

## 結晶粒微細化における動的再結晶の活用 —動的再結晶の臨界歪低減の追求—

研究代表者 東北大学 金属材料研究所 教授 古原 忠  
共同研究者 東北大学 金属材料研究所 助教 宮本 吾郎  
(現:京都大学 工学研究科 学振特別研究員)  
東北大学 金属材料研究所 PD Behrang Poorganji

### 1. 緒言

塑性変形した金属の焼鈍による静的再結晶を利用した結晶粒微細化の研究は多いが、高温変形中に起こる動的再結晶の応用はほとんどない。しかし、動的再結晶では再結晶粒径や変形応力が歪速度と温度の関数である Zener-Hollomon (Z) 因子 ( $Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$ ) で決まることから、プロセス条件による粒径の安定した制御が可能である。また、低温・高歪み速度変形での超強加工(真歪み3~4)することで、粒径1 $\mu\text{m}$  以下の超微細粒が動的連続再結晶により生成する。しかし、動的再結晶による微細化の実用化には、組織変化の詳細や再結晶機構の解明とともに、低い加工歪みでの再結晶の発現が必要不可欠である。最近、我々は 10%を超える大きな体積率のセメンタイトを含む高炭素鋼について、初期組織を種々変化させた場合の動的再結晶挙動を調べた。その結果、初期組織をラスマルテンサイトとすることで、真歪み 0.7 程度で粒径約 2 $\mu\text{m}$  の超微細粒フェライト組織が全面で得られることを見出した[1]。

ラスマルテンサイト組織は、初期フェライト粒径が微細であること、初期転位密度が高いこと、さらに周囲のフェライト中に大歪みを効果的に導入できる硬質なセメンタイト粒子が焼もどしにより生成することなど、再結晶の促進に寄与する不均一変形の導入に効果的である。本研究では、炭素量を幅広く変化させることでフェライトとしての有効結晶粒径および焼もどしで生成するセメンタイト( $\theta$ )体積率を種々変化させたラスマルテンサイト組織を初期組織とした場合について、温間変形時のフェライト( $\alpha$ )の動的再結晶挙動を系統的に調べたので、その結果を報告する。

### 2. 実験方法

試料としては、Fe-(0.1~0.8)C-2Mn(mass%)合金を用いた。マルテンサイト組織は、各合金を $\gamma$ 単相域である 1123K で 1.8ks の $\gamma$ 化後水冷することで得た。これらの水冷材から直径 8mm、高さ 12mm の円柱状試料を切り出し、歪み速度と温度を制御した一軸圧縮変形を施した。変形温度は 923K で、初期歪み速度は $10^{-4}$ 、 $5.0 \times 10^{-4}$ 、 $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の3条件である。組織観察は圧縮軸を含む面内の中心付近で行った。 $\alpha$  および  $\theta$  粒径は走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて測定し、 $\alpha$  中の転位組織の観察は透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて行った。また、 $\alpha$  粒界の方位差測定は SEM を用いた電子線後方散乱回折

(EBSD)法により行った。

### 3. 結果および考察

図1に初期組織における $\alpha$ 方位マップを示す。各合金ともラスマルテンサイト組織を呈しており、ブロックおよびパケットといった典型的な下部組織を示している。黒線で表される大角粒界の密度は炭素量の増加に伴い高くなっている。表1に変形前初期組織のラスマルテンサイトの特徴を示す。平均ブロック径は炭素量の増加に伴い減少しており、0.1C合金では $5\mu\text{m}$ であるのに対して0.8C合金では $1.6\mu\text{m}$ と約1/3にまで微細化される。また圧縮前の923Kでの均熱処理によって焼もどしが起こり、粒径が $0.1\mu\text{m}$ 程度の $\theta$ 粒子がラスマルテンサイト組織中に析出する。図2は、0.2Cおよび0.8C合金を923Kで異なる歪み速度で50%圧縮変形して得られた組織でのSEM写真である。いずれも等軸の微細 $\alpha$ 粒が形成されているのがわかる。歪み速度が高く、炭素量が多い方が等軸粒の粒径がより微細になっている。図3は、歪み速度 $10^{-3}\text{s}^{-1}$ で50%変形した各合金の $\alpha$ 方位マップである。それぞれの試料において大角粒界(黒線)で囲まれた等軸 $\alpha$ 粒が生成しており、圧縮面(圧縮方向C.D.に垂直な面)に沿って扁平化し内部に白線で示される小角粒界を多く含む未再結晶領域の割合は炭素量が高いほど少ないことがわかる。

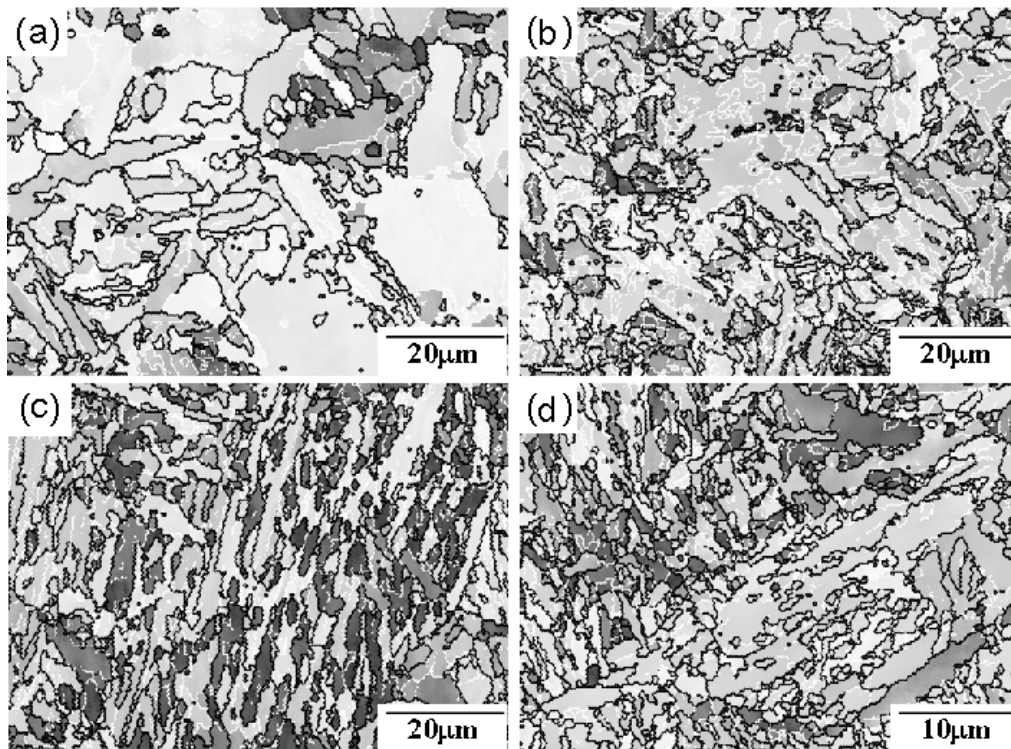


図1: 変形前マルテンサイト組織の方位マップ。(a)0.1C, (b)0.2C, (c)0.35C, (d)0.8C合金。

表1:各合金の初期組織の特徴および再結晶粒径.

合金	$\theta$ 体積率	ブロック径 ( $\mu\text{m}$ )	再結晶粒径 ( $\mu\text{m}$ )		
			$\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
0.1C	1.5	5.0	2.8	3.7	5
0.2C	3	4.2	2.0	2.4	3.5
0.35C	5.5	3.3	1.5	1.9	2.6
0.8C	12.2	1.6	1.1	1.3	1.8

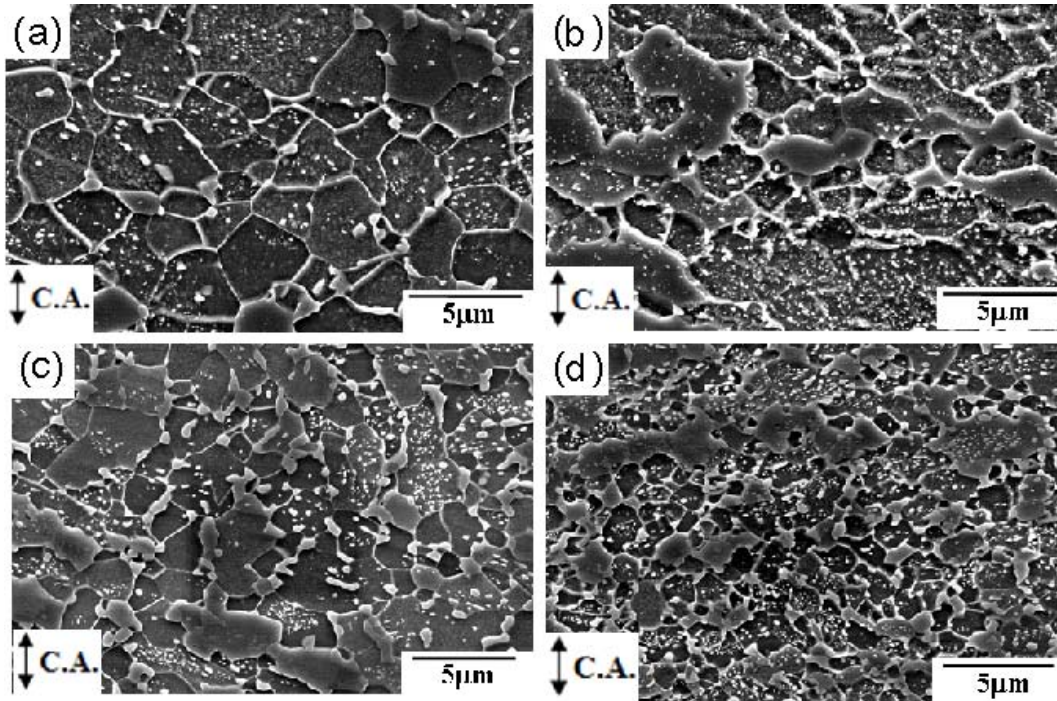


図2:923K, 50%圧縮材の SEM 組織. (a) 0.2C 合金,  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , (b) 0.8C 合金,  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , (c) 0.2C 合金, 歪み速度  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , (d) 0.8C 合金, 歪み速度  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

TEM 観察により, これらの等軸  $\alpha$  粒はその内部に転位やサブグレインなどの変形下部組織を含んでいるが確認されており, 再結晶粒の生成が変形中に動的に起こっていることがわかる. マルテンサイト組織における動的再結晶の完了に必要な臨界歪みはパーライト(層状  $\alpha + \theta$  二相)組織や  $\alpha +$  球状化  $\theta$  二相組織の場合よりも小さい[1]が, この理由としては, 初期  $\alpha$  粒径がパーライトの場合より小さいこと, 変形前の転位密度が元々高いことが挙げられる.

表1には各合金の圧縮変形後の再結晶粒径も示してある. いずれの条件でも  $5\mu\text{m}$  以下の微細  $\alpha$  粒が得られている. 歪み速度が大きいほど, また炭素量が高いほど得られる再結晶粒径は小さくなり, 0.8C 合金では  $1\mu\text{m}$  程度の超微細  $\alpha$  粒が得られている. また, 初期のマartenサイトのブロック径と再結晶粒径がほぼ等しい. ブロック境界は大半が大角粒界であるため, それぞれのブロックが回復するだけで再結晶粒になることが可能である.  $\alpha$  粒の等軸化は変形に伴うブロックの扁平化および分断およびブロック境界の歪み誘起による移動による幾何学的動的再結晶によって起こる可能性が高い. これよりマartenサイトからの微細  $\alpha$  粒の形成は動的連続再結晶によって起こると考えられる. Baoらが行った Fe-高 Ni 低炭素鋼マartenサイトの高 Z 温間変形組織の研究[2]においても, 本研究と同様に小さな付加歪みで微細粒が生成しており, 動的連続再結晶の発現が原因であるとされている.

図4は本研究で得られた  $\alpha$  の動的再結晶粒径と Zener-Hollomon (Z) 因子との関係を示したものである. 動的再結晶粒径はともに Z 因子の増大に伴って小さくなる. フェライト組織を変形した場合には, 低 Z 条件(すなわち低歪み速度および高温)での変形では動的不連続再結晶が, 高 Z 条件(高歪み速度および低温)での変形では動的連続再結晶が起こるとされており, 比例関係を示す直線の傾きは両者で異なっている[3]. すでに高炭素鋼でも報告したとおり, 本研究で得られた  $\alpha$  粒径は動的連続再結

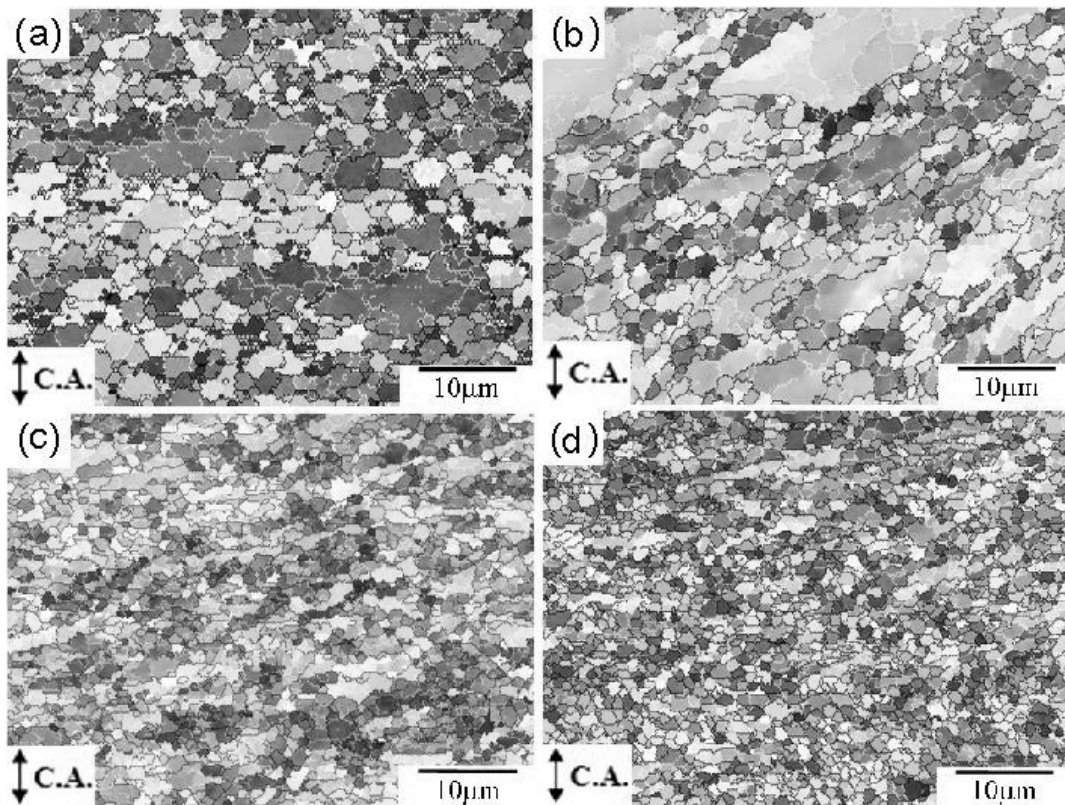


図3: 923K, 50%圧縮材の  $\alpha$  方位マップ.  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (a)0.1C, (b)0.2C, (c)0.35C, (d)0.8C 合金.

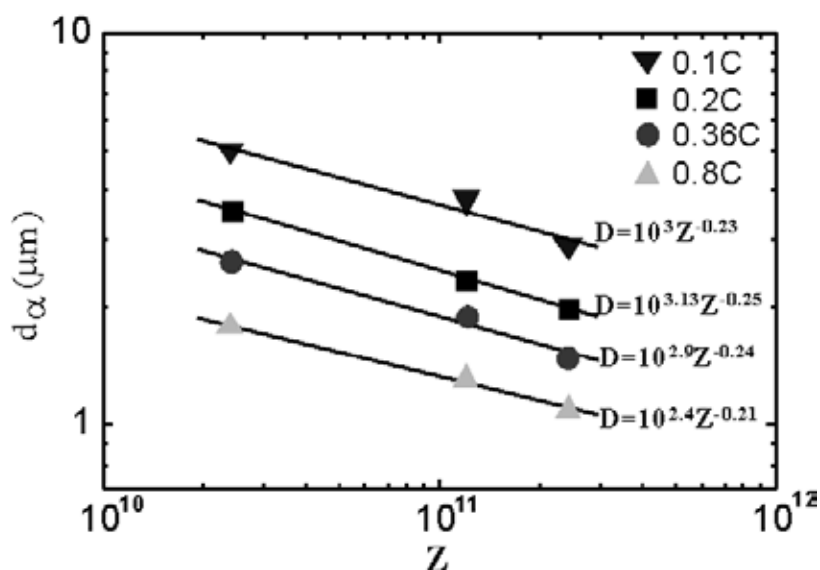


図4: Z 因子と動的再結晶粒径との関係.

晶の直線上にあり[1], 今回得られた直線の傾きもフェライトの場合とほぼ等しい. しかし, 図4を見ると切片の大きさが炭素量によって異なっており, 炭素量が多くなるほど切片は小さくなっている. このことは, 炭素量の増加に伴ってセメンタイト粒子密度が高くなり, このピン止めによる粒成長の抑制効果が大きくなったためであると考えられる.

今後さらに加工歪みの増加に伴う変形組織の発達過程を詳細に観察することで, 動的再結晶のメカニズムを明らかにしていくことが必要である.

#### 4. 結論

以上, 本研究ではラスマルテンサイト組織を温間変形した場合の動的再結晶挙動を調べた. 得られた知見は以下の通りである.

1. ラスマルテンサイトを  $A_1$  点以下で温間変形すると, 動的再結晶によって  $\alpha$  粒径が  $1\sim 2\mu\text{m}$  程度の超微細二相組織が形成される. 再結晶粒径は歪速度が大きく炭素量が高いほど小さくなる.
2. マルテンサイト組織についての動的再結晶完了の臨界歪みは  $0.7$  程度と, 初期組織がパーライトやフェライト+球状化セメンタイトの場合よりも小さい.
3. マルテンサイト組織における等軸微細  $\alpha$  粒生成のメカニズムは動的連続再結晶であると考えられる.

なお, 本研究で得られた結果については, 文献[4],[5]として発表済みである.

## 謝辞

本研究を行うにあたり研究助成をいただきました(財)JFE21 世紀財団に対して深く感謝いたします。

## 参考文献

- [1] T. Furuhashi, T. Yamaguchi, S. Furimoto and T. Maki: Materials Science Forum, 2007, Vol. 539-543, p. 155.
- [2] Y. Z. Bao, Y. Adachi, Y. Toomine, P. G. Xu, T. Suzuki and Y. Tomota: Scripta Materialia, 2005, Vol. 53, p. 1471.
- [3] A. Ohmori, S. Torizuka, S. Nagai, N. Koseki and Y. Kogo: Materials Transaction, 2004, Vol. 45, p. 2224.
- [4] B. Poorganji, T. Yamaguchi, T. Maki, G. Miyamoto and T. Furuhashi: Materials Science Forum, 2007, Vol. 558-559, p. 557.
- [5] Behrang Poorganji, Goro Miyamoto, Tadashi Maki and Tadashi Furuhashi: Scripta Materialia, Vol. 59, 2008, p. 279.