

# 低炭素鋼の塑性変形されたオーステナイトの粒界から生成するフェライト粒の形、大きさと結晶方位

鳥塚 史郎\*・梅澤 修\*・津崎 兼彰\*・長井 寿\*

Shape, Size and Crystallographic Orientation of the Ferrite Grains Formed at Grain Boundaries of Deformed Austenite in a Low Carbon Steel

Shiro TORIZUKA, Osamu UMEZAWA, Kaneaki TSUZAKI and Kotobu NAGAI

**Synopsis :** The influence of plastic strain on the shape, size and crystallographic orientation of ferrite ( $\alpha$ ) grains formed at the grain boundaries of the deformed austenite ( $\gamma$ ) was studied in a 0.17C–0.3Si–1.5Mn steel. Specimens with a coarse  $\gamma$  grain size of 300  $\mu\text{m}$  were compressed at 1023K and cooled at 10K/s. When the plastic strain increased to 0.4, the shape of  $\alpha$  grains changed from plate like to equiaxed, and the average length of  $\alpha$  grains decreased from 12 to 6  $\mu\text{m}$ . However, the average length did not change in the larger plastic strains up to 1.1. On the other hand, the average thickness of  $\alpha$  grains was constant regardless of the plastic strain. The crystallographic orientations of the  $\alpha$  grains formed at one  $\gamma$  grain boundary were almost the same when the plastic strain was smaller than 0.2 and the  $\alpha$  grain shape was plate like. However, the orientations were widely distributed, and most of the  $\alpha/\alpha$  boundaries were high angle ones, when the plastic strain was larger than 0.4 and the  $\alpha$  grain shape was equiaxed. The shape change and  $\alpha$  grain refinement by the deformation resulted from the wide distribution of crystallographic orientations of  $\alpha$  grains rather than from the increase in the nucleation rate. The wide distribution of crystallographic orientation of  $\alpha$  grains is closely associated with the serrated austenite grain boundaries induced by the deformation.

**Key words :** grain size; phase transformation; plastic deformation; crystallographic orientation; low carbon steel; grain boundary; ferrite; austenite; controlled rolling.

## 1. 緒言

微細なフェライト( $\alpha$ )粒組織を工業的に得る手段のひとつとして制御圧延<sup>1)</sup>, すなわち塑性変形を受けた未再結晶状態のオーステナイト( $\gamma$ )からの変態がある。従来, この微細化は(1) $\gamma$ 粒の伸長と変形帯の導入による単位体積あたりの「粒界」面積の増加および(2)単位「粒界」面積あたりの $\alpha$ 粒生成頻度の増加と関連づけられて説明されている<sup>2)</sup>。ここで, 「粒界」とは, 例えば $\gamma$ 粒界と同等の優先生成サイトとなる変形帯なども含んでいる。(1)は $\alpha$ 粒の優先生成サイトである「粒界」の存在密度を評価し, (2)では「粒界」における $\alpha$ 粒の生成頻度能力を評価している。なお, 以後本論文においては, 粒界は $\gamma$ 粒界に限定し, 変形帯および焼鈍双晶等は含めない。

ここで $\alpha$ 粒の生成頻度能力を具体的に定量化する場合, 変態後の組織観察からは $\alpha$ 粒生成能力を持つサイトすべてが働いたかどうかを検証するのは困難であるという問題がある。例えば先に生成した $\alpha$ 粒が速やかに成長して周囲のサイトを占有してしまえば, 生成頻度を定量的に評価するための情報を正確に得ることはできない。さらには,  $\gamma$ 粒界上に多くの $\alpha$ 粒が生成したとしても, それらが合体してしまうと生成頻度の定量的評価が不確かになる<sup>3)</sup>。すなわ

ち, 得られた組織から評価する限り, (2)における生成頻度は結果論的取り扱いとなり正確な評価ができない。

粒界 $\alpha$ 粒の合体については, 飴山ら<sup>4)</sup>が興味深い報告をしている。すなわち,  $\gamma$ 化温度を高温として十分粒成長させた場合の直線的 $\gamma$ 粒界から生成する $\alpha$ 粒は, 同一バリエーションを持つものが多く, 合体し $\gamma$ 粒界に沿ったフィルム状 $\alpha$ 粒となりやすい。一方,  $\gamma$ 粒界面が湾曲している場合は, 粒界 $\alpha$ 粒の結晶方位は分散し,  $\alpha$ 粒は合体せず塊状となる。

従来より, 制御圧延・制御冷却において塑性変形量を増加させると得られる変態 $\alpha$ 粒径がより微細になることが知られており, 上述のように粒界 $\alpha$ 粒の微細化が大きな役割を果たすと考えられている。ところで, 飴山らが示したような粒界 $\alpha$ 粒の方位分散が塑性変形量に左右され, 例えば塑性変形量の増加とともに方位分散が進み「合体」しにくくなることが起こるとすると, 生成頻度能力の増加を伴わずとも粒界 $\alpha$ 粒は微細化して, 結果として見かけ上(2)の生成頻度は増加することになる。しかし, 粒界 $\alpha$ 粒の形, 大きさ, 結晶方位に及ぼす塑性変形の影響について, 塑性変形量を大きく変化した系統的な検討は少なく, 特に微細化と結晶方位分散の関係については報告が見あたらない。

従来の塑性変形を受けた $\gamma$ からの粒界 $\alpha$ 生成に関する詳細な研究としてUmemotoら<sup>5)</sup>およびAmanoら<sup>6)</sup>の報告があげられる。Umemotoらは、0.12C–0.26Si–1.4Mn–0.04Nb–0.04V鋼を用い、 $\gamma$ の未再結晶温度域である1113Kで0%、30%、50%の圧延を行い、直ちに953Kのソルトバス中に投入し、塑性変形された $\gamma$ 粒の粒界から等温変態で生成する $\alpha$ 粒の生成数を変態初期の組織観察から調べた。その結果、圧下率0%、30%、50%に対し、 $\gamma$ 粒界から生成した $\alpha$ 粒の個数は、それぞれ、41/mm、214/mm、330/mmであり、 $\gamma$ 粒の変形量の増加にともなって粒界からの $\alpha$ 粒の生成数が増加することを報告している。一方、Amanoらは0.15C–0.3Si–1.3Mn鋼において1073Kで圧縮ひずみ0.6（圧下率45%）まで加工し、その後973–893Kで等温変態させ、 $\gamma$ 粒界から等温変態で生成する単位粒界長さあたりの $\alpha$ 粒生成数を調べ、ひずみが0.2（圧下率19%）程度で $\alpha$ 生成数は飽和することを報告している。いずれの場合も等温変態を扱ったものであり、連続冷却変態の場合は不明である。また、50%以上の強加工後の粒界 $\alpha$ 組織については検討されていない。さらに、 $\alpha$ 粒の結晶方位についても調べられていない。

一方、 $\alpha$ 粒の結晶方位に関しては、稲垣<sup>7)</sup>および柚島ら<sup>8)</sup>が、制御圧延鋼の $\alpha$ 組織の変態集合組織を報告しており、両者とも、主要方位を{113}<111>、{332}<113>と同定した。しかし、塑性変形を受けた $\gamma$ 粒界から生成した $\alpha$ 粒個々の結晶方位については報告されておらず、塑性変形を受けた一つの $\gamma$ 粒界から生成する $\alpha$ 粒が優先的な方位を持つかなどの詳細は不明である。

そこで本研究では、未再結晶 $\gamma$ 域にある変形温度での塑性変形量を変化させ、その後、連続冷却過程で変態生成した粒界 $\alpha$ 粒について、特に $\alpha$ の結晶方位に注目して詳細な検討を行った。実験に当たっては、粒界 $\alpha$ 粒のみの情報を得るために、十分大きな $\gamma$ 粒となるようにした。検討した塑性ひずみは0から1.1（圧下率67%に相当）の範囲であり、従来の制御圧延・制御冷却で検討されてきた範囲にほぼ相当する。

## 2. 実験方法

SM490相当組成(0.17C, 0.3Si, 1.5Mn, 0.02P, 0.005S, 0.001N; mass%)の低炭素鋼を真空溶解、熱間圧延により作製し、長さ20×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. 1中の模式図に示す圧縮変形を以下の条件で行った。試験片を1473Kに加熱後60s保持し $\gamma$ 粒径を300 $\mu$ mに調整した後、10K/sで1023Kまで冷却し5s保持した後、ひずみ速度10/sにて1パスで圧縮を行った。変形量は厚さ：12mm→9.6mm（圧下率20%）、12mm→8mm（圧下率33%）および12mm→6mm（圧下率50%）の3条件である。圧縮

後773Kまで10K/sで制御冷却し、その後は放冷した。なお、Fig. 1に示す粒径測定領域の冷却速度はいずれも $10\pm 0.5$ K/sであることを熱電対を用いて実験的に確認している。 $\gamma$ 粒径が300 $\mu$ mの試料において変形を施さずに10K/sで冷却したときの $A_{r3}$ 点は熱膨張測定より833Kであり、1023Kの圧縮開始前は $\gamma$ 単相状態であることを確認している。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。

本研究で行った圧縮変形では、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、一つの試験片で、様々なひずみの部位を観察できる利点がある。そこで、内部の塑性ひずみ分布を有限要素法による数値解析で求めた。なお、数値解析結果は実験で測定したひずみ分布と一致していた<sup>9)</sup>。 $\alpha$ 粒径の測定位置は、試験片のTD軸に垂直な断面の矢印(a), (b)で示す部分にある旧 $\gamma$ 粒界で、粒界3重点近傍を除いた直線的な旧 $\gamma$ 粒界に限った。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、塑性変形量を試料における観察位置での塑性ひずみ<sup>10)</sup>で表す。

粒界 $\alpha$ 粒の結晶方位解析には、SEM-EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) 法を用いた。各 $\alpha$ 粒の代表方位を決定し、集合組織および各 $\alpha$ 粒間の方位差角について解析を行った。方位差角の計算には、まず、各 $\alpha$ 粒の代表方位のオイラー角を方位マトリックスに変換し<sup>11)</sup>、2つの $\alpha$ 粒の方位マトリックスからその回転行列を求めた。この回転行列の固有ベクトルが2つの方位マトリックスの回転軸となる。次に、回転軸に直交するひとつの任意のベクトルを決め、回転行列によって変換する。このベクトルと元のベクトルのなす角が方位差角となる<sup>12)</sup>。結晶の対称性から24通りの回転関係が存在するため、計算では24通りすべてを計算し、その中で最も小さな回転角を方位差角とした。

## 3. 結果

### 3.1 粒界 $\alpha$ 粒の形と大きさ

#### 3.1.1 粒界 $\alpha$ 粒の形の変化

Fig. 1に試験片内部における塑性ひずみ分布のFEM計算結果を示す。試験片厚さを12mmから9.6mm（圧下率20%）、8mm（圧下率33%）および6mm（圧下率50%）まで圧縮したときの塑性ひずみは、試験片の端部から中心部にかけて増加し、中心部の塑性ひずみは、それぞれ、0.36（圧下率30%に相当）、0.83（圧下率56%に相当）、2.1（圧下率88%に相当）であった。

Fig. 2に $\gamma\rightarrow\alpha$ 変態後の試料の光学顕微鏡組織を示す。Fig. 2(a), (b)は塑性ひずみ0と0.05の部位のマクロな組織写真である。Fig. 2(a)の塑性ひずみ0の領域では、 $\alpha$ 粒が旧 $\gamma$

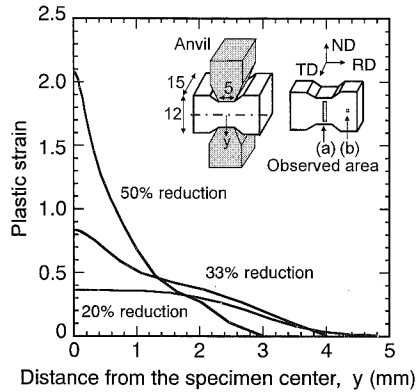


Fig. 1. Plastic strain obtained from FEM calculation at the distance from the specimen center for the specimens compressed by 20, 33 and 50% in reduction at 1023K.

粒をとりかこんでおらず、粒界 $\alpha$ が生成しなかった $\gamma$ 粒界も認められる。一方、塑性ひずみが0.05の領域では(Fig. 2(b)), 粒界 $\alpha$ 粒によって $\gamma$ 粒は囲まれており、ほぼすべての $\gamma$ 粒界において粒界 $\alpha$ が生成しているようである。このことは、わずかの塑性ひずみによって粒界 $\alpha$ の生成が促進されることを示している。

塑性ひずみが0.05の領域で $\gamma$ 粒界に生成する $\alpha$ 粒の形に注目すると、アスペクト比が2以上の板状が支配的である(Fig. 2(c))。このような板状をした粒界 $\alpha$ は塑性ひずみが0.2まで数多く観察される(Fig. 2(d))。しかし、塑性ひずみが0.4以上に大きくなると $\alpha$ 粒の形は等軸状が大半となっている(Fig. 2(e)~(g))。このように塑性ひずみの増加によって板状の粒界 $\alpha$ 粒の生成頻度が減少し、粒界 $\alpha$ 粒の形状は等軸状に変化する。

一方、 $\gamma$ 粒内に生成する $\alpha$ に注目すると、塑性ひずみ0.95 (Fig. 2(g))までは、針状のウイドマンステッテン $\alpha$ が支配的である。しかし、塑性ひずみが1.1になると、 $\gamma$ 粒内においても等軸 $\alpha$ 粒が支配的になっている $\gamma$ 粒が認められる(Fig. 2(h))。これら等軸 $\alpha$ は、変形帯と総称される $\gamma$ 粒内に導入された核生成サイトより生成したものである。さらに、Fig. 2には示していないが、塑性ひずみ2では、いずれの $\gamma$ 粒内からも等軸 $\alpha$ 粒が列状に生成するようになり、旧 $\gamma$ 粒界が識別できなくなった。このため以下では、ほとんどの $\gamma$ 粒界に $\alpha$ 粒が生成し、かつ、旧 $\gamma$ 粒界が識別できる塑性ひずみ0.05以上1.1以下の範囲を取り扱うことにした。

### 3.1.2 粒界 $\alpha$ 粒の大きさの変化

塑性ひずみと粒界 $\alpha$ 粒の大きさの関係をFig. 3に示す。Fig. 3(a)は粒界に垂直な方向の $\alpha$ 粒切片 ( $\alpha$ 粒の厚さと呼ぶ)を示し、Fig. 3(b)は粒界に平行な方向の $\alpha$ 粒切片 ( $\alpha$ 粒の長さと呼ぶ)を示す。黒丸の列は1-5本の $\gamma$ 粒界から生成した $\alpha$ 粒の厚さまたは長さを表し、黒丸一つ一つが1個の $\alpha$ 粒の値を表す。白丸は一つの $\gamma$ 粒界における平均値

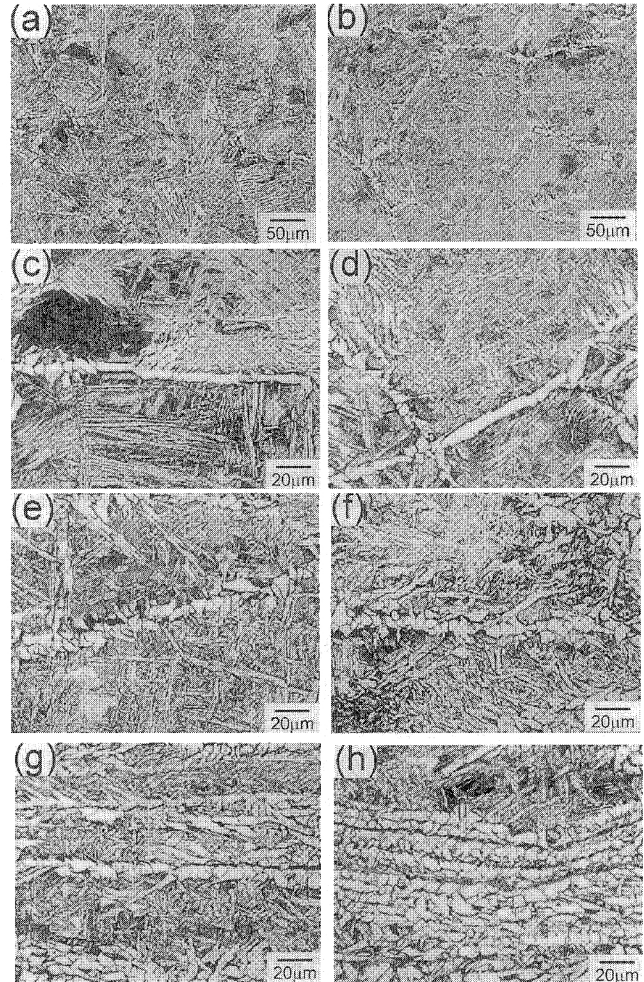


Fig. 2. Light micrographs of ferrite grains formed at austenite grain boundaries in the TD cross-section of the specimens which were compressed by 20, 33 and 50% in reduction at 1023K and then cooled at 10K/s. Plastic strain was (a) 0, (b) 0.05, (c) 0.05, (d) 0.2, (e) 0.4, (f) 0.78, (g) 0.95 and (h) 1.1.

である。Fig. 3(a)から、 $\alpha$ 粒の平均厚さは塑性ひずみ0.05-1.0の範囲では6-7 $\mu\text{m}$ とひずみによらず変化はなく、最小値と最大値にも大きな変化はなかった。しかし、塑性ひずみ1.1では $\alpha$ 粒の厚さは若干減少した。これは、Fig. 2(h)で観察されたように、 $\gamma$ 粒内からも等軸 $\alpha$ 粒が生成するようになったことと関係があるものと思われる。このように塑性ひずみ1.0までの範囲では、粒界 $\alpha$ 粒の形状は板状から等軸状に変化した。粒界に垂直な方向の $\alpha$ 粒の平均厚さはほぼ一定である。

一方、Fig. 3(b)に示すように、 $\alpha$ 粒の長さは、塑性ひずみが0.05-0.3の場合、30 $\mu\text{m}$ を越えるものも多く、平均でも10 $\mu\text{m}$ を越える。このような粗大粒は塑性ひずみの増加にしたがって減少し、塑性ひずみ0.4以上では長さ30 $\mu\text{m}$ を越える粗大 $\alpha$ 粒は存在しない。一方、平均 $\alpha$ 粒長さに注目すると、12 $\mu\text{m}$ から塑性ひずみの増加とともに減少し、塑性ひずみ0.4で6 $\mu\text{m}$ 程度となっている。しかし、塑性ひずみ0.5以上では平均長さは変化せず一定となっている。

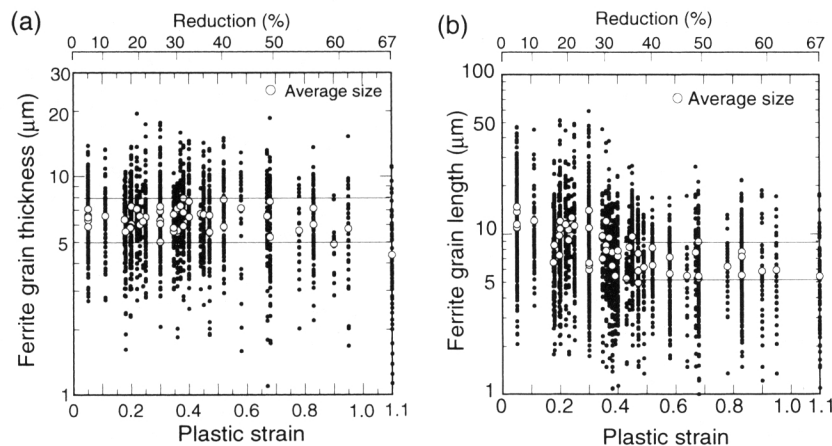


Fig. 3. Relationship between the plastic strain and (a) the thickness and (b) the length of ferrite grains formed at grain boundaries of austenite deformed at 1023 K and then cooled at 10 K/s. The thickness and length represent the grain size perpendicular and parallel to the austenite grain boundary, respectively. Solid circles and open circles represent the thickness or length of ferrite grains and their average, respectively.

このことは、本実験条件の場合、塑性ひずみ0.4（圧下率33%に相当）以上の大きな塑性変形を施しても粒界 $\alpha$ は微細化されないことを示すものである。このように塑性ひずみの増加とともに粒界 $\alpha$ の大きさが飽和する現象は、Amanoらが等温変態実験においてすでに報告している<sup>6)</sup>。本研究の結果は、連続冷却変態および等温変態に関わらず、塑性ひずみが一定以上になると粒界 $\alpha$ の大きさが飽和することを示している。しかし、Amanoらの報告では、飽和の起こる塑性ひずみは約0.2であり、本研究の0.4と比べて小さい。この飽和塑性ひずみの違いについては4・1節で検討する。

### 3・2 粒界 $\alpha$ 粒の結晶方位

#### 3・2・1 塑性ひずみ0.05の場合

Fig. 4は観察した旧 $\gamma$ 粒界が十分な平坦さを保っている場合（塑性ひずみ0.05）の旧 $\gamma$ 粒界近傍組織のSEM像の一例である。ここでは7個の粒界 $\alpha$ 粒が観察される。ほとんどが板状であり、7個の $\alpha$ 粒の長さの平均値は13 $\mu\text{m}$ である。ここで、 $\alpha$ 粒3は母相B側へ成長しており、他の6つの $\alpha$ 粒は母相A側に成長している。粒界上析出物は粒界を構成する2つの母相の少なくとも片方の母相と結晶方位関係を有し、結晶方位関係を持たない側の母相へ優先的に成長すると報告されている<sup>13)</sup>。従って、 $\alpha$ 粒3以外は母相Bと結晶方位関係をもって生成した可能性が高い。これら7つの粒界 $\alpha$ 粒の方位解析結果を、Fig. 5の逆極点図上に示す。図中のND, RD, TDはFig. 1に示す試料方位である。 $\alpha$ 粒(1, 2, 4, 6, 7)はそれぞれ非常に近い結晶方位を持つことがわかる。

Table 1に各 $\alpha$ 粒間の方位差角を示す。Table 1において、まず母相Aと結晶方位関係をもって生成したと考えられる $\alpha$ 粒3と他の $\alpha$ 粒の方位差角に注目する。 $\alpha$ 粒3は、 $\alpha$ 粒(1, 2, 4, 6, 7)に対して21.8–29.3°、 $\alpha$ 粒5に対しては37.1°の大きな方位差角を有している。次に、母相Bと結晶方位関係を

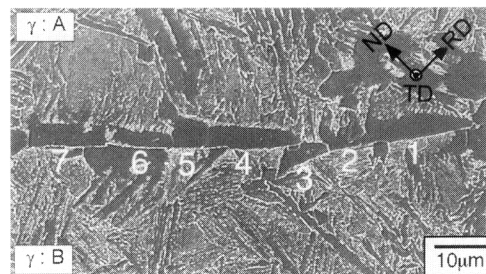


Fig. 4. SEM photograph of ferrite grains formed at an austenite grain boundary. The austenite was deformed by 0.05 in plastic strain at 1023K and then cooled at 10K/s.

をもって生成したと考えられる6つの $\alpha$ 粒における互いの方位差角について見てみる。 $\alpha$ 粒(1, 2, 4, 6, 7)の互いの方位差角は最大でも4.9°と小さく、同一バリエーションの $\alpha$ と見なすことができる。一方、 $\alpha$ 粒5は他の5つの $\alpha$ 粒(1, 2, 4, 6, 7)と8.8–11.3°の方位差角を持っている。ところで、K-Sの関係が満足される24通りのバリエーション間における最小方位差角は10.5°であり、最密面 $\{110\}_\alpha$ または最密方向 $\langle 111 \rangle_\alpha$ を共有する2種類のバリエーションが存在する<sup>14)</sup>。方位解析の結果、 $\alpha$ 粒5と他の $\alpha$ 粒(1, 2, 4, 6, 7)は最密面をほぼ共有することがわかった。すなわち、 $\alpha$ 粒5と他の $\alpha$ 粒は、晶癖面を共有するわけであるが、Fig. 4からわかるように、 $\alpha$ 粒5と他の $\alpha$ 粒(1, 2, 4, 6, 7)の $\alpha/\gamma$ 界面の向きはほぼ等しく妥当である。

#### 3・2・2 塑性ひずみ0.78の場合

Fig. 6は塑性ひずみ0.78の場合の $\gamma$ 粒界近傍のSEM像の1例である。ここでは旧 $\gamma$ 粒界はND方向に垂直となっている。図中には、 $\alpha$ 粒の粒界をトレースした模式図を挿入している。粒界 $\alpha$ 粒の多くは等軸状である。Fig. 6に示す旧 $\gamma$ 粒界に沿った1から27番までの粒界 $\alpha$ 粒の方位を解析した結果を、Fig. 7(a)の逆極点図に示す。 $\alpha$ 粒の方位は様々に分散しているが、ND方向では $\langle 101 \rangle$ 、RD方向では

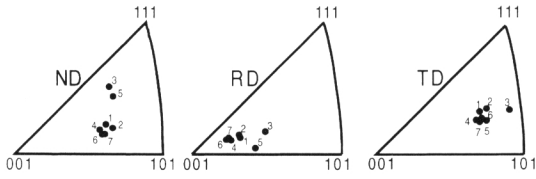


Fig. 5. Inverse pole figures of the crystallographic orientations of the ferrite grains formed at the austenite grain boundary shown in Fig. 4. The plastic strain was 0.05.

Table 1. Misorientation angles (°) between the ferrite grains formed at an austenite grain boundary shown in Fig. 4. The plastic strain was 0.05.

No.	1	2	3	4	5	6	7
1		2.3	29.3	3.2	8.8	4.2	3.5
2			28.0	4.7	9.6	4.9	3.9
3				28.2	37.1	26.8	26.7
4					10.3	1.7	2.0
5						11.3	11.1
6							1.1
7							

<111>, TD方向については<101>に近い方位のα粒は存在しないことがわかる。特に強い方位の集積は認められないが、{113}<110>付近の方位の密度が若干高い。稲垣<sup>7)</sup>, 柚島ら<sup>8)</sup>は、制御圧延鋼のα組織の主要方位を{113}<110>, {332}<113>と同定したが、本結果はこれと矛盾しない。

Fig. 7(b)の逆極点図は、粒界α粒の方位分散を示すもう一つの例で、Fig. 6と同様にND方向と垂直になった旧γ粒界において観察解析したものである。Fig. 7(a)と(b)を比較すると、NDおよびTD方向に関し、<101>近傍の方位のα粒はなく、RD方向については<111>近傍の方位のα粒が存在しないことが共通している。

Fig. 6に示した27個のα粒間の方位差角を測定した結果、すべての組み合わせ351通りの平均方位差角は33.9°であった。これら27個のα粒のバリエーションについて検討する。Fig. 4に示した塑性ひずみ0.05の場合、同一バリエーションと判断したα粒(1, 2, 4, 6, 7)の互いの方位差角は最大でも4.9°であった。そこで方位差角5°以内を同一バリエーションと仮定すると、27個のα粒のうち、粒2-15(4.2°)のみであった。この仮定にしたがうと、26個のバリエーションが生成していることになる。さらに、同一バリエーションとして8°まで許しても、その組み合わせは次の9つであり、組み合わせに含まれるα粒の数は7つであった；粒2-8(5.6°), 粒2-15(4.2°), 粒3-27(7.0°), 粒4-16(7.1°), 粒4-25(6.0°), 粒8-15(7.6°), 粒11-17(7.7°), 粒20-22(7.7°), 粒23-25(8.0°)。一方、これらの組み合わせに含まれないα粒20個の互いの方位差角はすべて9.0°以上と大きく、それぞれバリエーションが異なると判断すべきである。したがって、27個のα粒において、少なくとも20個以上のバリエーションが生成していると判断できる。すなわち、塑性ひずみ0.78の場合、生成する粒界α粒のバリエーションに優先性はなく、これはFig. 7の

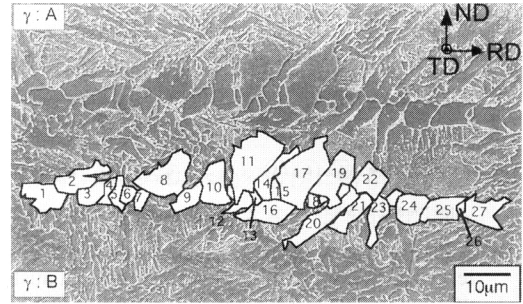


Fig. 6. SEM photograph of ferrite grains formed at an austenite grain boundary. The austenite was deformed by 0.78 in plastic strain at 1023K and then cooled at 10K/s.

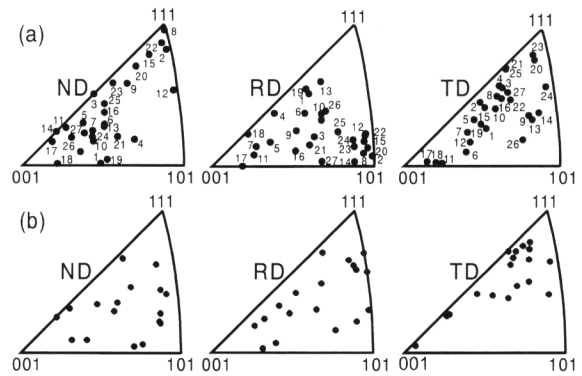


Fig. 7. Inverse pole figures of the crystallographic orientations of the ferrite grains formed at the austenite grain boundary. The plastic strain was 0.78. (a) The orientations of the ferrite grains shown in Fig. 6 and (b) the orientations of the ferrite grains formed at another grain boundary.

逆極点図にも示したとおりである。また、27個のα粒間には32の粒界が存在するが、そのうち隣接α粒の方位差角15°未満の小角粒界は、α粒界3-4(13.7°), α粒界17-18(11.1°)およびα粒界20-22(7.7°)の3つのみであり、すべての粒界の平均方位差角は35.9°であった。

## 4. 考察

### 4.1 粒界α粒の等軸・微細化

Fig. 3(a)に示したように、塑性ひずみが1までの範囲では、塑性ひずみが増加しても粒界α粒の厚さは変化しなかった。この結果は、粒界α粒の成長速度に及ぼすγの塑性変形の影響が非常に小さいことを示しており、すでにUmemotoら<sup>15)</sup>によって指摘されている。α粒の成長速度式におけるparabolic rate constant Aは式(1)で表される。

$$A = \sqrt{\frac{D(C_\gamma - C_0)^2}{(C_0 - C_\alpha)(C_\gamma - C_\alpha)}} \dots\dots\dots(1)$$

ここで、Dはγ中の炭素の拡散係数、C<sub>γ</sub>, C<sub>α</sub>は、それぞれ、γ/α界面のγ側およびα側の平衡炭素濃度、C<sub>0</sub>は変態前のγ中の平均炭素濃度である。式(1)から、γの塑性変形に

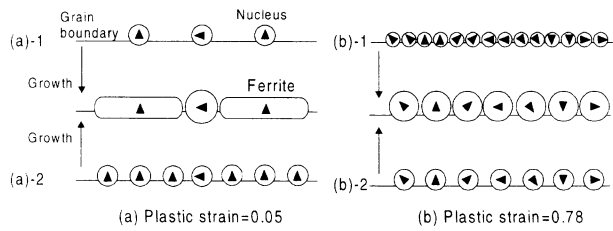


Fig. 8. Schematic drawing of nucleation, growth and coalescence of the ferrite grains formed at an austenite grain boundary. The triangle in the circle represents the crystallographic orientation of the ferrite grains.

よって $D$ ,  $C_\gamma$ ,  $C_\alpha$ が変化すれば、 $\alpha$ 粒の成長速度が影響を受けることがわかる。Umamotoらは<sup>15)</sup>、塑性変形を受けた $\gamma$ はひずみエネルギーの増加によって $C_\gamma$ が大きくなる可能性を述べているが、冷間強加工で得られるような転位密度 $2.5 \times 10^{11}/\text{cm}^2$ に相当する $50 \text{ J/mol}$ という大きなひずみエネルギーを与えても $\alpha$ の成長速度の増加はせいぜい10%以下と見積もっている。彼らの検討結果に従えば、本実験で用いた加工温度 $1023 \text{ K}$ では冷間加工と比べて $\gamma$ 中に導入される転位密度は低く、ひずみエネルギーによる成長速度の増加は無視できることになり、Fig. 3(a)の結果は妥当と考える。

$\alpha$ 粒の長さについては、Fig. 3(b)に示したように、塑性ひずみ0.4まではひずみの増加とともに平均長さが減少し、塑性ひずみ0.4以上では平均長さはほぼ一定となった。Fig. 4に示した塑性ひずみ0.05の場合、アスペクト比が2以上の板状の $\alpha$ 粒が主であったが、その生成の推定図をFig. 8(a)に示す。飴山らは<sup>4)</sup>、 $\gamma$ 化温度を高温として十分粒成長させた場合の直線的 $\gamma$ 粒界に生成する板状の $\alpha$ 粒内部には亜粒界が存在することを明らかにし、同一バリエントの $\alpha$ 粒が合体した結果であると報告している。したがって、Fig. 4の板状 $\alpha$ 粒(1, 2, 4, 6, 7)も、単独の粒がそれぞれ成長した(Fig. 8(a)-1)というよりも、Fig. 8(a)-2に示すようにそれぞれ複数の同一バリエントの $\alpha$ 粒が成長して合体したと考える方が妥当であろう。Fig. 4の $\alpha$ 粒5は等軸粒であるが、Table 1で述べたように他の $\alpha$ 粒と異なるバリエントであった。このため隣接 $\alpha$ 粒との合体がおこらず等軸微細に保持されたと考えることができる。

塑性ひずみ0.4までは、ひずみの増加とともに粗大な板状 $\alpha$ の生成が抑制され、粒界 $\alpha$ の平均長さが減少した(Fig. 3(b))。すなわち、種々のバリエントの粒界 $\alpha$ が生成することによって隣接 $\alpha$ 粒の合体が抑制され、平均 $\alpha$ 粒長さが減少したわけである。この場合、Fig. 8(b)-2に示すように、単位粒界面積あたりの核生成頻度が塑性ひずみ0.05の場合(Fig. 8(a)-2)と同程度であったとしても、 $\alpha$ 粒の結晶方位が様々に分散することによって $\alpha$ 粒の合体が抑制され、結果として微細な $\alpha$ 粒組織が形成されるという機構を考えることができる。もちろん、Fig. 8(b)-1に示すように、核生成

頻度の増加と結晶方位の分散が同時に生じたことも考えられる。しかし、隣接 $\alpha$ 粒のバリエントが同じであれば合体が生じ、核生成頻度の増加が微細化に有効に作用しないこともありえる。本研究の結果は、粒界 $\alpha$ 粒の微細化のためには、単なる核生成頻度の増加は意味が無く、異なるバリエントの $\alpha$ 粒を数多く生成させることが重要であることを再認識させるものである。

本研究における重要な知見として、Fig. 3(b)に示したように塑性ひずみ0.4以上では $\alpha$ 粒の長さが変化しないことがあげられる。近年、強加工を利用した $\alpha$ 粒の微細化が検討されているが、本研究の結果は、単なる強加工の付与では粒界 $\alpha$ 粒を微細化できないことを示すもので重要である。 $\gamma$ 粒界からの $\alpha$ 粒の生成は、 $\gamma$ 粒および近傍の変形組織と密接に関係するはずである。したがって、塑性ひずみ0.4以上において変形組織が一定であれば、粒界 $\alpha$ の生成にも変化がないことになる。高温変形においては最初ひずみとともに変形応力が増加した後に変形応力が一定となる、いわゆる動的回復型の応力-ひずみ曲線を描くことが良く知られている。さらに、定常応力状態ではセルサイズなどの変形微視組織も変化しないことが知られている。そこで、本研究で用いた試料の高温での応力-ひずみ曲線を検討するために、直径8mm高さ12mmの円柱試験片を用いて圧縮試験機による実験を行った。結果をFig. 9に示す。ひずみ速度10/sの場合、定常応力状態となるひずみは変形温度の低下とともに若干増加しているが、いずれの場合も圧下率30% (ひずみ0.36) 以上でほぼ定常応力状態となっていることがわかる。この結果は、動的回復のために $\gamma$ の変形微視組織が高ひずみでは変化しないことを示すもので、このために粒界 $\alpha$ 粒の大きさが高ひずみ域では一定であったことが示唆される。

緒言および3・1・2節でも述べたように、塑性ひずみが一定量以上になると粒界 $\alpha$ の大きさが飽和する現象はすでにAmanoらが等温変態実験において報告しているが、飽和の起こる塑性ひずみは0.2であり、本研究の0.4と比べ小さい。Amanoらは、本研究とほぼ同じ組成の0.15C-0.3Si-1.3Mn鋼を試料として用いている。また、973-893Kと等温変態温度を変化させても飽和ひずみは約0.2と変わらないと報告している。したがって、飽和ひずみの違いの原因を試料化学組成のわずかな差や変態温度域の違いに求めることは難しい。前述の考え方にしたがうならば、両研究において加工条件が違い、定常応力状態となるひずみが異なると考えるべきである。加工温度は本研究では1023Kであり、Amanoらは1073Kである。ひずみ速度は本研究では10/sであり、Amanoらの報告では記述されていない。Fig. 9に示すように、本試料の場合、加工温度1073Kでひずみ速度を低下させると定常応力状態となるひずみが減少する傾向にある。したがって、Amanoらの用いたひずみ速度が本研究と比べて小さければ、応力-ひずみ曲線の形

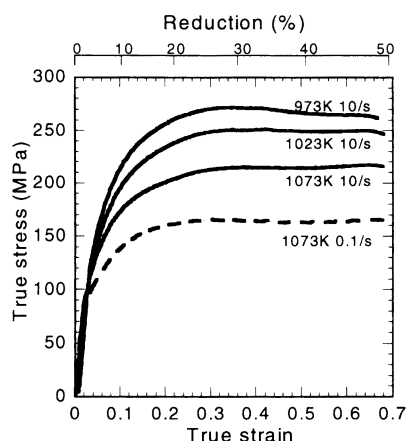


Fig. 9. Stress-strain curves of the steel used. Cylindrical specimens were compressed at 973, 1023 and 1073K at a strain rate of 10/s for solid curves and at 1073K at a strain rate of 0.1/s for a broken curve.

から、粒界 $\alpha$ の微細化が飽和する塑性ひずみの違いを説明することが可能である。しかし、詳細は今後の実験が必要である。

#### 4.2 粒界 $\alpha$ 粒の結晶方位の分散化

$\gamma$ 粒界からの $\alpha$ 変態では、 $\gamma$ 粒界を構成する2つの $\gamma$ 粒のいずれかとK-S関係を満足する合計48通りのバリエーションが選択可能である。48通りのバリエーションの存在にもかかわらず特定のバリエーションの粒界 $\alpha$ が優先的に選択される原因については、LeeとAaronson<sup>16,17)</sup>によって理論的に検討され、飴山ら<sup>18)</sup>によって系統的实验が行われた。飴山らによれば、粒界 $\alpha$ は $\gamma$ 粒界を構成する2つの $\gamma$ 粒のいずれか一方とK-Sの関係を満たして生成する。このとき、まず、その $\gamma$ 母相の4つの最密面 $\{111\}$ のうち $\gamma$ 粒界面に対して、なす角の最も小さな面をK-Sの面平行関係にもつバリエーションが選択される。これは $\alpha$ の晶癖面が $\{111\}_\gamma$ で、晶癖面と粒界面のなす角が小さい方が $\alpha$ 核生成による $\gamma$ 粒界の消滅面積が大きく、核生成の活性化エネルギーが減少するためである。このような晶癖面 $\{111\}_\gamma$ と粒界面の関係からバリエーションは6通りに制限される。この中から、K-S関係を有さない側の $\gamma$ に対して最も整合性がよいバリエーションが存在するときに、単一のバリエーションが選択されることになる。

本研究では、塑性ひずみ0.05の場合(Fig. 4, 5)、 $\alpha$ 粒は板状が支配的で優先的なバリエーションが観察された。また、Fig. 2(d)に示したように塑性ひずみ0.2までは、板状の $\alpha$ 粒が生成する $\gamma$ 粒界が認められた。この結果は、飴山らの指摘にしたがえば、塑性ひずみ0.2までは、平坦な $\gamma$ 粒界が存在することを意味する。そして、隣接 $\alpha$ 粒の合体による粗大板状 $\alpha$ 粒の形成を抑制するためには、本実験条件では塑性ひずみ0.4(圧下率33%に相当)以上の塑性変形を与える必要があることがわかった(Fig. 2, 3)。

塑性ひずみ0.78の場合、Fig. 6とFig. 7に示したように、粒界 $\alpha$ 粒のバリエーションの選択に優先性は認められず種々の

バリエーションが生成していた。このようなバリエーションの分散化の要因として次の3つをあげることができる。第1は、塑性変形によって局所的な結晶方位回転が起こり粒界近傍の $\gamma$ の結晶方位が変化することである。第2に、Furuahara<sup>19)</sup>が指摘したように、粒界近傍に蓄積した転位の応力場の影響が考えられる。転位蓄積による応力状態が一つの粒界の場所場所で異なれば、生成する $\alpha$ 粒のバリエーションが変化する可能性がある。第3に、塑性変形によって $\gamma$ 粒界面が局所的に変化することがあげられる。粒界面方位が変化すれば粒界 $\alpha$ 粒のバリエーションが変化することは飴山ら<sup>18)</sup>が指摘したとおりである。

第1の要因である塑性変形による粒界近傍の局所的な結晶回転については、最近著者らの一部が、室温でもfcc相が安定なFe-36Niインバー合金を用いて検討を行っている<sup>20)</sup>。本研究と同じ加工温度1023Kとひずみ速度10/sで、本研究よりも大きな圧下率75%を与え、変形後に水冷して粒界近傍の組織をTEM観察した。その結果、粒界近傍の結晶方位変化は数度以下と小さいことを明らかにした。したがって、粒界 $\alpha$ のバリエーションの分散化は、粒界近傍の母相 $\gamma$ の結晶方位変化では説明できないと考える。

第2の要因である転位蓄積による応力状態については明確なことは言いえないが、上述したインバー合金を用いたTEM観察によると粒界近傍の変形組織はセル組織で、粒界に沿ってセル組織や結晶方位に大きな変化が認められなかったことから、その影響は小さいと考える。

第3の要因である粒界面の局所的な変化を検討するために、高温変形したインバー合金の粒界組織を観察した。一例をFig.10に示す。加工温度1023K、ひずみ速度10/s、圧下率75%で圧縮した試料の塑性ひずみ0.8の領域の光学顕微鏡組織である。粒界は4 $\mu$ m程度の周期で凸凹している。このような高温変形による粒界の凸凹化は、1023Kで変形して焼入れたFe-2Mn-0.36C合金マルテンサイト組織の旧 $\gamma$ 粒界でも観察されている<sup>21,22)</sup>。したがって、本研究の試料の場合、変形後に水焼入れを行っても $\gamma$ 粒界からの $\alpha$ 粒の生成を抑制することができず $\gamma$ 粒界の形状を観察することはできなかったが、 $\gamma$ 粒界にはFig.10に示したような凸凹が導入されていたと推察できる。このように粒界面が局所的に様々に変化するために、粒界 $\alpha$ 粒の優先生成バリエーションが局所的に変化して、結果的に様々なバリエーションの $\alpha$ 粒がひとつの $\gamma$ 粒界から生成したと考える。つまり、粒界 $\alpha$ 粒の微細化のためには、単なる核生成頻度の増加は意味が無く、異なるバリエーションの $\alpha$ 粒を数多く生成させることが必要であるが、バリエーションの分散化のためには $\gamma$ 粒界面の凸凹化すなわち粒界面方位の局所的な変化が重要であると考えられる。

ところで、柚島ら<sup>8)</sup>は制御圧延鋼の変態集合組織に関して、集合組織の集積度が圧延後(50~80%圧延)の冷却速度によって変化することを報告している。すなわち、 $\alpha$ +

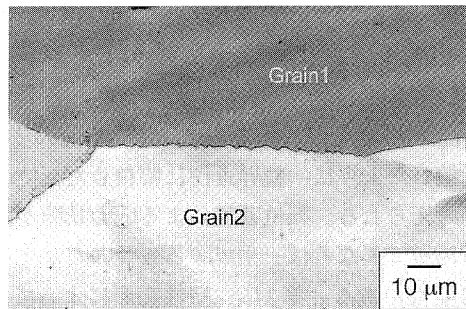


Fig. 10. Light micrograph of a serrated austenite grain boundary of Fe-36Ni. The austenite was deformed by 0.8 in plastic strain at 1023K and then water-quenched.

パーライト(P), アシキュラー $\alpha$ , マルテンサイトのいずれにおいても変態集合組織の主方位は $\{113\}\langle 110\rangle$ ,  $\{332\}\langle 113\rangle$ であるが,  $\alpha$ +Pにおける主方位の集積度はアシキュラー $\alpha$ とマルテンサイトに比べ弱いと報告している。このことは, 加工硬化 $\gamma$ からの相変態の場合, 粒界上変態生成物は本研究で明らかになったように特定バリエーションの優先性がないのに対して, 必ずしも $\gamma$ 粒界上から生成しないマルテンサイトやアシキュラー $\alpha$ では, バリエーションの優先性が強いとすれば, うまく説明ができる。実際に, 古原らは $\beta$ 型チタン合金の加工された母相 $\beta$ 粒内から $\alpha$ 粒が生成する場合,  $\alpha$ 粒のバリエーションは著しく制限されることを示している<sup>23)</sup>。柚鳥らが用いた試料の $\gamma$ 粒径は $30\mu\text{m}$ と小さく,  $\alpha$ +P組織を形成する $\alpha$ 粒の大半は $\gamma$ 粒界から生成したと考えてよく, 粒界 $\alpha$ 粒には特定バリエーションの優先性がないために主方位の集積度が弱くなったと解釈できる。すなわち, 変形 $\gamma$ 粒界を主たる $\alpha$ 生成サイトとすれば, 弱い変態集合組織の鋼が得られ,  $\gamma$ 粒内を主たる $\alpha$ 生成サイトとすれば強い変態集合組織の鋼が得られることになり, 今後の材料設計の一つの指針としたい。

## 5. 結言

SM490相当の低合金鋼(0.17C-0.3Si-1.5Mn,  $\gamma$ 粒径 $300\mu\text{m}$ )において, 塑性変形を受けた $\gamma$ の粒界から生成する $\alpha$ 粒の形, 大きさ, 結晶方位に及ぼす塑性ひずみの影響について検討を行い, 以下の結論を得た。

(1) 塑性変形を受けた $\gamma$ 粒界に生成する $\alpha$ 粒の形は, 塑性ひずみ0.2以下ではアスペクト比2以上の板状であるが, 塑性ひずみ0.4以上では等軸状となる。

(2) 塑性変形を受けた $\gamma$ 粒界に生成する $\alpha$ 粒において,  $\gamma$ 粒界に垂直方向の粒切片(厚さ)は塑性ひずみ0.05-1.0の範囲で変化せず $6-7\mu\text{m}$ 程度である。一方, 粒界に平行な方向の $\alpha$ 粒切片(長さ)は,  $12\mu\text{m}$ から塑性ひずみの増加とともに減少し, ひずみ0.4で $6\mu\text{m}$ 程度となる。この微細化は, 板状 $\alpha$ の生成頻度の低下に起因する。しかし, 生成する $\alpha$ 粒が等軸状となる塑性ひずみが0.4から1.0の範囲

では $\alpha$ 粒長さは変化しない。

(3) 塑性ひずみ0.05の領域の $\gamma$ 粒界から生成する $\alpha$ 粒のバリエーションには優先性があり, 互いに近い結晶方位の $\alpha$ 粒が多く生成する。このため,  $\alpha$ 粒界の大半は小角粒界となる。一方, 塑性ひずみ0.78の領域の $\gamma$ 粒界から生成した $\alpha$ 粒のバリエーションには優先性がなく, さまざまな結晶方位の $\alpha$ 粒が生成する。このため $\alpha$ 粒界の大半は方位差角 $15^\circ$ 以上の大角粒界となる。

(4)  $\alpha$ 粒の等軸化および微細化には, 塑性ひずみによる単位粒界面積あたりの核生成頻度の増加以前に,  $\gamma$ 粒界から変態生成する $\alpha$ 粒の結晶方位が様々に分散することが重要である。この結晶方位の分散化は, 塑性変形によって $\gamma$ 粒界に凸凹が生じ粒界面方位が局所的に変化することに起因する。

本研究の遂行にあたり, ひずみ分布解析に関して金属材料技術研究所井上忠信工学博士に多大なご協力をいただいた。

## 文 献

- 1) 小指軍夫著: 制御圧延・制御冷却, 日本鉄鋼協会監修, 地人書館, 東京, (1997), 35.
- 2) M.Umemoto, H.Otsuka and I.Tamura: *Tetsu-to-Hagané*, **70** (1984), 557.
- 3) K.Tsuzaki: *J. Jpn. Soc. Heat Treat.*, **38** (1998), 146.
- 4) K.Ameyama, M.Minagawa, T.Maki and I.Tamura: *Tetsu-to-Hagané*, **74** (1988), 1839.
- 5) M.Umemoto, H.Otsuka, H.Kato and I.Tamura: Proc. Int. Conf. on High Strength Low Alloy Steels, ed. by D.P.Dunne *et al.*, South Coast Printers, Port Kembla, (1984), 107.
- 6) K.Amano, T.Hatomura, M.Koda, C.Shiga and T.Tanaka: Proc. Int. Symp. on Accelerated Cooling of Steels, ed. by P.D.Southwick, AIME, Pittsburgh, (1986), 349.
- 7) H.Inagaki: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, **17** (1977), 166.
- 8) T.Yutori and R.Ogawa: *Tetsu-to-Hagané*, **65** (1979), 1747.
- 9) T.Ohashi, S.Torizuka, T.Inoue, K.Tsuzaki and K.Nagai: *CAMP-ISIJ*, **11** (1998), 1190.
- 10) 国尾 武著: 固体力学の基礎, 培風館, 東京, (1977), 219.
- 11) V.Randale: Microtexture Determination and its Application, The Institute of Materials, London, (1992), 82.
- 12) 飴山 恵: 立命館大学工学研究所紀要, **51** (1992), 1.
- 13) M.Hillert: The Decomposition of Austenite by Diffusional Processes, ed. by V.F.Zakay *et al.*, Interscience, New York, (1962), 197.
- 14) S.Morito, H.Tanaka, T.Furuhara and T.Maki: Proc. 4th Int. Conf. on Recrystallization and Related Phenomena, ed. by T.Sakai *et al.*, JIM, Sendai, (1999), 300.
- 15) M.Umemoto, H.Otsuka 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.
- 16) J.K.Lee and H.I.Aaronson: *Acta Metall.*, **23** (1975), 799.
- 17) J.K.Lee and H.I.Aaronson: *Acta Metall.*, **23** (1975), 809.
- 18) K.Ameyama, T.Maki and I.Tamura: *J. Jpn. Inst. Met.*, **50** (1986), 602.
- 19) T.Furuhara, S. Takagi, H.Watanabe and T.Maki: *Metall. Mater. Trans. A*, **27A** (1996), 1635.
- 20) O.Umezawa, S.Torizuka and K.Nagai: *CAMP-ISIJ*, **13** (2000), 489.
- 21) S.Yusa, T.Hara, K.Tsuzaki and T.Takahashi: *Mater. Sci. Eng.*, **A273-275** (1999), 462.
- 22) T.Hara, S.Yusa and K.Tsuzaki: Proc. Int. Conf. on Solid-Solid Phase Transformation'99(JIMIC-3), ed. by M.Koiwa *et al.*, JIM, Sendai, (1999), 1549.
- 23) T.Furuhara, H.Nakamori and T.Maki: *J. Jpn. Inst. Met.*, **56** (1992), 1020.