: *Bull. Iron Steel Inst. Jpn.*, **2** (2005), 188.
- 7) A.Ohmori, S.Torizuka and K.Nagai: *Tetsu-to-Hagané*, **89** (2003), 765.
- 8) Y.Z.Bao, Y.Adachi, Y.Toomine, P.G.Xu, T.Suzuki and Y.Tomota: submitted to *Scr. Mater.*
- 9) R.Uejii: PH.D Thesis, Osaka Univ., (2003), 86.
- 10) M.Moriyama, S.Takaki and N.Kawagoishi: *Joc Heat Treatment Jpn.*, **41** (2001), 266.
- 11) T.Maki, K.Akasaka, K.Okuno and I.Tamura: *Tetsu-to-Hagané*, **12** (1980), 1659.
- 12) D.W.James and G.M.Leak: *Philos. Mag.*, **14** (1966), 701.