

分散相を含む中炭素鋼の機械的特性に及ぼす組織の
影響に関する研究

小此木 真

電気通信大学大学院 情報理工学研究科

博士（工学）の学位申請論文

2016年3月

分散相を含む中炭素鋼の機械的特性に及ぼす組織の
影響に関する研究

博士論文審査委員会

主査	准教授	松村	隆	
委員	教授	久保木	孝	
委員	教授	小池	卓二	
委員	教授	三浦	博己	(豊橋技術科学大学)
委員	准教授	小林	正和	(豊橋技術科学大学)

著作権所有者

小此木 真

2016年3月

Researches on Effects of Microstructures on Mechanical Properties for Medium Carbon Steels with Dispersed Phases

Makoto Okonogi

Abstract

Medium carbon steels with 0.2 to 0.6 mass% carbon are used for machinery parts. Recently, high strength and low manufacturing costs are required for these parts. Therefore, it is necessary for medium carbon steels to have good workability such as forgeability as well as high strength when being used as machinery parts. Spheroidizing annealing was carried out in order to obtain good forgeability before machinery parts obtain the required strength by heat treatment.

In this study, effects of dispersed phase such as cementite, alloy carbides and voids on mechanical properties were systematically investigated in order to obtain both excellent workability and high strength. Moreover, control methods of shape and distribution of dispersed phase were investigated.

It was found that metallurgical factors such as ferrite grain size, cementite particle size and cementite particle spacing, dominate yield strength and ductility for medium carbon steel with dispersed cementite. It was also found that these factors depend on microstructure and cold drawing ratio before spheroidizing annealing and annealing temperature in spheroidizing annealing. Thus, the guideline of microstructure control for achieving both good workability and high strength was proposed.

Precipitation hardening of medium carbon steel with fine carbides was also investigated. The composition of complex carbides to obtain high precipitation hardening was clarified. Moreover, the deformation behavior and shape change of dispersed fine voids during hot forging in medium carbon steels with fine voids was investigated. Flow stress of steel with fine void at elevated temperature became higher as compared with that without voids. The shape of voids was affected by hot forging condition.

Based on these results, medium carbon steels with spheroidized cementite were developed and these steels had excellent forgeability as machinery parts.

分散相を含む中炭素鋼の機械的特性に及ぼす組織の影響に関する研究

小此木 真

概要

炭素を 0.2~0.6 質量%含有する中炭素機械構造用鋼は、自動車、建築、機械部品など幅広い分野で使用されている。近年では、これらの部材に対して、高強度であるとともに、低価格化が求められている。このため、成形するには加工性(冷間鍛造性)に優れ、部品として使用する際には高強度化するという、相反する性能が求められている。機械部品は、冷間鍛造性を向上させるため、球状化焼鈍を行い、成形後に熱処理して強度を付与して製造される。

本研究では、中炭素機械構造用鋼の加工性向上と高強度化を両立させることを目的に、中炭素鋼の強度や延性などの機械的特性に及ぼす分散相(セメンタイト、合金炭化物)、および微小ボイドの影響について調査するとともに、分散相の形状や分散状態の制御方法についても検討した。

セメンタイトが分散した鋼の機械的特性に及ぼす組織因子(セメンタイトサイズ、フェライト粒径)の影響について調査し、降伏強度と延性の支配因子を明らかにした。また、これらの組織因子は、球状化焼鈍前の組織や予加工、球状化焼鈍温度により変化することを示した。この結果、冷間鍛造性を改善するための、適正な組織因子の指針が得られた。

また、微細な炭化物が分散した中炭素鋼の析出強化について検討し、高い析出強化に有効な組織と炭化物組成を明らかにした。さらに、鋼中に分散したボイドが熱間鍛造性に及ぼす影響とボイドの形状変化を検討し、微小ボイドは、熱間変形抵抗を高める効果があること、およびボイドの形状は熱間鍛造条件により変化することを明らかにした。

そして、これらの知見に基づいて、球状セメンタイトの分散を制御した中炭素鋼を開発し、優れた冷間鍛造性が得られることを確認した。

List of abbreviation

AC	: air cooling
B _f	: bainite transformation finishing temperature
B _s	: bainite transformation starting temperature
EBSD	: electron back scatter diffraction
EDS	: energy dispersive x-ray spectroscopy
F	: ferrite
MC	: MC type carbide
P	: pearlite
SA	: spheroidizing annealing
SEM	: scanning electron microscopy
TEM	: transmission electron microscopy
WQ	: water quenching

List of symbols

A_1	: A_1 transformation point
A_3	: A_3 transformation point
A_{cm}	: A_{cm} transformation point
b	: Burgers vector
$[C]$: concentrations of C
d_p	: diameter of particle
d_s	: apparent diameter of particle on slip plane
D_α	: average diameter of ferrite grain
d^*	: critical shearable/nonshearable particle diameter
f	: volume fraction
$F(\sigma_{ss})$: function of steady state stress
G	: shear modulus of matrix
H_v	: Vickers hardness
ΔH_v	: increase of Vickers hardness
k	: constant
l_s	: particle spacing on slip plane
$[Nb]$: concentrations of Nb
n_i	: atomic fraction of carbide
Q	: activation energy for deformation
R	: radius of grain
r	: radius of particle
R_g	: gas constant
r_i	: initial lattice constant
r_m	: lattice spacing of matrix
r_p	: lattice spacing of precipitate
T	: temperature
$[Ti]$: concentrations of Ti
$[V]$: concentrations of V

β	: constant composed of Taylor's factor and the coefficient of shear stress
δ	: lattice spacing misfit
ε	: misfit parameter between the precipitate and matrix
$\dot{\varepsilon}$: strain rate
ε_p	: peak strain
θ	: bowing angle between the dislocation and the straight line that connects two particles
λ	: mean particle spacing
π	: the ratio of the circumference of a circle to its diameter
σ_0	: experimental constant
σ_p	: peak stress
σ_{ss}	: steady state stress
σ_y	: yield strength
$\Delta\sigma$: increment of tensile stress
τ_r	: time for shape recovery
τ_p	: shear stress of precipitate particle
$\Delta\tau_0$: increase of shear stress
Φ	: fraction of particles on the grain boundaries

目次

第 1 章 序論	1
1.1 本研究の背景	1
1.1.1 機械部品の製造工程と要求特性	1
1.1.2 機械構造用鋼の技術課題	2
1.2 従来の研究	4
1.2.1 鋼中分散相の種類と役割	4
1.2.2 球状化焼鈍した中炭素鋼の機械的特性の支配因子と組織形成挙動	5
1.2.3 析出強化に有効な炭化物組成	8
1.2.4 熱間鍛造中の微小ボイドの形状変化と変形抵抗	11
1.3 本研究の目的と構成	12
1.3.1 本研究の目的	12
1.3.2 本論文の構成	12
参考文献(第 1 章)	14
第 2 章 球状炭化物分散鋼の組織と機械的特性	16
2.1 緒言	16
2.2 実験方法	17
2.2.1 熱間圧延後の異なる冷却プロセスによる線材の作製	17
2.2.2 伸線減面率、球状化焼鈍時間、球状化焼鈍温度の異なる試料の作製	17
2.2.3 組織観察と機械的特性の調査	20
2.3 実験結果	22
2.3.1 熱間圧延後の組織と機械的特性	22
2.3.2 球状化焼鈍後の機械的特性	22
2.3.3 球状化焼鈍後の組織	26
2.3.4 組織因子に及ぼす球状化焼鈍前の伸線減面率の影響	31
2.3.5 組織因子に及ぼす球状化焼鈍温度の影響	31
2.4 考察	37
2.4.1 球状化焼鈍後の降伏強度に及ぼす組織因子の影響	37

2.4.2	球状化焼鈍後の断面収縮率(絞り)に及ぼす組織因子の影響	38
2.4.3	球状化焼鈍後の組織に及ぼす伸線加工の影響	43
2.4.4	パーライト鋼とフェライト/パーライト鋼の球状化焼鈍による軟質化機構	43
2.5	結論	46
	参考文献(第2章)	48
第3章	微細炭化物を用いた析出強化	50
3.1	緒言	50
3.2	実験方法	50
3.2.1	炭化物組成が異なる鋼の作製	50
3.2.2	組織と硬さの調査	52
3.2.3	ベイナイト変態温度の調査	52
3.3	実験結果	54
3.3.1	時効処理による硬さの変化	54
3.3.2	時効後の析出物の観察	54
3.4	考察	59
3.4.1	分散粒子乗り越え機構の検討	59
3.4.2	複合炭化物による析出強化量の推定	61
3.5	結論	66
	参考文献(第3章)	67
第4章	ボイドが分散した鋼の機械的特性	69
4.1	緒言	69
4.2	実験方法	69
4.2.1	ボイドを含む鋼の作製	69
4.2.2	熱間変形抵抗とボイド形状の調査	70
4.3	実験結果	75
4.3.1	ボイドを含む中炭素鋼の熱間変形抵抗	75
4.3.2	熱間鍛造中のボイドの形状変化	75
4.4	考察	84

4.4.1 ボイドを含む鋼の高温圧縮変形挙動.....	84
4.4.2 ボイドの形状と分布の変化.....	85
4.5 結論.....	89
参考文献(第4章).....	90
第5章 総括	91
5.1 本研究の工業的応用.....	91
5.1.1 組織制御の考え方.....	91
5.1.2 開発鋼の製造条件と材質特性.....	92
5.1.3 開発鋼の工業的利用.....	94
5.2 結論.....	97
5.3 今後の展開.....	99
参考文献(第5章).....	100
謝辞	101

第 1 章 序論

1.1 本研究の背景

1.1.1 機械部品の製造工程と要求特性

ボルト、歯車や回転軸などの機械部品は、0.2～0.6%の炭素を含有した中炭素鋼や、Mn、Cr、Mo などの合金元素を含有した低合金鋼、あるいは B を含有したボロン鋼などの機械構造用鋼を用いて製造される。

機械部品の製造工程の例を Fig. 1.1 に示す。機械部品は、冷間鍛造で成形される部品と、熱間鍛造と切削加工で成形される部品に大別できる。Fig. 1.1(a)に、冷間鍛造で成形される部品の製造工程の例を示す。冷間鍛造部品に使用される鋼の多くは、鋼片を熱間圧延して棒鋼や線材を作製した後、伸線加工と球状化焼鈍(spheroidizing annealing: 以下 SA と称す)処理によって軟質化される。その後、冷間鍛造によって部品形状に成形され、焼入れ焼戻し処理や時効処理などの熱処理を行うことによって部品として必要な強度を付与し、機械部品となる。このように冷間鍛造で成形される機械部品には、ボルトや歯車などがある。

一方、複雑な形状となる部品や大型部品は、主に熱間鍛造と切削加工で成形される。これらの部品の製造工程の例を、Fig.1.1(b)に示す。熱間鍛造部品に使用される鋼の多くは、鋼片を熱間圧延して製造した棒鋼を加熱後、熱間鍛造によって部品に近い形状に加工される。熱間鍛造での寸法精度は低いいため、主に切削によって部品の形状に加工される。その後、焼入れ焼戻し処理や時効処理などの熱処理によって強度を付与し、機械部品が得られる。

近年、自動車の燃費向上を目的に自動車用機械部品の一層の軽量化が求められている。自動車用機械部品の軽量化は、ユニットとして使用した際の構造の簡素化を主な目的としているため、個々の機械部品に対してはより一層の高強度化が求められる。

また、これら機械部品には、同時に部品の製造コストを低減することも求められている。機械部品の製造コストの一例を Fig. 1.2 に示す。機械部品の製造コストのうち、鍛造や切削など部品の形状に成形するための加工コストや、部品として必要な強度を与えるための熱処理コストが、製造コストの大半を占めているのに対し、鋼材の占めるコストは、約 20% である¹⁾。したがって、機械部品の製造コストを低減するためには、機械部品として使用

される鋼の鍛造加工や切削加工といった加工性の向上や熱処理の簡略化、省略化が必要となる。

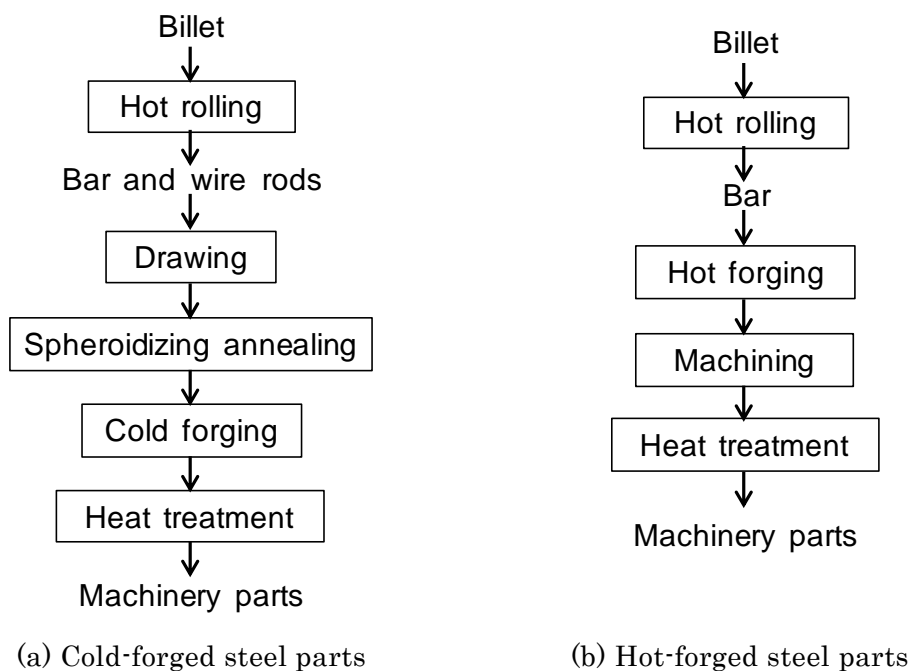


Fig. 1.1 Typical manufacturing processes of machinery parts.

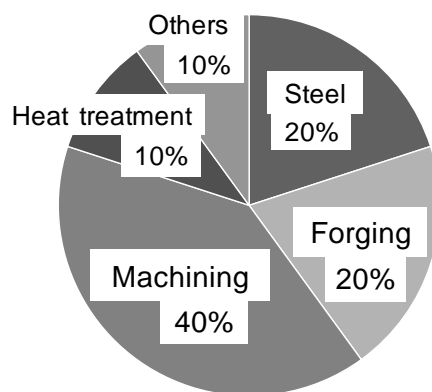


Fig. 1.2 Manufacturing costs of typical machinery parts¹⁾.

1.1.2 機械構造用鋼の技術課題

自動車等の用途に使用される機械部品には、最終製品において高強度であることに加え、製品となるまでの工程において、鍛造加工や切削加工を容易にすることが求められる。すなわち、機械部品の素材となる機械構造用鋼には、成形する際には軟質であって、鍛造加工性や切削加工性に優れること、また、最終製品の機械部品として使用する際には高強度

であることという、相反する性能が求められている。

機械構造用鋼を成形する際の加工性をより一層向上させ、最終製品での高強度化を実現するための課題を以下に示す。

(1) 成形時の加工性の向上

上述したように、機械部品は冷間鍛造によって成形される部品と、熱間鍛造と切削加工によって成形される部品に大別される。冷間鍛造は、寸法精度と生産性が高いことが特徴であり、近年では、ボルトや歯車など多くの機械部品の成形に採用されている。しかしながら、機械部品の高強度化にともなって、冷間鍛造の際に、鍛造金型の損傷や、成形時に部品が加工割れを起こす場合がある。

冷間鍛造での加工性、すなわち鍛造金型の損傷や加工割れを抑制するためには、冷間鍛造する段階での鋼材を軟質、かつ高延性とすることが有効である²⁾。中炭素鋼の熱間圧延材は、通常、フェライト/パーライト組織やベイナイト組織となる。これらの組織の変形抵抗は高く、冷間鍛造性が優れているとは言い難い。冷間鍛造する段階での鋼材を軟質、かつ高延性化して冷間鍛造性を改善するには、上述した SA 処理を行うことによって、ラメラ状セメンタイトや、ベイナイト組織の微細なセメンタイトを球状化して、変形抵抗を低くする。すなわち、冷間鍛造での加工性をさらに改善するためには、SA 処理後の変形抵抗をより一層低くし(強度を低くし)、かつ、延性を向上させる必要がある。

(2) 最終製品の高強度化

機械部品を高強度化するための方法として、使用される機械構造用鋼を成形した後に、焼入れ焼戻しの熱処理を行って金属組織をマルテンサイト組織とする方法や、時効処理を行って鋼中に Mo_2C 、 VC や TiC などの微細炭化物を析出させる方法などがある。後述するように、鋼中に析出する微細炭化物を $(\text{V},\text{Mo})\text{C}$ などの複合炭化物とすることで、 VC などの単純組成の炭化物よりも析出強化能が高く、効果的に鋼の強度を高めることができることが報告されている³⁾。このように複合炭化物の析出硬化能は優れていることが知られているが、析出強化能を高めるための有効な炭化物組成はまだ明らかになっていない。時効処理後により高い強度を得るため、さらに析出強化能を高めることが出来る複合炭化物の組成を明らかにすることが求められる。

(3) 材料信頼性の向上

材料が高強度になると、部品内部に存在する欠陥に対して破壊感受性が高くなることから、高強度機械部品に使用される鋼には、介在物やボイド等鋼中に存在する欠陥の抑制や無害化による信頼性の向上が必要となる。ボイド等の欠陥の影響を極力抑制するためには、欠陥そのもののサイズを小さくすることや、形状を球形にして無害化することなどが有効と考えられる。機械部品の製造工程である熱処理や熱間鍛造によって、欠陥のサイズや形状の制御ができれば、機械部品の信頼性向上に有効である。

機械部品に使用される鋼には、部品の製造コストを低減するために鍛造加工性や切削加工性を改善することが重要である。切削加工性を改善するために、鋼材に **Pb** や **Bi** などの低融点元素を添加したり、**S** を増量したり⁴⁾、あるいは、セメンタイトを黒鉛化するなどの方法がある⁵⁾。鋼中に分散しているセメンタイトを黒鉛化すると、鋼に含まれる炭素量によらず中炭素鋼や高炭素鋼でも低炭素鋼なみに軟質化し、冷間鍛造性や切削加工性が著しく改善することが報告されている⁶⁾。しかし、部品強度を付与する目的で黒鉛が析出した炭素鋼を、オーステナイト域に加熱保持すると、黒鉛(炭素)がオーステナイト中に固溶するため、黒鉛が析出していた位置にボイドが形成される場合がある⁷⁾。このように鋼中にボイドが生成した場合には、最終製品での材料の強度や信頼性を低下させる。仮に熱処理や熱間鍛造といった部品の製造工程でボイド等の欠陥のサイズや形状を制御することができれば、機械構造用鋼の信頼性向上に繋がる。しかし、これまで、鉄系材料において、高温変形中に鋼中に存在するボイドが変形抵抗などの機械的特性に与える影響について研究された例はなく、熱間鍛造中のボイドの形状変化や熱間変形抵抗に及ぼす影響は明らかになっていない。

1.2 従来の研究

1.2.1 鋼中分散相の種類と役割

実用鉄鋼材料中には、酸化物や硫化物、あるいは炭化物や窒化物などの分散相が存在する。さらに、切削加工される鋼材には切削加工性を改善するために、**Pb** や黒鉛を含むことがある^{4,5)}。これらの分散相は、鋼の組織や機械的特性に大きな影響を及ぼす。例えば、粗大な酸化物は機械的特性に悪影響を与えることから、これらの粗大な酸化物を低減して、材料の信頼性を向上させたり、微細析出物などの分散相を活用して鋼の強度を向上させるなど目的に応じて酸化物、炭化物や窒化物を材質制御に活用する研究が行われている⁸⁾。

例えば、鋼中の酸化物には、 Al_2O_3 や Ti_2O_3 などが知られている。厚鋼板では、これらの酸化物を用いて結晶粒を微細化し、溶接部の靱性を向上させる⁹⁾など、実用的な鉄鋼材料の材質制御に活用しているが、機械構造用鋼の分野では、材質制御のために酸化物を積極的に活用した例は少ない。

一方、鋼中に分散する炭化物には、セメンタイトや、 Mo_2C 、 TiC 、 VC 、 NbC などがある。これらの炭化物は、機械構造用鋼の強度や加工性を向上させるために積極的に活用され、多くの実用鉄鋼材料の材質制御に活用されている。中でもセメンタイトは、強度が高く、機械部品を高強度化するために必要であるが、逆に冷間鍛造性や切削性を劣化させる側面もある。このため、冷間鍛造の際には、加工性を改善するためにセメンタイトの形状を球状にして軟質化させている。逆に、 Mo_2C 、 TiC 、 VC などの炭化物を時効処理して鋼中に微細に分散させることで、最終製品としての強度を高めることができる。これらの炭化物を積極的に利用した実用鉄鋼材料が製造されている¹⁰⁾。

窒化物は、 AlN や TiN あるいは NbN などの形態で鋼中に存在する。これらの窒化物は、主に鋼の結晶粒径を微細にするために活用することができる。

硫化物は、 MnS などの形態で鋼中に存在する。 MnS などの硫化物は、切削加工性を改善させる目的で、機械構造用鋼の分野にも広く利用されている⁴⁾。

その他の分散相として、 Pb 、黒鉛や Cu などがある。 Pb や黒鉛は切削加工性の改善に^{4,5)}、 Cu は析出強化によって鋼を高強度化する目的で積極的に活用されている¹¹⁾。

以上のように分散相が鋼中に存在するの鋼の組織や分散相を活用した材質制御について、これまで多くの研究が行われてきた。機械構造用鋼の加工性向上と、最終製品段階での高強度化と信頼性向上を達成するためには、以下の点について検討し、明らかにする必要がある。これらに関する従来知見をまとめ、研究課題を検討した。

- i) SA 処理した中炭素鋼の機械的特性の支配因子と組織形成挙動
- ii) 析出強化に有効な炭化物組成
- iii) 熱間鍛造中の微小ボイドの形状変化と変形抵抗

1.2.2 球状化焼鈍した中炭素鋼の機械的特性の支配因子と組織形成挙動

中炭素鋼の冷間鍛造性を改善するためには、材料を軟質化して冷間鍛造する際の変形抵抗を低くすること(低変形抵抗)、かつ高延性とすることが有効である²⁾。中炭素鋼を軟質化するには、一般に SA 処理が行われている。SA 処理は、Fig. 1.3 に示すように種々の方

法が知られているが、通常、 A_1 点直下で保持する方法(Fig. 1.3(1))や、 A_3 点以上から急冷した後、焼戻しする方法(Fig. 1.3(2))、あるいは、フェライト/オーステナイト二相域から徐冷する方法(Fig. 1.3(3))、などによって行われる¹²⁾。近年では、加工コストのさらなる低減が求められることや部品形状が複雑化している背景から、SA 処理後の変形抵抗をより一層低下させて、かつ延性を向上させる技術が求められている。

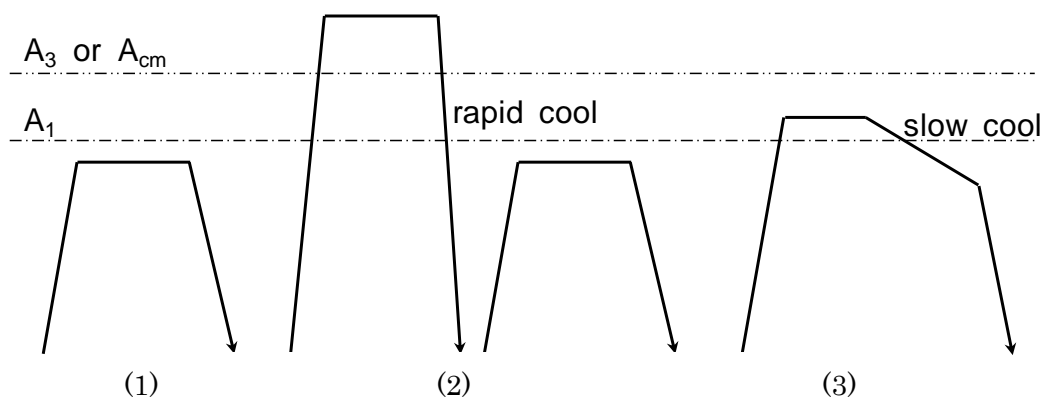


Fig. 1.3 Example of spheroidizing annealing process¹²⁾.

SA 処理後の鋼の強度や延性に及ぼす組織の影響については、例えば、以下の報告がある。セメンタイトが分散したフェライト鋼の強度は、フェライト粒径^{13,14)}、セメンタイト間隔¹⁴⁾の影響を受ける。Taleff et al. は、過共析鋼のパーライト組織、および球状セメンタイトが分散したフェライト組織の降伏強度は、セメンタイト間隔とフェライト粒径の両方の影響を受けることを報告している¹⁵⁾。一方、延性については、セメンタイトの体積率¹⁶⁻¹⁸⁾、セメンタイトの球状化率や形状¹⁸⁻²¹⁾、セメンタイトサイズ^{18,22,23)}、フェライト粒径²⁴⁾の影響を受けることが報告されている。佐藤は、捻じり試験での破断ひずみと球状セメンタイトサイズの関係进行调查し、Fig. 1.4 に示すようにセメンタイトサイズが大きくなると破壊ひずみが大きくなることを報告している²³⁾。一方で、中村らは、球状化焼鈍した鋼に引張変形を加えた際のセメンタイト周囲に発生するボイドとセメンタイトサイズの関係进行调查し、Fig. 1.5 に示すように、セメンタイトサイズが大きい場合に、ボイド発生率が高くなること、かつ小さな塑性ひずみでもボイドが発生しやすいことを報告している²⁵⁾。すなわち、セメンタイトサイズが大きくなると、延性が向上すると考えられている一方で、セメンタイトサイズが大きくなると、塑性変形時にボイドが発生しやすくなるとの相反する報告もあることから、延性に及ぼすセメンタイトサイズの影響については明らか

になっていない。また、熱処理や鋼の化学組成などによってセメントナイトサイズを変えようとすると、同時にフェライト粒径など他の組織因子も変化する。そのため、鋼の各組織因子の影響を分離して延性の支配因子を考察するのは容易ではなく、鋼の延性を支配する組織因子について、未だ統一見解は得られていない。

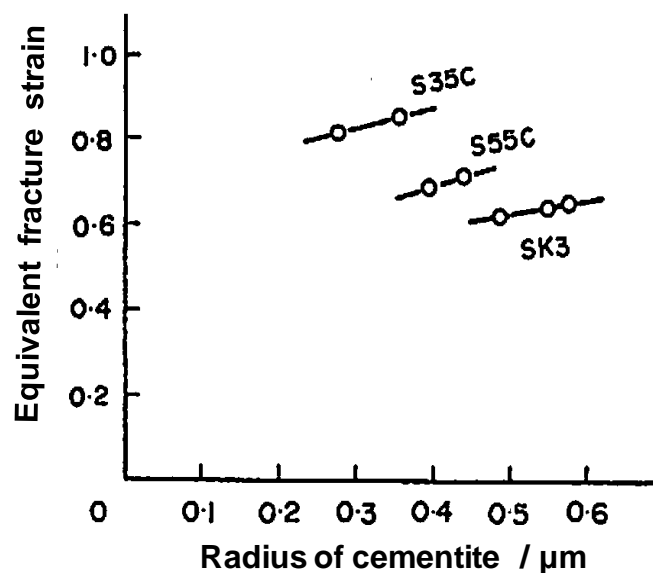


Fig. 1.4 Effect of radius of spheroidized cementite on equivalent fracture strain²³⁾.

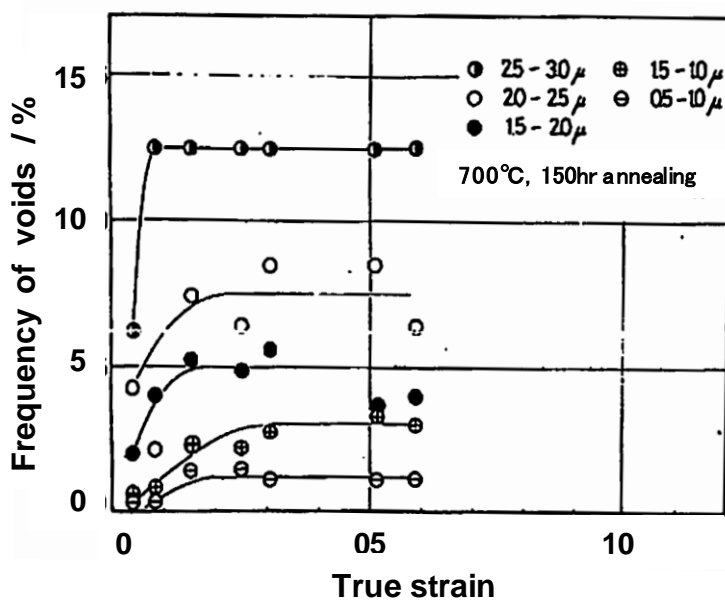


Fig. 1.5 Effect of true strain on frequency of voids²⁵⁾.

一方、SA 処理後の機械的特性は、鋼の組織に支配されることから、組織の形成挙動を明らかにする必要がある。SA 処理後の組織は、SA 処理をする前の組織や、SA 処理条件の影響を受ける。SA 処理後の組織や機械的特性に及ぼす SA 処理前組織の影響については、以下の報告がある。

i) SA 処理前の組織を微細なフェライト/パーライト混合組織とすることで、ラメラセメントタイトの分断が進行し、セメントタイトの球状化が促進する。その結果、粗大なフェライト/パーライト組織と比べて変形抵抗は同等で、延性が向上する²⁶⁾。

ii) SA 処理前の組織をベイナイト主体とすることで、SA 処理後のセメントタイトが微細になる。その結果、引張強度は高くなるが、延性が向上する²⁷⁾。

このように、セメントタイトが分散したフェライト鋼の組織や機械的特性は、SA 処理前の組織の影響を強く受け、SA 処理前組織を微細なフェライト/パーライト組織や、ベイナイト組織とした場合に SA 処理後の延性が向上することが知られている。

また、セメントタイトの球状化を促進する方法として、SA 処理前に伸線加工を行うことで、セメントタイトの球状化が促進されることが報告されている^{28,29)}。セメントタイトの球状化が促進すると引張強度が低くなるが、冷間鍛造時の低変形抵抗と高延性を両立させる方法については、未だ明らかとなっていない。

以上のように、機械部品として使用される中炭素鋼を SA 処理によって変形抵抗を低くし、かつ延性を向上させて、冷間鍛造性を一層改善させることが求められている。しかしながら、SA 処理した鋼の延性を支配する組織因子は解明されたとはいえず、低変形抵抗と高延性を両立した冷間鍛造性に優れる鋼の組織は明らかになっていない。加えて、低変形抵抗と高延性を両立するための SA 処理前の組織や、製造方法も明確になっていない。このため、球状セメントタイトが分散した鋼の強度、延性などの機械的特性に及ぼす組織因子(フェライト粒径、セメントタイトサイズ)の影響や低変形抵抗と高延性を両立することができる冷間鍛造性に優れる組織、さらには、その組織を得るための、SA 処理前の組織や SA 処理条件を明確化することが課題である。

1.2.3 析出強化に有効な炭化物組成

機械構造用鋼は、部品形状に成形する時には軟質であって加工性に優れ、最終製品の段階では高強度であることが要求される。このため、成形の際には軟質化して、成形後の熱処理によって微細な炭化物を分散させて高強度化できれば、軟質化による加工時の成形性

向上と最終製品での高強度化という相反する性能を両立させることできる。そのため、熱処理後により高い強度を得るため、析出強化能の高い炭化物組成を明らかにすることが求められている。

鋼中に微細な炭化物を析出させることで、高強度化したマイクロアロイ鋼が開発されている³⁰⁻³²⁾。これらの鋼は、析出強化鋼と呼ばれ、主に低炭素鋼やマルテンサイト鋼で研究されてきた。これらの鋼の高強度化には、VC、NbC、TiC や Mo₂C 等の炭化物を微細に析出させることが有効である。村瀬らは、中炭素フェライト鋼を用いて、V と Cu の単独添加と複合添加による析出強化特性を調査し、複合添加したときの析出強化能は、単独添加した場合よりも顕著に向上することを示した³³⁾。また、Grange et al.は、低炭素鋼と中炭素鋼の焼戻しマルテンサイト組織を用いて、析出強化特性に及ぼす合金元素 (Mn, P, Si, Ni, Cr, Mo, V) の影響を評価し、強度に及ぼす合金元素の効果は、Fe-C 合金の硬さ(Hv)と各元素添加による強度増加量(ΔH_{vMn} , ΔH_{vP} , ΔH_{vSi} , ΔH_{vNi} , ΔH_{vCr} , ΔH_{vMo} , ΔH_{vV})の合計で表わされることを示した³⁴⁾。また、小坂らは、0.1% C–2.0% Mn 鋼の焼戻しマルテンサイト組織を用いて、析出強化特性に及ぼす炭化物種類の影響について評価した³⁾。その結果、単純組成の炭化物の析出強化量は、Mo₂C, VC, TiC, NbC の順で大きくなることを示した³⁾。更に、(V, Mo)C 等の複合炭化物の析出強化量は、VC 等の単純組成炭化物より大きくなることも示した³⁾。このように炭化物の析出強化量は、炭化物組成によって変化することが知られている。

上述したように、炭化物による鋼の析出強化に関しては、多くの研究がなされているが、そのほとんどが、フェライト組織や焼戻しマルテンサイト組織を対象にした研究である。これは、従来の析出強化の研究では、熱間圧延した鋼の高強度化を目的としていたことや、過飽和固溶体からの析出挙動に関する研究が中心であったためである。このため、主に低炭素鋼でのフェライト組織やマルテンサイト組織を有する鋼を対象に研究されてきた。また、中炭素鋼では、熱間圧延や熱間鍛造後の冷却過程の際に、変態中のオーステナイト/フェライト界面で炭化物が析出する相界面析出を利用した高強度化技術の研究が行われてきた¹⁰⁾。しかし、フェライト組織やパーライト組織では相界面析出により高強度化できるが、ベイナイト組織の場合には強度が低下することが知られている^{10,35)}。そのため、ベイナイト組織の中炭素鋼は、強度と延性のバランスが優れ、機械部品に広く利用されているものの、析出強化を目的とした研究や開発はあまり行われていなかった。その一方、析出強化に有効な元素を複合添加すると、単独添加した場合よりも析出強化量が増大すること

が報告されており³⁾、さらなる高強度化の可能性が残されていると考えられる。しかしながら、複合炭化物による強化機構や、析出強化に有効な炭化物組成は明らかになっていない。析出強化に有効な炭化物組成を明らかにするためには、強化機構の解明が必要である。微細析出物が分散した鉄鋼材料の析出強化は、主に、Orowan 機構、あるいは cutting 機構を用いて、説明されている¹⁰⁾。Orowan 機構、cutting 機構のいずれも、析出物サイズの影響を受け、Fig.1.6 に示すように、Orowan 機構では、析出物サイズが大きくなると析出強化能は低下し、cutting 機構では、析出物サイズが大きくなると析出強化能が増大する^{10,36)}。

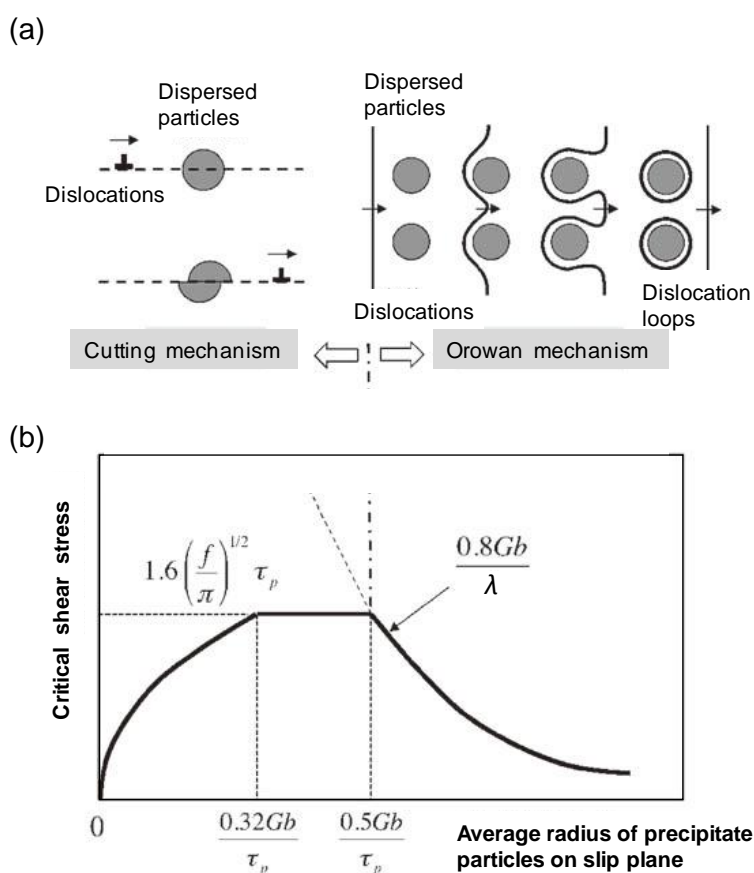


Fig. 1.6 Precipitation hardening mechanism^{10,36)}: (a) Schematic illustrations cutting mechanism and Orowan mechanism. (b) Effect of particle size on critical shear stress. G is the shear modulus of matrix, b is the Burgers vector, λ is mean particle spacing, f is volume fraction of precipitate particles and τ_p is shear stress of precipitate particles.

また、Fig.1.6 に示すように、析出物サイズが小さいときは cutting 機構、大きくなると Orowan 機構が支配的になると考えられている^{10,36)}。複合炭化物の析出強化も、Orowan 機構や cutting 機構といった分散粒子乗り越え機構を用いて説明できると考えられるが、その強化機構は未だ明らかになっていない。

以上のように、機械部品に広く使用されているベイナイト組織の中炭素鋼を対象に複合炭化物を活用した析出強化について研究した例は少なく、その強化機構や高い析出強化を得るための複合炭化物の組成は明らかになっていない。このため、ベイナイト組織の中炭素鋼での、複合炭化物による析出強化機構の解明と、炭化物組成と析出強化量の関係について明確化することが課題である。

1.2.4 熱間鍛造中の微小ボイドの形状変化と変形抵抗

部品形状に成形するための切削性や冷間鍛造性を改善するため、鋼中に含まれる炭素を黒鉛化する技術がある。黒鉛を含む鋼は焼入れ焼戻し処理によって強度を付与する際に炭素が地鉄中に固溶するため、黒鉛のあった場所はボイドとして鋼中に残存する。また、強加工を受けた鋼材も、内部にボイドを含んでいる場合もある。これらのような鋼に含まれるボイドは欠陥となり、室温での材料強度や信頼性の低下を招く。鋼材の信頼性に及ぼすボイドなどの欠陥の影響は、その大きさや形状により変化する。このため、熱間鍛造中に、ボイドの大きさや形状を制御することができれば、機械部品の信頼性の向上に繋がると考えている。

鋼に含まれるボイドは、室温での材料の強度低下や靱性低下の要因となる。しかし、高温においては、分散粒子が母相に対して硬いか柔らかいかの種類によらず転位の移動を妨げ、強度向上に寄与することが理論的に示されている³⁷⁻³⁹⁾。これは転位の持つ応力場が、第二相粒子界面で緩和され、第二相粒子が転位に対し引力型相互作用を及ぼすためである。実際、液体分散粒子であっても、変形抵抗が上昇することが報告されている^{40,41)}。高温においては、強度に及ぼすボイドの影響について古くから研究が行われており^{40,42-44)}、ボイド強化として知られている。例えば、高温クリープ中の変形抵抗上昇の原因の一つとして、ボイドの生成による強化があげられている⁴⁵⁾。以上のことを考え合わせると、鋼中に存在する微小ボイドは、熱間鍛造時の変形特性に影響を与えることが推察される。しかしながら、ボイドを含む鋼の高温変形特性に関する研究はない。

高温変形中に母相の変形と共に第二相粒子が変形する場合、拡散緩和によってその粒子

形状は回復される。例えば、Onaka et al.は、銅単結晶中の分散液体 B_2O_3 粒子の形状変化を詳細に調査した⁴⁶⁾。 B_2O_3 粒子の形状は銅原子の液体粒子中の体拡散速度によって支配され、形状は粒子サイズ、変形温度、ひずみ速度によって決定される。ポイドが形成されている場合においても同様の形状変化と回復が予想されるが、ポイドの形状変化は母相原子の表面拡散によって律速されると推察される。Miura et al.は $Cu-B_2O_3$ 合金双結晶を用いた実験から、高温変形中に発現する粒界すべりと粒界移動によって、粒界上の液体粒子がせん断や合体を繰り返すことを報告した⁴⁷⁾。この結果は、液状分散粒子は形状変化だけではなく、サイズの変化も起こることを示唆している。熱間鍛造によって、ポイドのサイズや形状を制御することができれば、機械部品の欠陥の抑制や無害化に活用できる可能性があるが、鋼の熱間鍛造中のポイド形状やサイズの変化に関する研究はほとんどない。

1.3 本研究の目的と構成

1.3.1 本研究の目的

上述したように、セメンタイトや微細炭化物などの分散相やポイドは、鋼の組織や機械的特性に大きな影響を与える。本研究では、機械構造用鋼の成形時の加工性改善と、最終製品での高強度化を両立する技術を確立することの一環として、中炭素鋼を対象として、機械的特性(変形抵抗、延性、強度)に及ぼす組織因子(フェライト粒径、セメンタイトサイズ)、微細炭化物やポイドの影響を明らかにすることを目的とした。本研究での検討項目は以下のとおりである。

- (1) フェライト中にセメンタイトが分散した中炭素鋼の強度、および延性に及ぼす組織因子の影響の明確化
- (2) 中炭素鋼の加工性(低変形抵抗、高延性)を向上することができる組織の提示と、その組織を得るための製造方法の提示
- (3) 複合炭化物の析出強化機構と、析出強化に有効な炭化物組成の検討
- (4) 熱間鍛造中のポイド形状とサイズの変化、及び熱間変形抵抗に及ぼすポイドの影響に関する検討

1.3.2 本論文の構成

本論文は以下の 5 章により構成される。

第 1 章では、機械構造用鋼の概要と課題、分散相を利用した鋼の材質制御に関するこれ

までの知見、および研究の目的について述べる。

第2章では、フェライト中に球状セメンタイトが分散した中炭素鋼の組織と機械的特性について検討する。組織に及ぼすSA処理前の組織や予加工、およびSA処理温度の影響について述べる。また、SA処理後の強度や延性に及ぼす組織因子（セメンタイトサイズ、セメンタイト間隔、フェライト粒径）の影響について検討し、降伏強度や断面収縮率に及ぼす組織因子の影響を考察する。さらに、組織因子とSA処理による軟質化機構の関係についても考察する。

第3章では、微細炭化物が分散した中炭素鋼の析出強化挙動と強化機構について検討する。強度と延性のバランスが優れる中炭素ベイナイト鋼を用い、析出強化量に及ぼすNb, Ti, V複合添加の影響について述べる。さらに、複合炭化物の析出強化機構についても考察し、析出強化に及ぼす炭化物組成の影響について述べる。

第4章では、直径3~5 μm の微小ボイドが分散した中炭素鋼を用いて、熱間鍛造中のボイドの形状変化と高温変形挙動について検討する。熱間鍛造中のボイドの形状変化に及ぼすひずみ速度の影響と、変形抵抗に及ぼすボイドの影響を述べる。

第5章では、工業的応用事例として、本研究から得られた知見に基づいて、中炭素冷間鍛造用鋼の加工性に優れる組織と製造方法について述べ、本研究の結論をまとめる。

参考文献（第1章）

- 1) 樽井敏三: NIPPON STEEL MONTHLY, **3** (2006), 11.
- 2) 中村芳美, 新名英司: 日本機械学会誌, **78** (1975), 1016.
- 3) 小坂誠, 吉田卓, 樽井敏三: CAMP-ISIJ, **17** (2004), 1370.
- 4) 片山昌: 機械技術, **45** (1997), 97.5) 末吉秀一, 大重俊則, 末永勝朗, 田中良平: 日本金属学会誌, **52** (1988), 1285.
- 6) 末吉秀一, 末永勝郎, 田中良平: 日本金属学会誌, **53** (1989), 206.
- 7) 藤平昭男: 博士論文, 東京工業大学, (1969).
- 8) 鋼中介在物による組織と材質制御の現状と制御メカニズムの検討: 日本鉄鋼協会, 東京 (1995).
- 9) K. Yamamoto, S. Matsuda, T. Haze, R. Chijiwa and H. Mimura: Symposium on Residual and Unspecified Elements in Steels, ASTM, Philadelphia, (1989), 266.
- 10) 古原忠: Sanyo Technical Report, **21** (2014), 2.
- 11) 岸田宏司, 秋末治: 鉄と鋼, **76** (1990), 759.
- 12) 鋼の熱処理, 日本鉄鋼協会編, 丸善, 東京, (1957), 49.
- 13) 土田紀之, 友田陽, 長井寿: 鉄と鋼, **89** (2003), 1170.
- 14) 鈴木雅人: CAMP-ISIJ, **18** (2005), 1373.
- 15) E. M. Taleff, C. K. Syn, D. R. Lesuer and O. D. Sherby: Metall. Mater. Trans. **27** (1996), 111.
- 16) B. I. Edelson and W. M. Baldwin Jr.: Trans. ASM, **55** (1962), 230.
- 17) 東郷敬一郎, 石井仁, 平松聖士, 鈴木直守, 荒木弘安: 日本機械学会論文集. **A59** (1993), 1617.
- 18) 大矢根守哉, 佐藤悌: 材料, **25** (1976), 501.
- 19) 井上毅, 落田義隆, 木下修司: 鉄と鋼, **61** (1975), 808.
- 20) 荒木透: 日本金属学会会報, **16** (1977), 610.
- 21) 鹿磯正人, 金築裕, 勝亦正昭: 鉄と鋼, **84** (1998), 721.
- 22) 福井彰一, 上原紀興: 電気製鋼, **42** (1971), 130.
- 23) 佐藤悌介: 塑性と加工, **16** (1975), 676.
- 24) W. B. Morrison and R. L. Miller: Proceedings of the 16th Sagamore Army Materials

Research Conference, ed. By John J. Burke, Volker Weiss, Syracuse University Press, New York, 1969,183.

- 25) 中村正久, 飯田雅志: 鉄と鋼, **61** (1975), S699.
- 26) 金築裕, 勝亦正昭, 澤田裕治: 鉄と鋼, **75** (1989), 1178.
- 27) 小此木真, 磯新, 西田世紀, 山崎真吾, 大羽浩: CAMP-ISIJ, **21** (2008), 536.
- 28) 斎藤利生, 村上昇一: 日本金属学会誌, **29** (1965), 995.
- 29) 竹中弘充, 豊島修平, 土田豊: 熱処理, **43** (2003), 425.
- 30) Y. Funakawa, T. Shiozaki, K. Tomita, T. Yamamoto and E. Maeda: ISIJ Int., **44** (2004), 1945.
- 31) K. Miyata and Y. Sawaragi: ISIJ Int., **41** (2001), 281.
- 32) K. Miyata, T. Omuma, T. Kushida and Y. Komizo: Metall. Mater. Trans.A, **34** (2003), 1565.
- 33) 村瀬雄紀, 岩佐尚幸, 竹元嘉利, 瀬沼武秀: 鉄と鋼, **99** (2013), 669.
- 34) R. A. Grange, C. R. Hribal and L. F. Porter: Metall. Trans.A, **8** (1977), 1775.
- 35) G. Miyamoto, R. Hori, B. Poorganji and T. Furuhashi: ISIJ Int., **51** (2011), 1733.
- 36) 材料強度の原子論, 日本金属学会, (1985), 132.
- 37) D. J. Srolovitz, R. A. Petikovic-Luton and M. J. Luton: Philos. Mag. A, **48** (1983), 795.
- 38) D. J. Srolovitz, R. A. Petikovic-Luton and M. J. Luton: Scr. Metall., **18** (1984), 1063.
- 39) D. J. Srolovitz, M. J. Luton, R. A. Petikovic-Luton, D. M. Barnett and W. D. Nix: Acta Metall., **32** (1984), 1079.
- 40) 中嶋英治, 吉田冬樹: 変形特性の予測と制御, 日本鉄鋼協会編, 東京, (1994), 433.
- 41) S. Onaka, S. Soeta and M. Kato: J. Mater. Sci., **25** (1990), 220.
- 42) R. O. Scattergood and D. J. Bacon: Acta Metall., **30** (1982), 1665.
- 43) P. G. Manu Mare and H. P. Leighly, Jr.: Acta Metall., **24** (1976), 1047.
- 44) Y. N. Osetsky and D. J. Bacon: Philos. Mag., **90** (2010), 945.
- 45) 葉英華, 中嶋英治, 栗下裕明, 後藤正治, 吉永日出男: 日本金属学会誌, **52** (1988), 1255.
- 46) S. Onaka, K. Hasegawa and H. Miura: Philos. Mag. A, **74** (1996), 531.
- 47) H. Miura, T. Otsuka, T. Sakai and S. Onaka: Scr. Mater., **40** (1999), 33.

第 2 章 球状炭化物分散鋼の組織と機械的特性

2.1 緒言

機械部品には、最終製品での強度や靱性ととともに、成形時の加工性も求められる。冷間鍛造は、熱間鍛造と比べて、寸法精度が高く材料歩留まりに優れることに加え、加工時間が短く生産性にも優れることから、ボルトや歯車など多くの機械部品の成形に採用されている。冷間鍛造での加工性の改善には、変形抵抗を低くすることや延性の向上が必要である¹⁾。機械部品には、強度を付与するため、約 0.2~0.6%の炭素を含有する中炭素鋼が使用されている。中炭素鋼の熱間圧延材は、通常、フェライト/パーライト組織やベイナイト組織となる。これらの組織の変形抵抗は高く、冷間鍛造性が劣る。このため、中炭素鋼では、球状化焼鈍（以下 SA と称す）により、ラメラ状パーライトを球状セメンタイトにして、変形抵抗を低くして冷間鍛造される。本章では、熱間圧延後の冷却速度と、伸線減面率、SA 処理温度を変化させて、SA 処理後のセメンタイトの分散状態を作り分けた中炭素鋼を用いて、組織と機械的特性について検討した。

1.2.2 で述べたように、フェライト組織中にセメンタイトが分散した鋼の強度は、フェライト粒径^{2,4)} やセメンタイト間隔^{3,4)}の影響を受けると報告されている。一方、延性は、フェライト粒径⁵⁾やセメンタイトの体積率^{6,8)}、セメンタイトの球状化率や形状⁸⁻¹¹⁾、セメンタイトサイズ^{8,12,13)}の影響を受けると報告されている。しかし、これらの組織因子は互いに相関するため、各組織因子の影響を分離して延性の支配因子を考察した報告はなく、球状セメンタイトが分散した鋼の延性を支配する組織因子について、未だ統一見解は得られていない。そこで、本章では、延性の評価指標に断面収縮率（絞り）を用いて、球状セメンタイトが分散した中炭素鋼の、降伏強度や断面収縮率に及ぼす組織因子（セメンタイトサイズ、セメンタイト間隔、フェライト粒径）の影響について調査した。

SA 処理後の組織や機械的特性は、SA 処理前の組織の影響を受ける。このため、熱間圧延後に、急速冷却と恒温変態処理を行って作製したパーライト組織の鋼と、熱間圧延後に、連続冷却して作製したフェライト/パーライト混合組織の鋼を供試鋼に用いた。次に、伸線減面率と、SA 処理温度を変えて、SA 処理を行い、フェライト粒径、セメンタイトサイズを変化させた。こうして SA 処理した中炭素鋼を用いて、降伏強度や断面収縮率に及ぼす SA 前組織、伸線減面率、SA 処理温度の影響について検討した。さらに、SA 処理による

軟質化機構とセメンタイトの分散状態の関係について詳細に検討を行った。

2.2 実験方法

2.2.1 熱間圧延後の異なる冷却プロセスによる線材の作製

一般に、機械部構造用鋼には、約 0.2~0.6%の炭素を含有する中炭素鋼が使用されている。本研究では、平均的な炭素含有量である 0.43%の中炭素鋼を用いた。Table 2.1 に供試材とした中炭素鋼の化学組成を示す。断面 $122 \times 122 \text{mm}^2$ の鋼片を 1323K に加熱し、直径 5.5mm の線材に熱間圧延し、1173K から 2 種類の異なる冷却プロセスを用いて線材を作製した。Fig. 2.1 に冷却プロセスの模式図を示す。A プロセスでは、圧延機後方に設置された熔融塩槽に線材を浸漬させ、恒温変態処理するプロセスである¹⁴⁾。A プロセスにおける 1173K から 823K までの平均冷却速度は 50K/s、熔融塩槽温度は 823K、浸漬時間は 50s であった。一方、B プロセスでは、風冷して連続冷却するプロセスである¹⁵⁾。B プロセスにおける 1173K から 870K までの平均冷却速度は 5K/s であった。以降、A プロセス、B プロセスで作製したサンプルをそれぞれ 43C-A、43C-B と称す。

Table 2.1 Chemical composition of tested steel (mass%).

	C	Si	Mn	P	S	Fe
43C	0.43	0.21	0.64	0.020	0.018	Bal.

2.2.2 伸線減面率、球状化焼鈍時間、球状化焼鈍温度の異なる試料の作製

43C-A と 43C-B を用いて、機械的特性や組織に及ぼす伸線減面率、SA 処理時間、SA 処理温度の影響を調査した。伸線減面率とは伸線前後の断面積の差を伸線前の断面積で除した値である。伸線加工と SA 処理における加工熱処理プロセスを Fig. 2.2 に示す。Fig. 2.2(a)では、0~40%の伸線加工を行った後、958K で 5h の SA 処理を、Fig. 2.2(b)では、30%の伸線加工を行った後、973K で 0.5~20h の SA 処理を、Fig. 2.2 (c)では、30%伸線加工後、943K、973K、988K で 5h の SA 処理を行った。なお、43C の A_1 点は 995K であった。

より粗大なセメンタイトを含む試料を作製するため、Fig. 2.2(d)に示した SA 処理、すなわち 1013K で 5h 保持した後、963K まで 20K/h で冷却を行った。

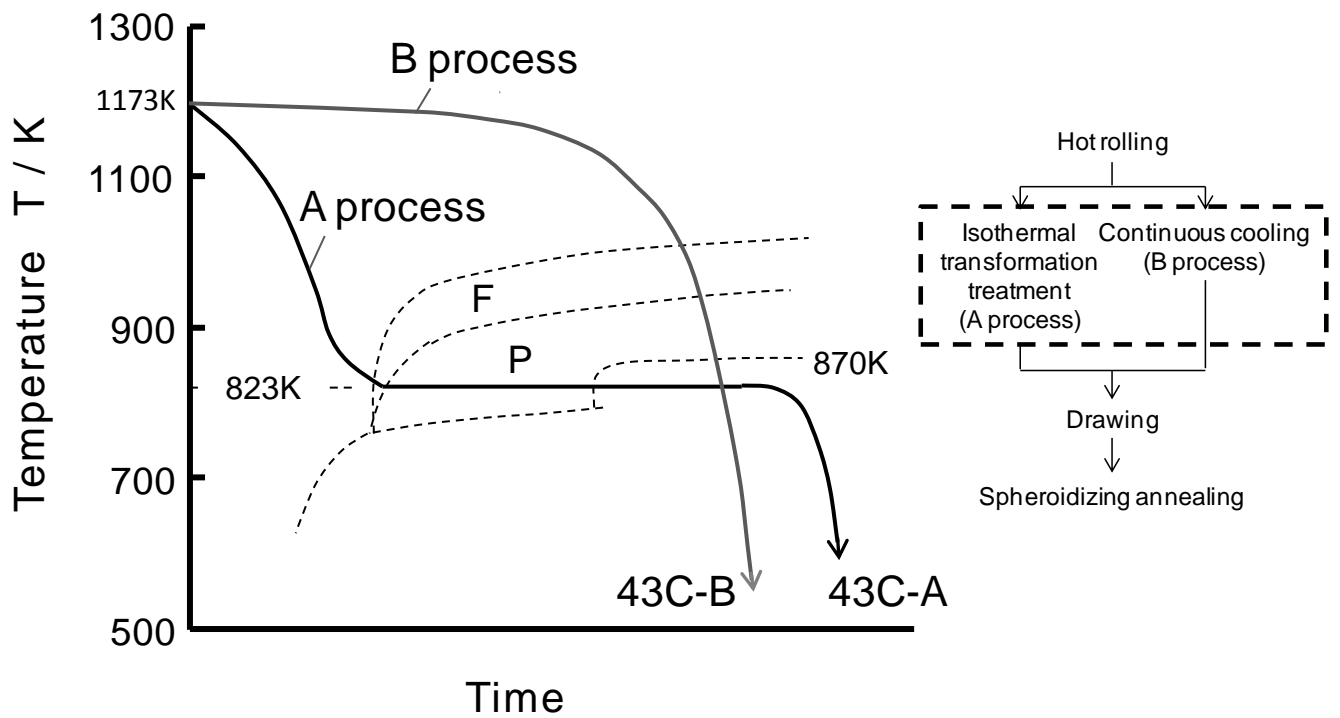


Fig. 2.1 Schematic diagram of cooling processes of A and B after hot rolling.

A process employs isothermal transformation by quenching into salt bath and B process employs continuous cooling. F and P designate ferrite and pearlite, respectively. Corresponding parts of A and B processes are indicated by bold-broken line in the entire flow chart of the present thermo-mechanical processes.

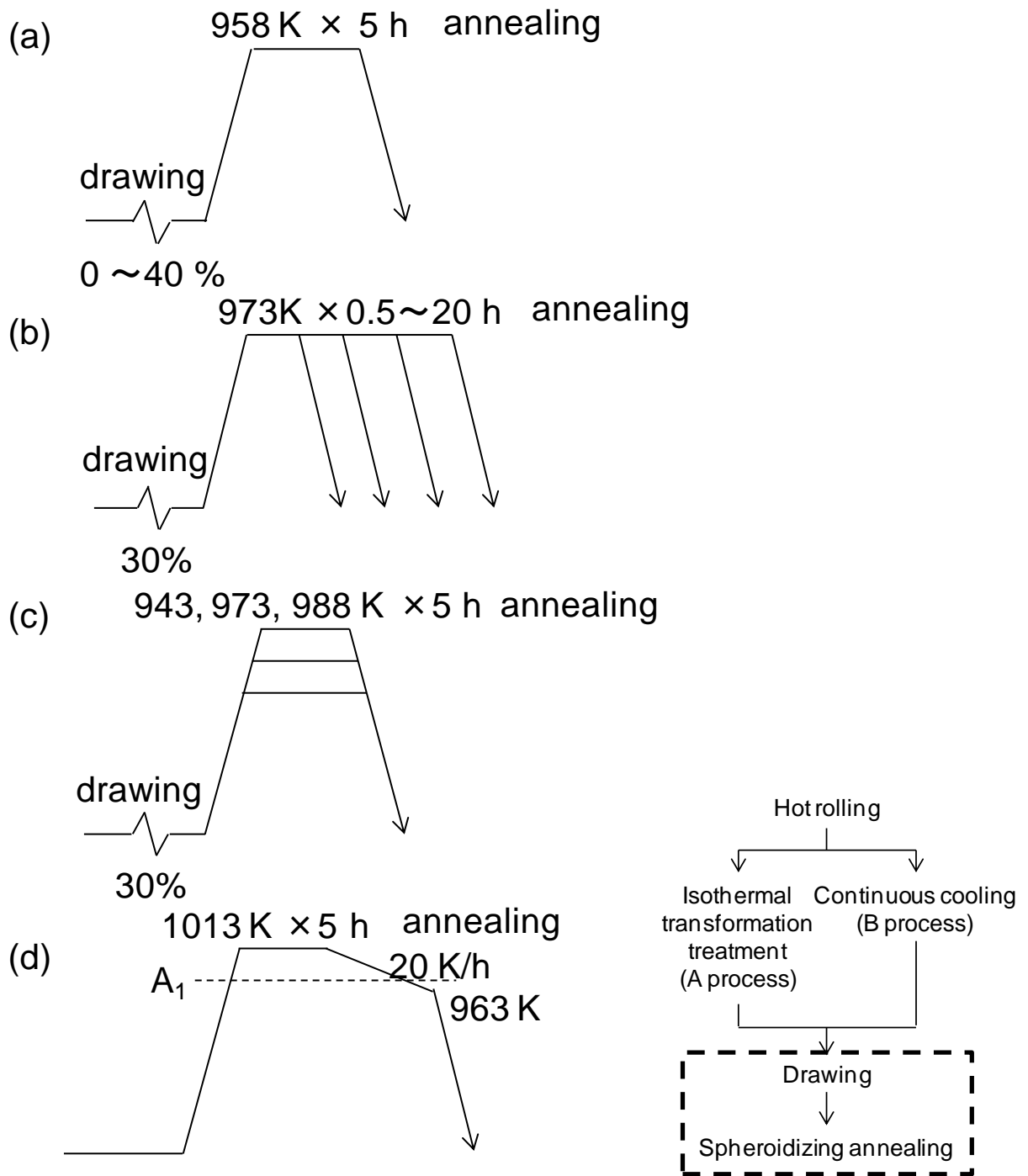


Fig. 2.2 Schematic diagrams of thermo-mechanical processes employed for spheroidized annealing with changing drawing ratio, time and temperature.

Corresponding part is indicated by broken line in the entire flow chart of the present thermo-mechanical processes.

2.2.3 組織観察と機械的特性の調査

線材の長手方向に垂直な断面を機械研磨後、5%ピクリン酸+95%エタノール溶液(ピクラール)で腐食し、走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscopy: SEM)を用いて、組織観察を行った。また、SA 処理後のフェライト粒径は、電子線後方散乱回折法(Electron Back Scatter Diffraction: EBSD)を用いて測定した。フェライト粒径は方位差が 15° 以上の境界と定義した。フェライト粒径の測定例として、Fig. 2.3 に、43C-A を 30%伸線加工後に 973K で 5h の SA 処理した試料を、EBSD を用いて測定した結晶粒マップを示す。粒界で囲まれた領域と等しい面積をもつ円の直径をフェライト粒径とし、その平均値を平均フェライト粒径とした。SA 処理後のセメンタイトサイズと面積率は倍率 5000 倍の SEM 写真を用い、それらの 2 値化画像から求めた。セメンタイトサイズは、セメンタイトの面積と等しい面積をもつ円の直径とし、その平均値を平均セメンタイトサイズとした。なお、直径 0.1 μ m 未満のものは、ノイズとの区別が困難なため除外した。分散粒子の体積率は面積率と等しいことから¹⁶⁾、上述の 2 値化画像から求めたセメンタイトの面積率をセメンタイトの体積率とした。倍率 1000 倍の SEM 写真を用い、それらの 2 値化画像から、SA 処理前のフェライト面積率を求めた。SA 処理前のパーライト組織のラメラ間隔は、倍率 10000 倍の SEM 写真を用い、各視野での最小の層間隔を求め、それらの間隔の平均値とした。SA 処理後の平均セメンタイト間隔 λ は、Fig. 2.4 に示すように、すべり面がセメンタイトを切断する時、セメンタイトの中心間距離 l_s と、すべり面上のセメンタイトサイズ d_s を用いて、(2.1)式で表わされる^{17, 18)}。

$$\lambda = 1.25\bar{l}_s - \bar{d}_s \cdot \cdot \cdot \cdot \cdot (2.1)$$

サイズ分布をもった球状セメンタイトがランダムに分散すると仮定すると、平均セメンタイト間隔は、体積率 f とサイズ d_p を用いて、(2.2)式から算出される^{17, 18)}。

$$\lambda = \left(1.25 \sqrt{\frac{\pi \bar{d}_p^3}{6f \bar{d}_p}} \right) - \frac{\pi \bar{d}_p^2}{4 \bar{d}_p} \cdot \cdot \cdot \cdot \cdot (2.2)$$

SEM 写真は、全ての測定で 15 視野撮影し、算出に用いた。引張試験は、インストロン型万能試験機を用いて、標点間距離を 100mm、クロスヘッド速度を 10mm/min として、室温大気中にて、各条件でそれぞれ 3 本の測定を行い、その平均値から降伏強度(上降伏点)と断面収縮率(絞り)を求めた。

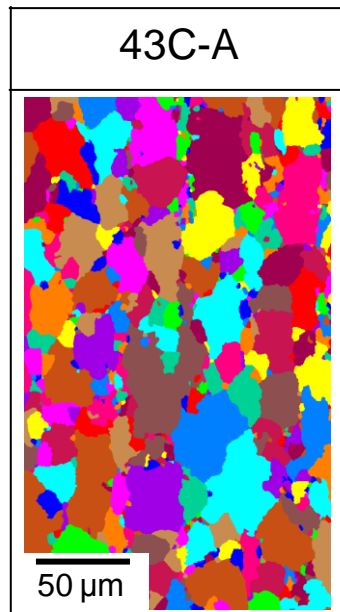


Fig. 2.3 OIM image showing ferrite grain of 43C-A obtained by 30% drawing followed by spheroidizing annealing at 958K for 5 h.

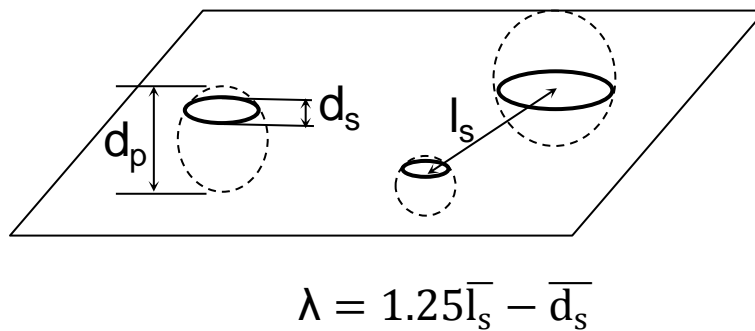


Fig. 2.4 Schematic diagram showing the average cementite spacing. Mean particle spacing λ is can be derived by using particle spacing l_s and apparent diameter of particle on slip plane d_s ¹⁷.

2.3 実験結果

2.3.1 熱間圧延後の組織と機械的特性

43C-A と 43C-B の組織を Fig. 2.5 に示す。A プロセスで作製された 43C-A (Figs. 2.5(a), (c))では、フェライト面積率が著しく低減した組織となった。一方、B プロセスで作製された 43C-B (Figs. 2.5(b), (d))では、典型的なフェライト/パーライト混合組織となった。43C-A、43C-B のフェライト面積率は、それぞれ 7%、31%であり、パーライト組織のラメラ間隔は、それぞれ 150 nm、230 nm であった。熱間圧延後に熔融塩槽への浸漬(Fig. 2.1, A プロセス)を行うことで、Figs. 2.5(a), (c)に示したラメラ間隔が小さなパーライトを主体とした組織（以下、パーライト鋼と称す）が得られた。一方、熱間圧延後に連続冷却することで、Figs. 2.5(b), (d)に示したラメラ間隔が広いパーライト組織を含むフェライト/パーライト混合組織（以下、フェライト/パーライト鋼と称す）が得られた。

43C-A と 43C-B の引張試験を行い、得られた降伏強度と断面収縮率の結果を Fig. 2.6 に示す。43C-A(パーライト鋼)の降伏強度と断面収縮率は、いずれも 43C-B(フェライト/パーライト鋼)より高かった。

2.3.2 球状化焼鈍後の機械的特性

SA 処理後、引張試験を行った。Fig. 2.7 に 30%伸線加工後に 973K で 5h の SA 処理した 43C-A と 43C-B の真応力-真ひずみ曲線を一例として示す。いずれも明瞭な降伏とその後の加工硬化を示す曲線となった。本実験では、熱間圧延後の冷却プロセス、伸線減面率、SA 処理時間、SA 処理温度に関わらず、全ての試料で明瞭な降伏とその後の加工硬化を示す曲線が得られた。鋼の降伏強度と組織因子(フェライト粒径、セメンタイト間隔)の関係については、従来から多くの報告がある²⁻⁴⁾。本研究では、これらの従来報告との関連を明らかにするため、強度の評価指標に降伏強度を用いた。一方、冷間鍛造での変形抵抗は、塑性変形後の加工硬化の影響も受けるため、加工硬化も含んだ指標である引張強度で整理することがより好ましいが、本研究の引張試験から得られた降伏強度と引張強度の比は、すべての試料で同等であったため、降伏強度を用いて変形抵抗を評価した。

0~40%伸線加工後に 958K で 5h の SA 処理(Fig. 2.2(a))した試料の引張試験を行い、伸線減面率と降伏強度、断面収縮率の関係をまとめて Fig. 2.8 に示す。43C-A、43C-B ともに SA 処理前に 30%の伸線加工を施すと、伸線加工をしない場合より降伏強度が低下し、断面収縮率が向上した。さらに伸線加工の有無に関わらず、SA 処理後の 43C-A の断面収

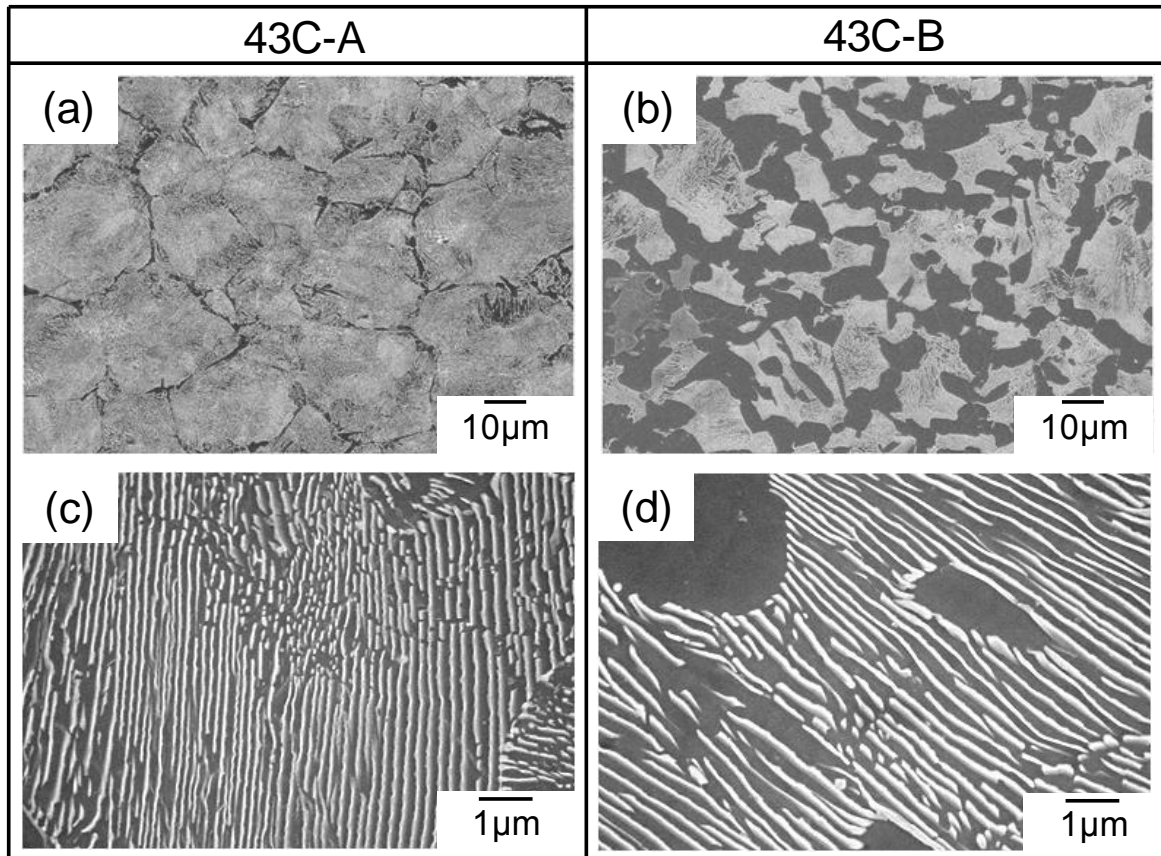


Fig. 2.5 SEM images showing microstructures prepared by different cooling processes after hot rolling; (a) pearlite microstructure of 43C-A prepared by isothermal transformation treatment (A process), (b) ferrite-pearlite microstructure of 43C-B prepared by continuous cooling (B process), (c) magnified image of (a), (d) magnified image of (b).

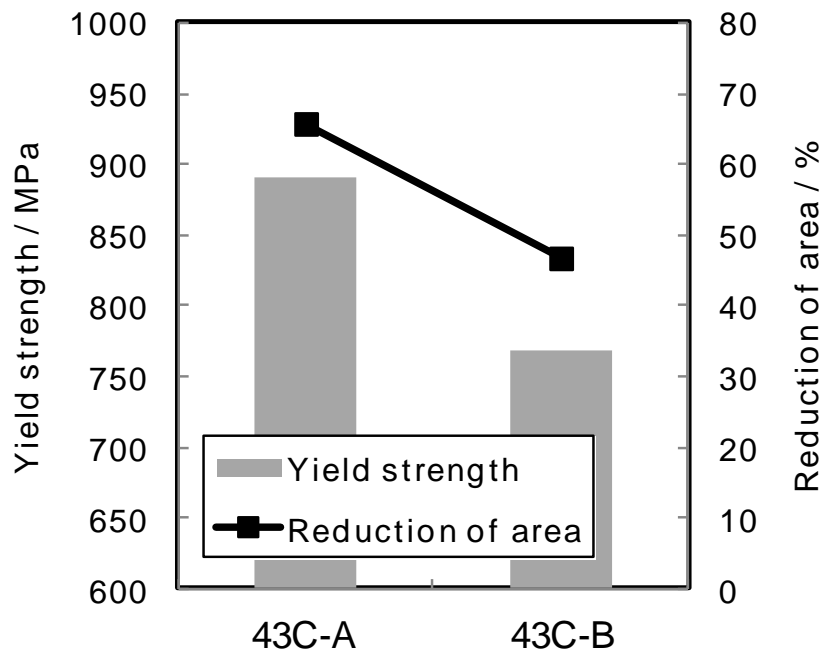


Fig. 2.6 Mechanical properties of 43C-A and 43C-B before annealing.

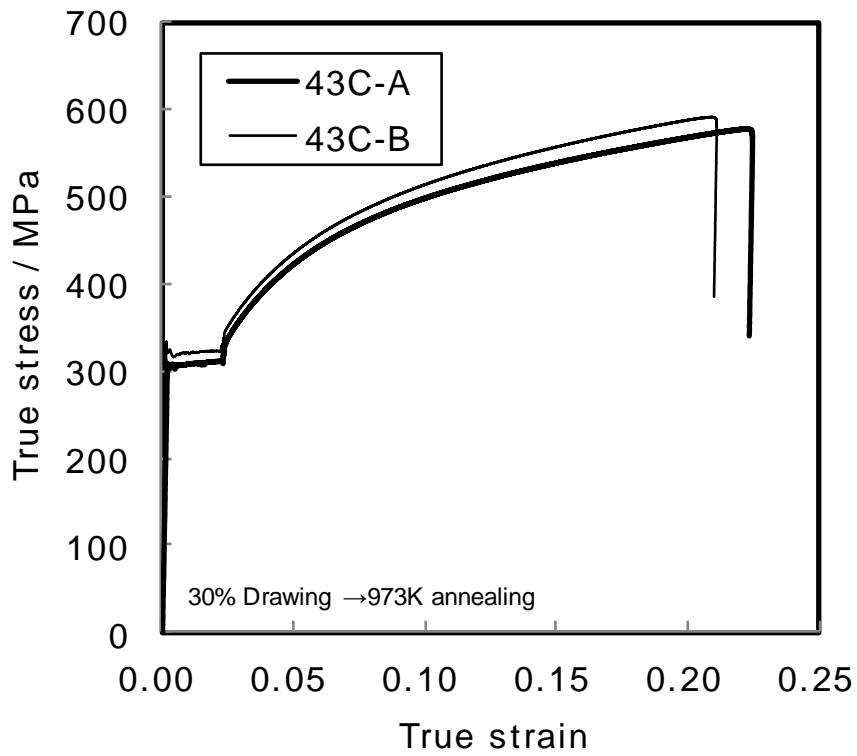


Fig. 2.7 Typical true stress vs. true strain curves of 43C-A and 43C-B samples processed by 30% drawing and spheroidizing annealing at 973K for 5 h.

縮率は 43C-B より高かった。

30%伸線加工後に 973K で 0.5~20h の SA 処理(Fig. 2.2(b))した試料の引張試験を行い、SA 処理時間と降伏強度、断面収縮率の関係を Fig. 2.9 に示す。SA 処理時間の増加にともなって、43C-A と 43C-B の降伏強度が低下した。SA 処理時間が 3h 以下では、43C-A の降伏強度は 43C-B より高いが、5h 以上になると 43C-A の降伏強度は 43C-B より低くなった(Fig. 2.9(a))。また、SA 処理時間によらず 43C-A の断面収縮率は 43C-B より高かった。

30%伸線加工後に、943K~988K で 5h の SA 処理(Fig. 2.2(c))し、引張試験を行った。得られた SA 処理温度と降伏強度、断面収縮率の関係を Fig. 2.10 に示す。SA 処理温度の上昇にともなって、43C-A と 43C-B の降伏強度は低下した。958K 以下で SA 処理した 43C-A の降伏強度は 43C-B より高いが、958K を超えると、逆に 43C-A の降伏強度は 43C-B より低くなった(Fig. 2.10(a))。一方、断面収縮率は SA 処理温度によらず、ほぼ一定の値となり、43C-A の断面収縮率は 43C-B より高かった(Fig. 2.10(b))。すなわち、958K を超えた SA 処理温度では、43C-A(パーライト鋼)の降伏強度は 43C-B(フェライト/パーライト鋼)よりも低く、かつ断面収縮率は 43C-B より高かった。

より粗大なセメンタイトを得るため、1013K で 5h 保持した後、963K まで 20K/h で冷却した(Fig. 2.2(d))試料を作製し、引張試験を行った。得られた降伏強度と断面収縮率を Fig. 2.11 に示す。このプロセスの場合、43C-A と 43C-B の降伏強度と断面収縮率はそれぞれ約 320MPa、約 65%で同等であった。

2.3.3 球状化焼鈍後の組織

Fig. 2.12 に、i) 伸線加工を行わずに 958K で 5h の SA 処理した後の組織、ii) 30%伸線加工後に 958K で 5h の SA 処理した後の組織を示す。伸線加工を行わない場合、43C-A(Fig. 2.12(a))は 43C-B(Fig. 2.12(c))に比べて、より均一に分布した球状セメンタイトを含む組織であった。43C-B(Fig. 2.12(c))は、球状セメンタイトとラメラ状パーライトが偏在した組織であった。一方、30%伸線加工後に SA 処理すると、パーライトの球状化は促進された。43C-A(Fig. 2.12(b))では 43C-B(Fig. 2.12(d))と比べ、球状セメンタイトがより均一に分布した組織となった。43C-B(Fig. 2.12(d))では、一部に偏在した球状セメンタイトが観察された。これは、SA 処理前にフェライトであった部分にはセメンタイトが存在できないこ

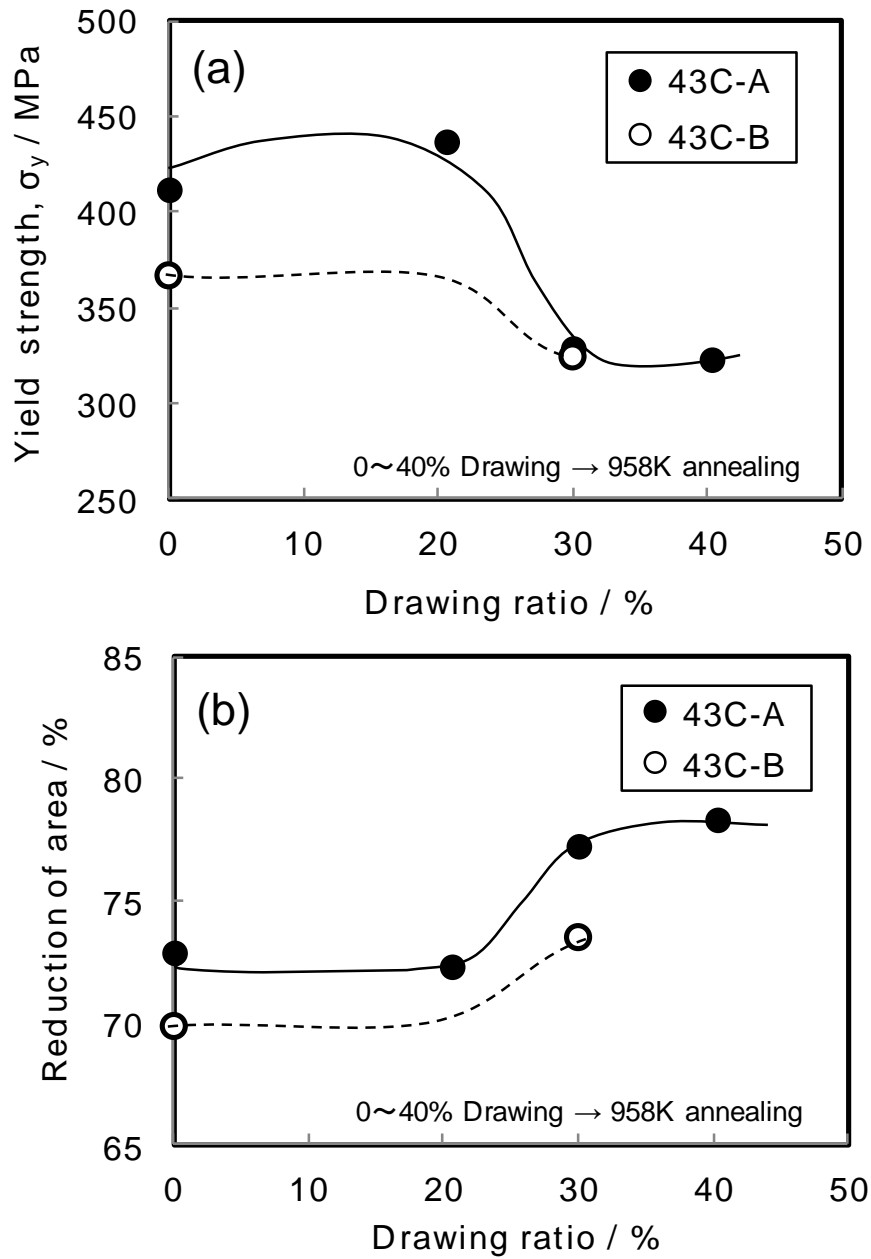


Fig. 2.8 Effect of drawing ratio on (a) yield strength and (b) reduction of area of 43C-A and 43C-B samples after spheroidizing annealing at 958 K for 5 h.

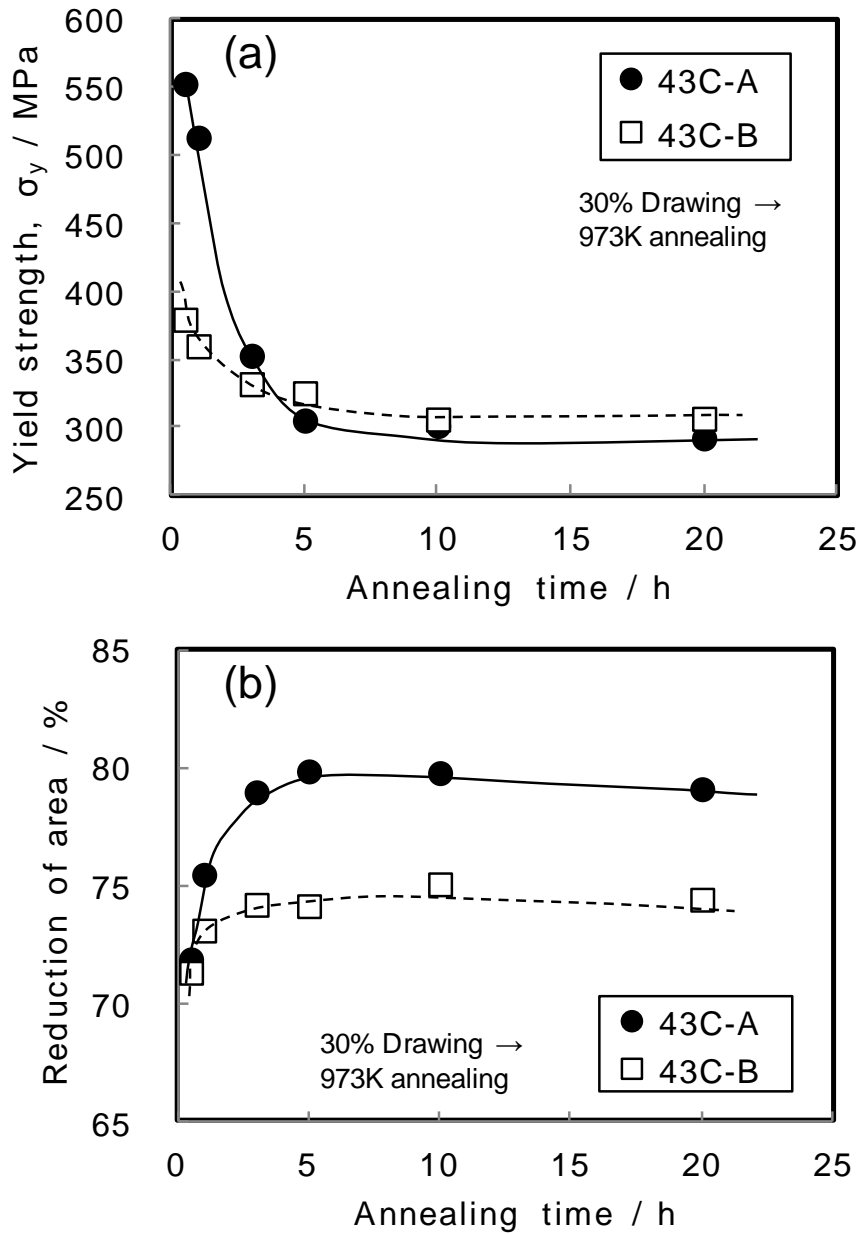


Fig. 2.9 Effect of annealing time on (a) yield strength and (b) reduction of area of 43C-A and 43C-B samples after spheroidizing annealing at 973 K.

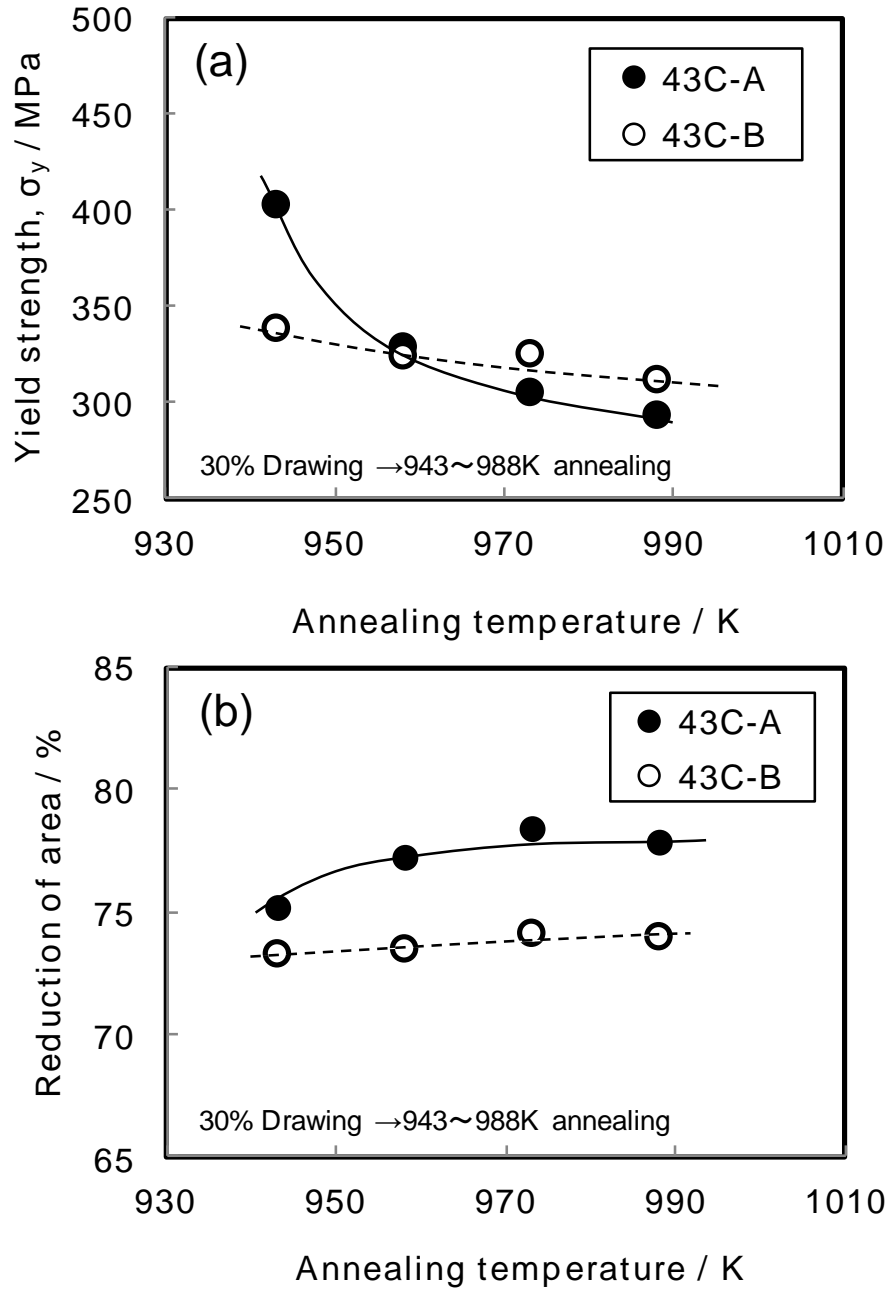


Fig. 2.10 Effect of annealing temperature on (a) yield strength and (b) reduction of area of 43C-A and 43C-B samples after spheroidizing annealing for 5 h.

とによる。

Fig. 2.13 に、43C-A を 20%、および 40%で伸線加工後に 958K で 5h の SA 処理した後の組織を示す。伸線減面率が高くなると、セメンタイトサイズが大きくなった。

Fig. 2.14 に、30%伸線加工後に 973K で 0.5h、1h、3h の SA 処理した後の組織を示す。SA 処理時間が増加すると、セメンタイトが球状化し、サイズも大きくなった。0.5h の SA 処理した 43C-A(Fig. 2.14(a))は球状セメンタイトがほぼ均一に分布した組織であった。一方、43C-B(Fig. 2.14(d))では球状セメンタイトの他にラメラ状パーライトも認められた。したがって、パーライト鋼は、フェライト/パーライト鋼より短時間で球状化した。

30%伸線加工後に、943K 及び 988K で 5h の SA 処理によって得られた組織を Fig. 2.15 に示す。SA 処理温度が高くなると、セメンタイトサイズが大きくなった。一方、43C-A(パーライト鋼)のセメンタイト分布は 43C-B(フェライト/パーライト鋼)より均一であった。

粗大なセメンタイトを得るために 1013K で 5h 保持した後、963K まで 20K/h で冷却(Fig. 2.2 (d))した後の組織を Fig. 2.16 に示す。43C-A 及び 43C-B の平均セメンタイトサイズは、それぞれ 0.86 μm 、0.83 μm であった。

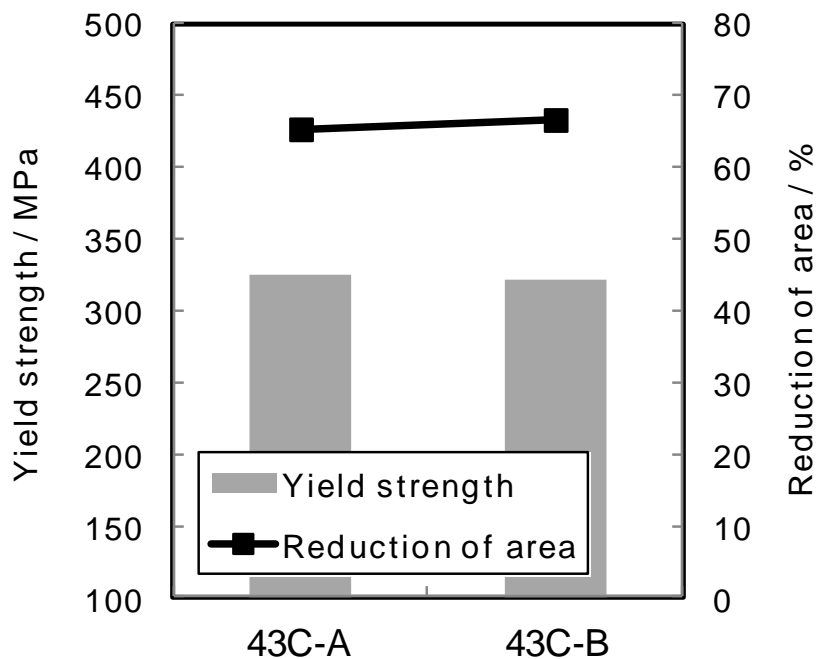


Fig. 2.11 Mechanical properties obtained by tensile tests of 43C-A and 43C-B samples after spheroidizing annealing at 1013K for 5 h followed by cooling at 20K/h.

2.3.4 組織因子に及ぼす球状化焼鈍前の伸線減面率の影響

0~40%伸線加工後、958Kで5hのSA処理によって得られた平均フェライト粒径、平均セメンタイトサイズと伸線減面率との関係をFig. 2.17に示す。SA処理後のフェライト粒径は、30%以上の伸線加工によって増大した(Fig. 2.17(a))。伸線加工しない場合と30%の伸線加工を施した場合の平均フェライト粒径を比較すると、43C-Aでは12.6 μm から20.2 μm に、43C-Bでは12.4 μm から17.3 μm に増大し、43C-Aのフェライト粒の粗大化がより顕著であった。同様に、平均セメンタイトサイズを比較すると、43C-Aでは0.29 μm から0.40 μm 、43C-Bでは0.40 μm から0.50 μm にそれぞれ増大したが(Fig. 2.17(b))、伸線加工の有無に関わらず43C-Aの平均セメンタイトサイズは43C-Bより小さかった。すなわち、SA処理前に30%以上の伸線加工をした場合には、伸線加工しない場合と比較して、43C-A(パーライト鋼)と43C-B(フェライト/パーライト鋼)の平均フェライト粒径、平均セメンタイトサイズはいずれも増大した。

2.3.5 組織因子に及ぼす球状化焼鈍温度の影響

30%伸線加工後に943K~988Kで5hのSA処理によって得られた組織から、平均フェライト粒径、平均セメンタイトサイズを求め、SA処理温度との関係としてまとめた結果をFig. 2.18に示す。SA処理温度の上昇にともなって、平均フェライト粒径は増大した。43C-Aの平均フェライト粒径の増大は、43C-Bより顕著であった(Fig. 2.18(a))。この結果、943KのSA処理では、43C-Aと43C-Bの平均フェライト粒径はほぼ同等だが、958Kを超えると43C-Aの平均フェライト粒径は43C-Bより大きくなった。平均セメンタイトサイズは、いずれもSA処理温度の上昇にともなって大きくなったが、各SA処理温度において、43C-Aの平均セメンタイトサイズは43C-Bより小さかった(Fig. 2.18(b))。すなわち、SA処理温度が958Kを超えると43C-A(パーライト鋼)の粒成長が顕著となり、平均フェライト粒径は43C-B(フェライト/パーライト鋼)よりも大きくなった。後で検討するが、これはセメンタイトサイズや、その分布状態と密接に関係していると考えられる。

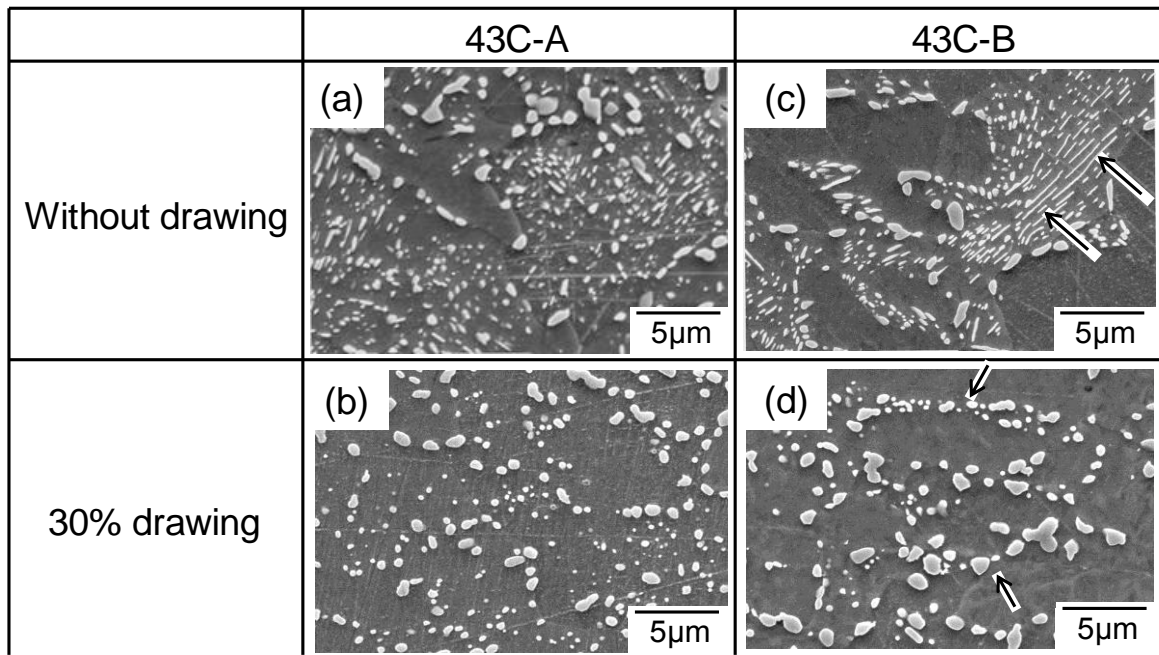


Fig. 2.12 SEM images showing microstructures after spheroidizing annealing at 958K for 5h of (a) 43C-A without drawing, (b) 43C-A with 30% drawing, (c) 43C-B without drawing and (d) 43C-B with 30% drawing. Arrow marks indicate (c) lamellar pearlite and (d) segregated distribution of cementite particles, respectively.

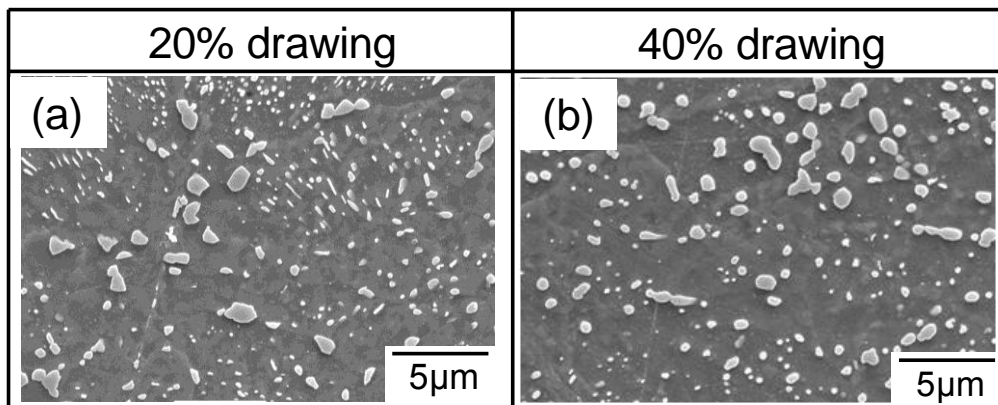


Fig. 2.13 SEM images showing microstructures after spheroidizing annealing at 958K for 5h of (a) 43C-A with 20% drawing, (b) 43C-A with 40% drawing.

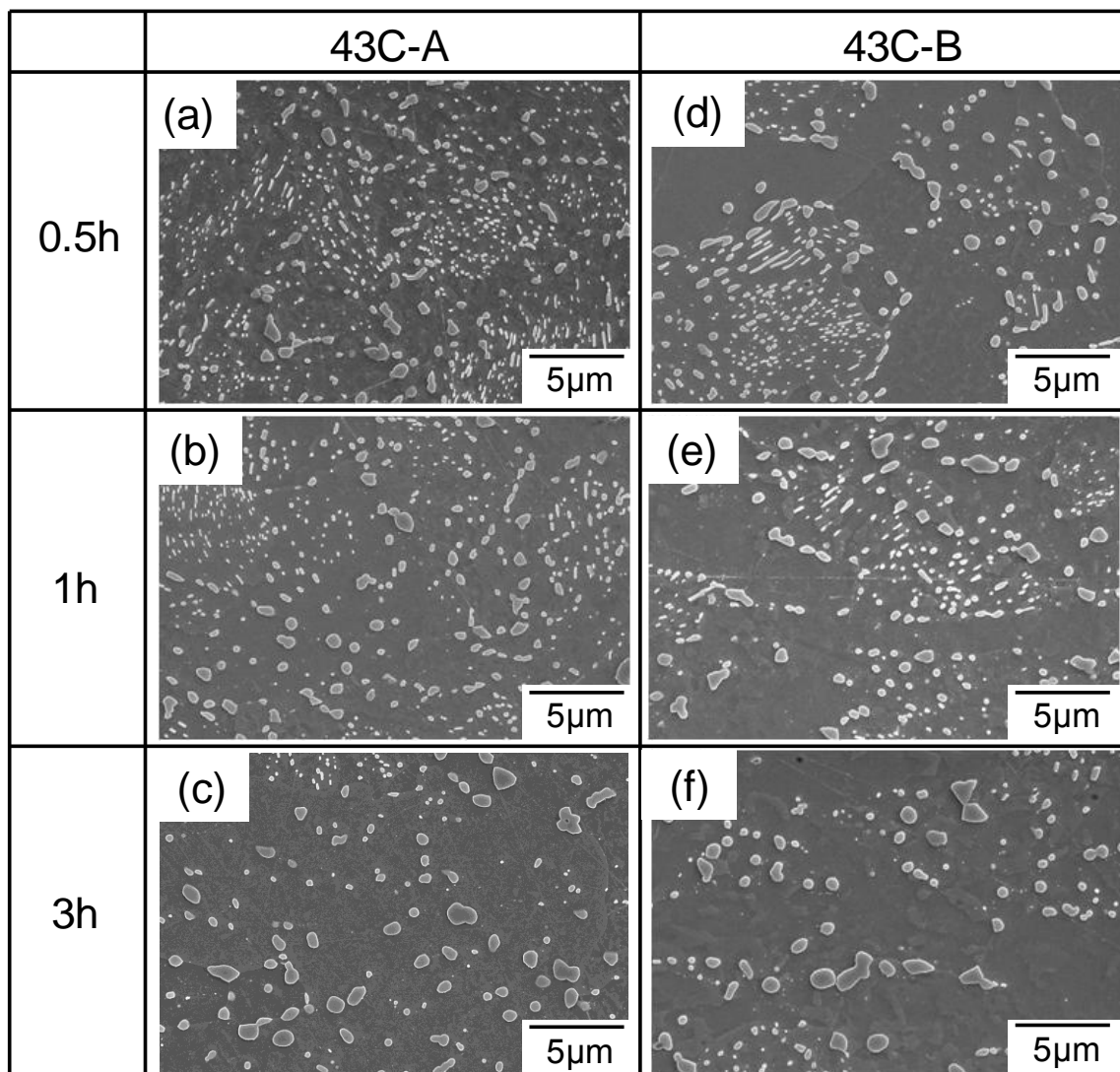


Fig. 2.14 SEM images showing microstructures after spheroidizing annealing (SA); (a) 43C-A obtained by 30% drawing followed by SA at 973K for 0.5 h, (b) 43C-A obtained by 30% drawing followed by SA at 973K for 1 h, (c) 43C-A obtained by 30% drawing followed by SA at 973K for 3 h, (d) 43C-B obtained by 30% drawing followed by SA at 973K for 0.5 h, (e) 43C-B obtained by 30% drawing followed by SA at 973K for 1 h, (f) 43C-B obtained by 30% drawing followed by SA at 973K for 3 h.

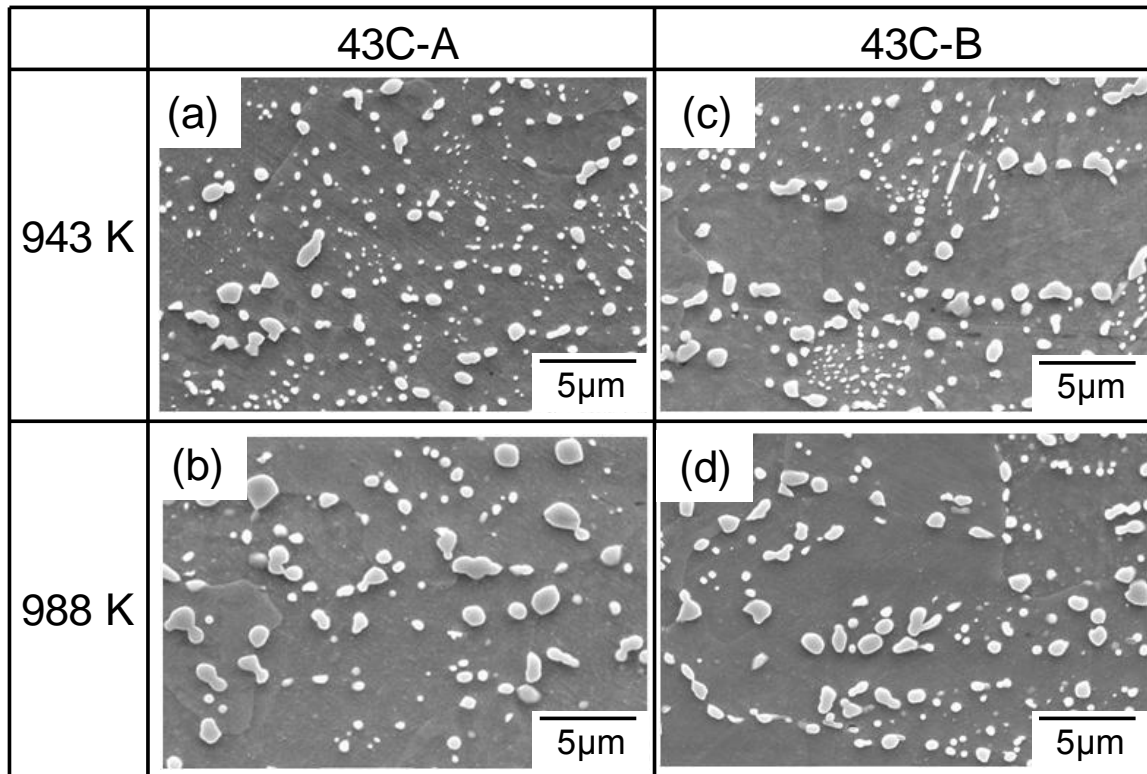


Fig. 2.15 SEM images showing microstructures after 30% drawing followed by spheroidizing annealing (SA); (a) 43C-A obtained by SA at 943K for 5 h, (b) 43C-A obtained by SA at 988K for 5 h, (c) 43C-B obtained by SA at 943K for 5 h, (d) 43C-B obtained by SA at 988K for 5 h.

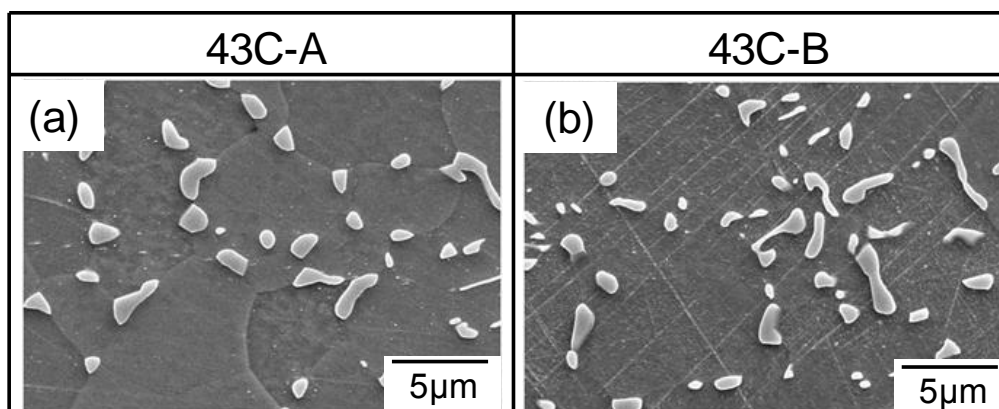


Fig. 2.16 SEM images showing microstructures after spheroidizing annealing (SA); (a) 43C-A and (b) 43C-B prepared by SA at 1013K for 5 h followed by cooling 20K/h.

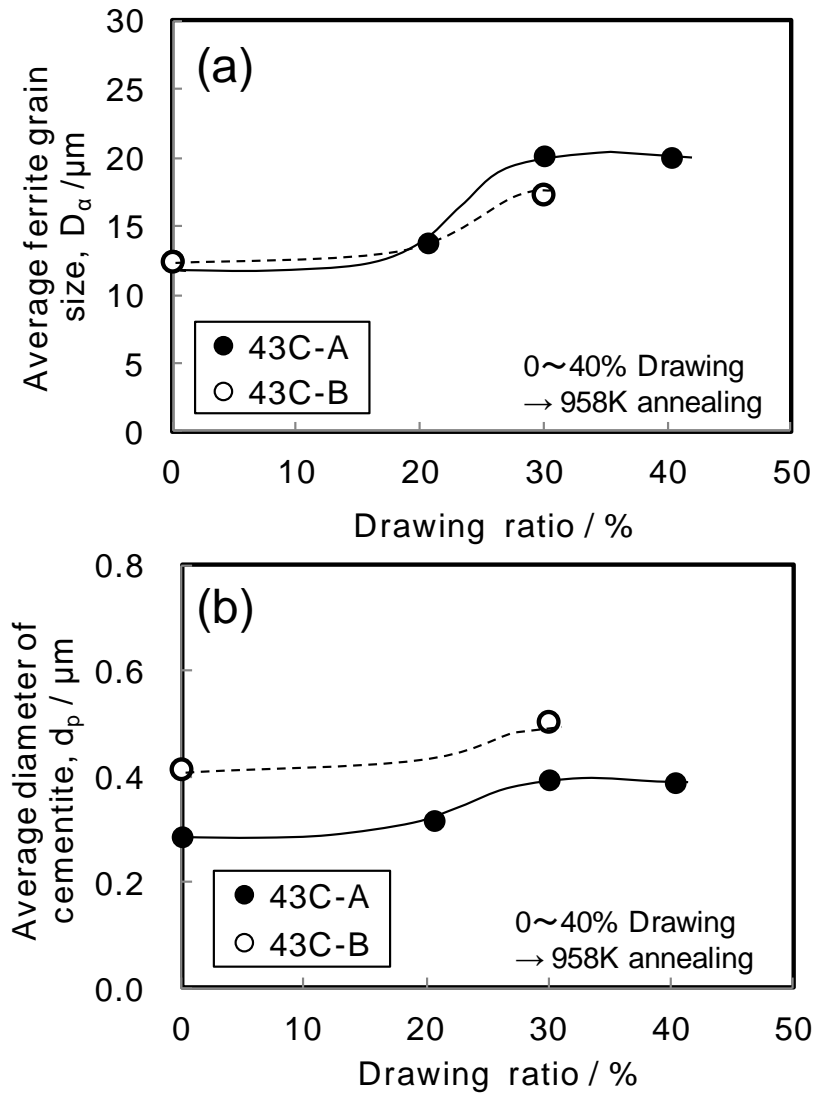


Fig. 2.17 Effect of drawing ratio on microstructures evolved after spheroidizing annealing at 958 K for 5 h. Relationships between drawing ratio and (a) average ferrite grain size, (b) average diameter of cementite.

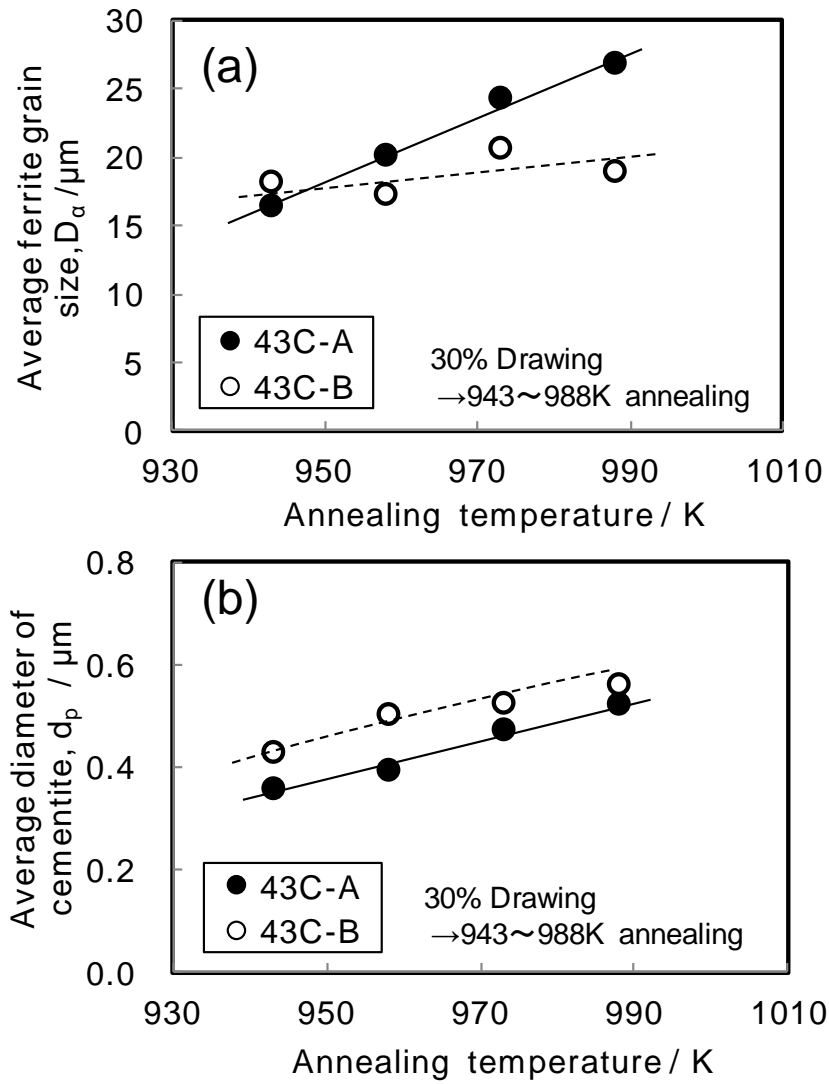


Fig. 2.18 Effect of spheroidizing annealing temperature on microstructures. Relationships between annealing temperature and (a) average ferrite grain size, (b) average diameter of cementite.

2.4 考察

熱間圧延後の異なる冷却プロセスで作製した中炭素鋼(43C-A, 43C-B)を用いて、SA 処理後の機械的特性について調査した。その結果、降伏強度や断面収縮率(絞り)は、SA 処理前の組織(Fig. 2.5)や伸線減面率(Fig. 2.8)、及び SA 処理温度(Fig. 2.10)の影響を受けることが明らかとなった。同時に、これら伸線減面率や SA 処理温度の違いが、平均フェライト粒径(Figs. 2.17(a), 2.18(a))や平均セメンタイトサイズ(Figs. 2.17(b), 2.18(b))といった組織因子を変化させることが明らかとなった。以下では、SA 処理後の降伏強度と断面収縮率に及ぼす組織因子の影響について詳細に検討した。さらに、パーライト鋼とフェライト/パーライト鋼の SA 処理による軟質化機構についても検討した。

2.4.1 球状化焼鈍後の降伏強度に及ぼす組織因子の影響

パーライト鋼とフェライト/パーライト鋼を SA 処理すると、フェライト中に球状セメンタイトが分散した組織となることが知られている。フェライト中に球状セメンタイトが分散した鋼の降伏強度は、フェライト粒径^{2,3)}、セメンタイト間隔³⁾、あるいはその両方の影響を受ける⁴⁾ことが報告されている。Hall-Petch 則で知られるように、降伏強度はフェライト粒径の $-1/2$ 乗に比例する¹⁹⁾。また、分散粒子を含む場合、降伏強度は、Orowan 型モデルに従うとセメンタイト間隔の -1 乗に¹⁸⁾、転位のパイルアップモデルに従うとセメンタイト間隔の $-1/2$ 乗に²⁰⁾それぞれ比例することが知られている。

本実験で得られた降伏強度と平均フェライト粒径、平均セメンタイト間隔の関係を Fig. 2. 19 に示す。なお、Fig. 2.19 には、降伏強度と平均フェライト粒径、平均セメンタイト間隔を測定した全てのデータ(Figs. 2(a), (c), (d)、43C-A:8 点、43C-B:6 点)をプロットした。

平均フェライト粒径、あるいは平均セメンタイト間隔の増大にともなって降伏強度が低下していることがわかる。Taleff et al. は、炭素含有量 1.5~1.8%の過共析鋼のパーライト組織、および球状セメンタイトが分散したフェライト組織の機械的特性を調査し、降伏強度 σ_y (MPa)は、平均フェライト粒径 D_a (μm)と平均セメンタイト間隔 λ (μm)を用いて、以下の式で表わされると報告した⁴⁾。

$$\sigma_y = \sigma_0 + 460 D_a^{-1/2} + 145 \lambda^{-1/2} \dots \dots \dots (2.3)$$

ここで、 σ_0 は降伏強度に対する平均フェライト粒径や平均セメンタイト間隔以外の寄与からなる実験定数の項である。そして実測した降伏強度、平均フェライト粒径、平均セメンタイト間隔を用いて、 $\lambda^{-1/2}$ に対して $\sigma_y - 460 D_a^{-1/2}$ をプロットして、その切片から σ_0

の値を 20~330MPa と報告した⁴⁾。同様の手法で本研究での σ_0 を求めたところ、112MPa を得た。Taleff et al. の降伏強度の測定値と計算値をまとめた図⁴⁾に、本研究の値を重ねてプロットした結果を Fig. 2.20 に示す。なお、Fig. 2.20 には、Fig. 2.19 に示した全てのデータ(43C-A:8 点、43C-B:6 点)をプロットした。本研究の結果は、Taleff et al. の示す直線に乗り、彼らの報告と一致した。すなわち、SA 処理した中炭素鋼においても、従来の知見通り⁴⁾、降伏強度は平均フェライト粒径と平均セメンタイト間隔で整理できることが確認された。

2.4.2 球状化焼鈍後の断面収縮率(絞り)に及ぼす組織因子の影響

SA 処理後の断面収縮率と各種組織因子(平均フェライト粒径、平均セメンタイトサイズ)の関係をまとめた結果を Fig. 2.21 に示す。なお、Fig. 2.21 には、断面収縮率、平均フェライト粒径、平均セメンタイトサイズを測定した全てのデータ(Figs. 2(a), (c), (d)、43C-A:8 点、43C-B:6 点)をプロットした。平均フェライト粒径が約 13 μm 以上では、断面収縮率に及ぼす平均フェライト粒径の影響は小さいが、13 μm 未満になると、断面収縮率が大きく減少した(Fig. 2.21(a))。従来、炭素量 0.2%以下の鋼では、Fig. 2.22 に示すように、フェライト粒径の減少にともなって、断面収縮率が高くなることが知られている⁵⁾。しかし、Fig. 2.21(a)の結果は、従来知見と全く異なる傾向を示しており、断面収縮率に大きな影響を与える他の因子の存在を示唆する。

一方、平均セメンタイトサイズと断面収縮率の関係を Fig. 2.21(b)に示す。断面収縮率はフェライト粒径の影響を受けるため、平均フェライト粒径 D_f で層別して示した。平均フェライト粒径が同等のものを比較すると、平均セメンタイトサイズの増大にともなって断面収縮率が小さくなり、従来知見^{8,12,13)}と異なる結果となった。鋼が延性破壊に至る素過程では、セメンタイトサイズが大きい程、小さな塑性ひずみでボイドが発生する²⁴⁾。実際、引張試験後の破断部近傍を SEM にて観察したところ、粗大セメンタイト/フェライト界面に優先的にボイドが生成していた(Fig. 2.23)。これは、粗大セメンタイト周囲での応力集中のためと考えられる。以上の結果(Figs.2.21(a), (b))から、中炭素鋼における SA 処理後の断面収縮率は、平均フェライト粒径の他、平均セメンタイトサイズの影響も受けると考えられる。

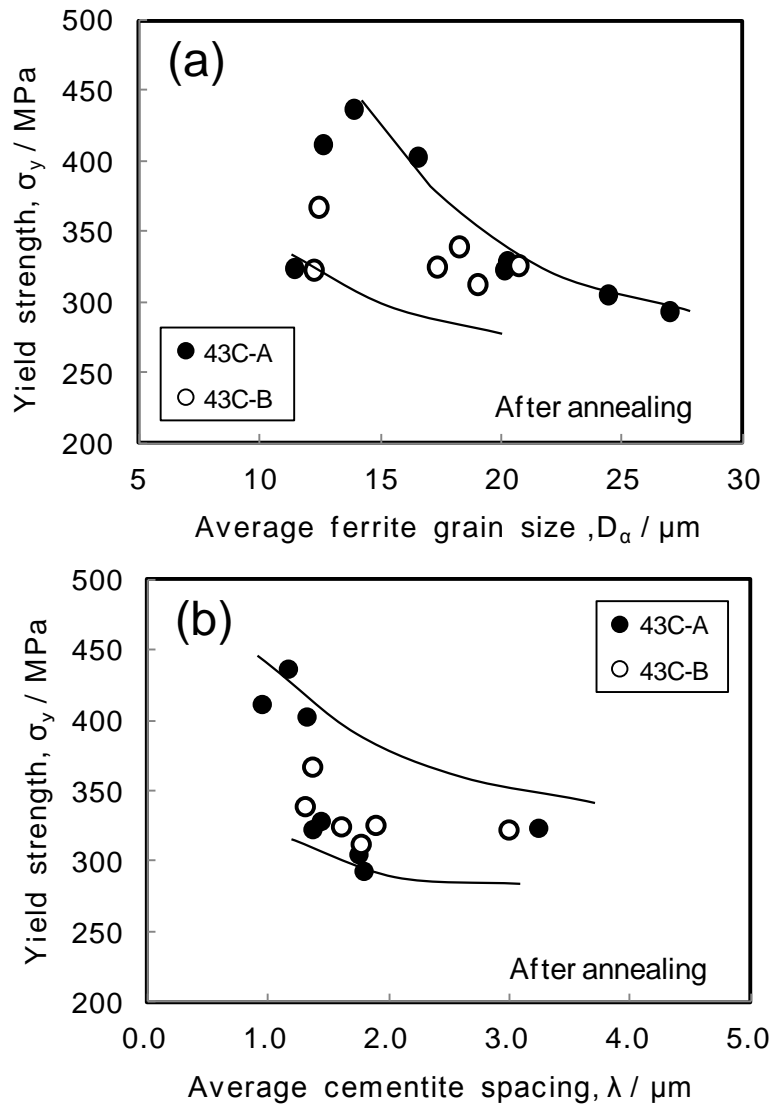


Fig. 2.19 Effect of microstructural factors on yield strength after spheroidizing annealing. Relationships between yield strength and (a) average ferrite grain size, (b) average cementite spacing.

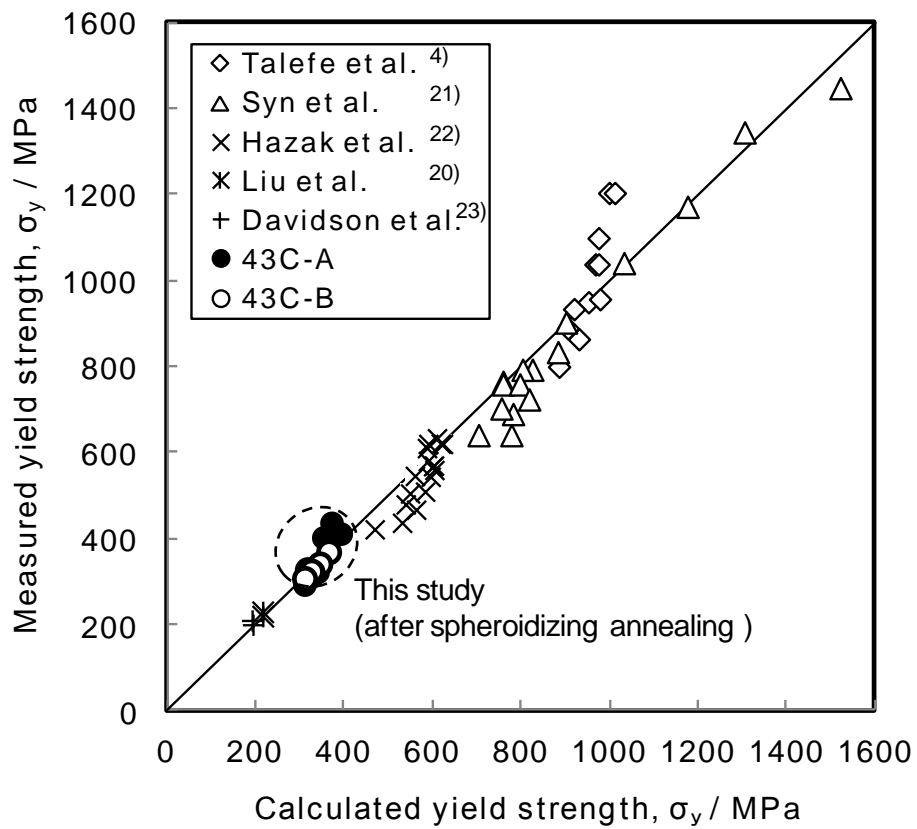


Fig. 2.20 Comparison of measured and calculated yield strengths. Calculated yield strength was obtained by using equation of $\sigma_y = \sigma_0 + 460D_\alpha^{-1/2} + 145\lambda^{-1/2}$ where σ_0 , D_α and λ are experimental constant, average ferritic grain size and average cementite spacing⁴⁾.

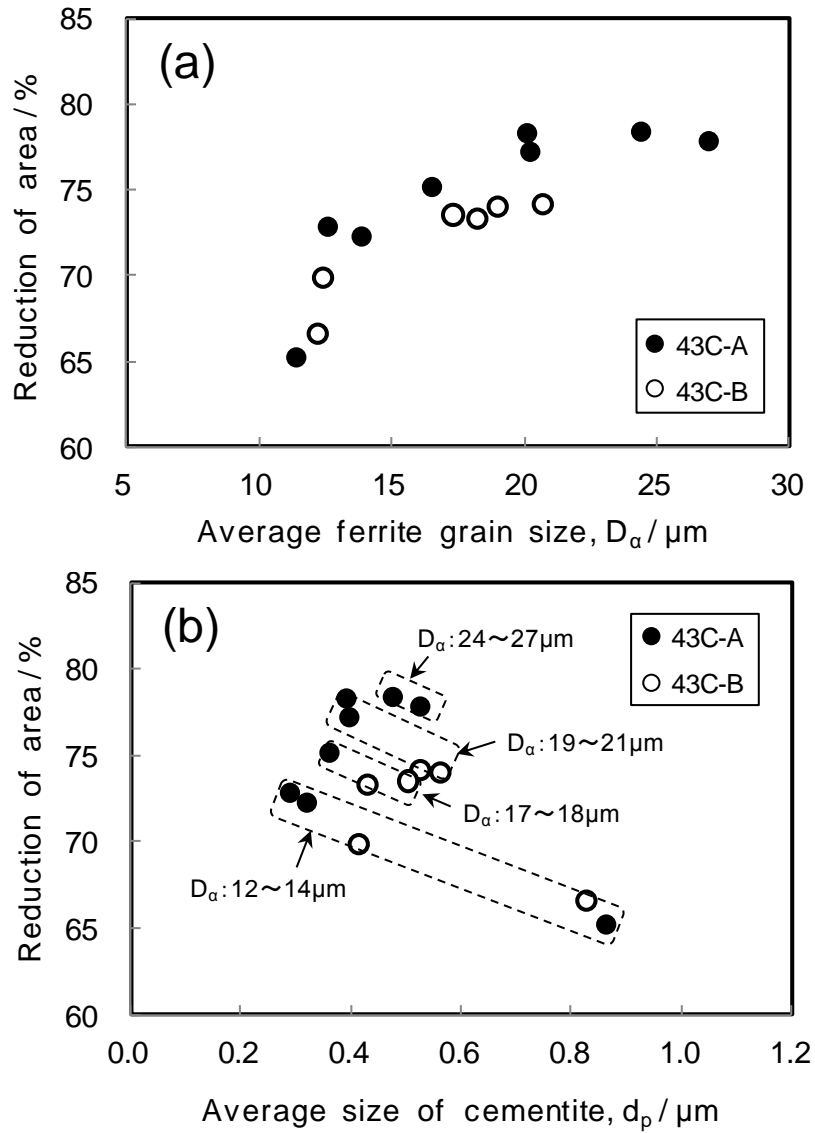


Fig. 2.21 Effects of microstructural factors on reduction of area after spheroidizing annealing. Changes in reduction of area as a function of (a) average ferrite grain size, (b) average size of cementite.

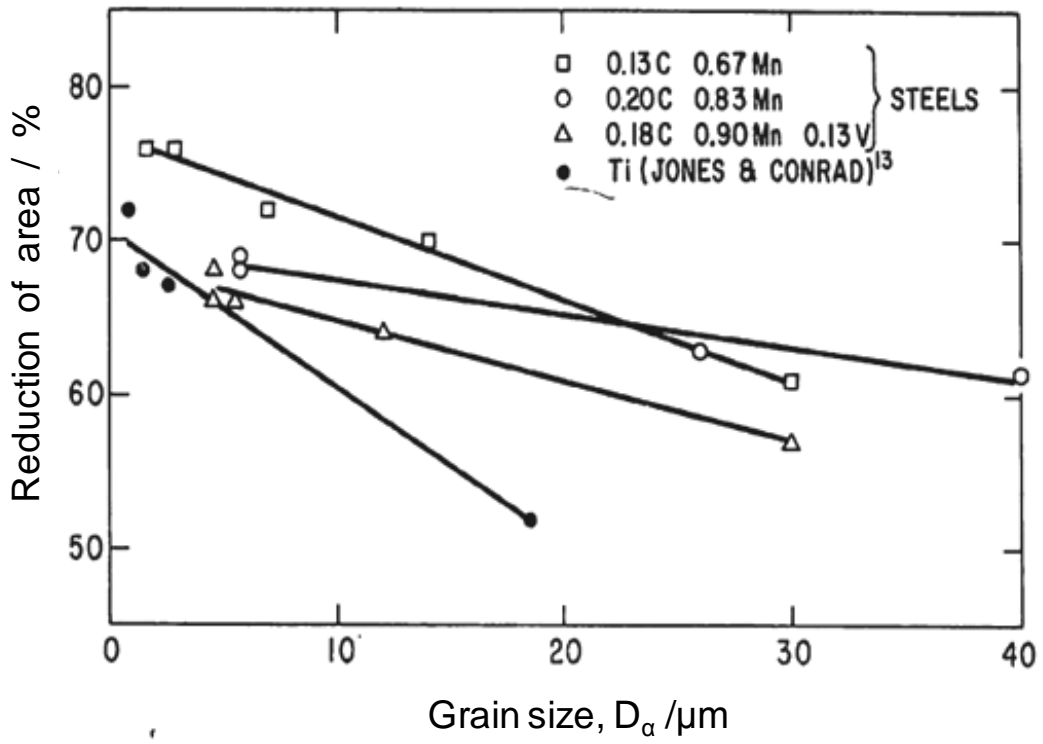


Fig. 2.22 Effect of grain size on reduction of area⁵⁾.

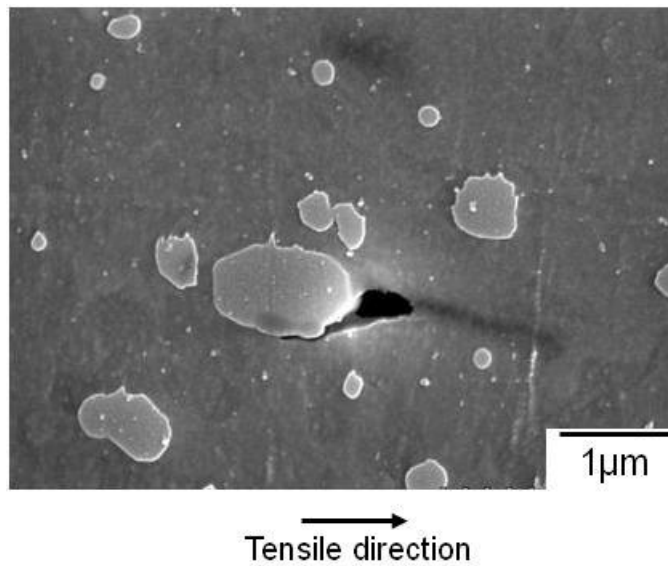


Fig. 2.23 Initiated crack at coarse cementite particle/ferrite interface.

2.4.3 球状化焼鈍後の組織に及ぼす伸線加工の影響

本研究の結果、伸線加工した微細パーライト組織の鋼は、フェライト/パーライト組織の鋼より短時間でセメンタイトが球状化した(Fig. 2.14)。球状化焼鈍前に伸線加工を行うと、セメンタイトの球状化が促進することが報告されている^{25, 26)}。梅本らは、微細パーライト組織の鋼を伸線加工すると、パーライト中のラメラ状セメンタイトが、すべり変形、湾曲、分断することを報告した²⁷⁾。これらの変形は、ラメラセメンタイトの厚みが小さくなると、より容易になると推察される。従って、微細パーライト組織を有する 43C-A では、43C-B よりセメンタイトの変形と分断が起りやすいと判断できる。神武らは、変形したラメラセメンタイトの球状化速度を Phase Field 法により算出し、分断されたラメラセメンタイトは短時間で球状化することを報告した²⁸⁾。このため、ラメラ間隔がより微細なパーライト組織によって構成された 43C-A では、伸線時のセメンタイトの分断や変形が増加したことで、セメンタイトの球状化が促進されたと推察される。

2.4.4 パーライト鋼とフェライト/パーライト鋼の球状化焼鈍による軟質化機構

伸線加工後に SA 処理した 43C-A(パーライト鋼)の降伏強度は、SA 処理温度の上昇とともに急激に低下し、SA 処理温度が 958K を超えると、43C-B(フェライト/パーライト鋼)より低くなった(Fig. 2.10(a))。この結果は、パーライト鋼とフェライト/パーライト鋼の降伏強度と組織の関係、あるいは、SA 処理での組織の形成挙動が異なることを示唆する。ここで、パーライト鋼、フェライト/パーライト鋼の降伏強度は、いずれも、Fig. 2.20 に示したように、(2.3)式で表わされた。したがって、パーライト鋼とフェライト/パーライト鋼の組織の形成挙動に差異があると推察できる。SA 処理温度が 958K を超えると、パーライト鋼の平均フェライト粒径は、フェライト/パーライト鋼より大きくなり(Fig. 2.18(a))、平均セメンタイトサイズは小さくなった(Fig. 2.18(b))。

第二相粒子を含む結晶粒径は、析出物のサイズや体積率の影響を受ける。析出物がランダムに分布する場合、結晶粒半径 R は、以下の Zener 式で表わされる²⁹⁾。

$$R = \frac{4r}{3f} \cdot \cdot \cdot \cdot (2.4)$$

ここで r は析出物の半径、 f は析出物の体積率である。SA 処理後の 43C-A と 43C-B のセメンタイト体積率は、ともに 11%で同等であった。また、30%伸線加工後、958K で SA 処理したときの 43C-A と 43C-B の平均セメンタイトサイズは、それぞれ 0.40 μ m、0.50

μm であった(Fig. 2.18(b))。つまり、セメンタイト体積率が一定であるにも関わらず、平均セメンタイトサイズが小さい43C-Aの平均フェライト粒径は43C-Bより大きくなった。つまり、(2.4)式では、本研究で観察された平均フェライト粒径の違いを説明できない。

43C-Aのセメンタイトの分布(Figs. 2.12(a), (b))は、43C-B(Figs. 2.12(c), (d))より均一であった。このため、セメンタイトの分布状態の違いによって、SA処理後の平均フェライト粒径の差を説明することが可能かどうかを検討した。析出物が結晶粒界に偏在する場合のZener式の補正式が提案されている³⁰⁻³²⁾。Doherty et al. は粒界に偏在する析出物の比率 Φ を用いて、結晶粒半径 R は、以下の式で表わされることを報告した³²⁾。

$$R = \frac{2}{\Phi^{1/2}} \frac{r}{f^{1/2}} \cdots \cdots (2.5)$$

(2.4)式、(2.5)式ともに、SA処理後の結晶粒半径は、析出物の半径に比例することを示している。SA処理後のセメンタイト半径 r とフェライト粒半径の測定結果をFig. 2.24にまとめた。なお、Fig. 2.24では、 A_1 点以下の温度にてSA処理(Figs. 2.2(a), (c))した結果のみ(43C-A: 7点、43C-B: 5点)をプロットした。43C-A、43C-Bともフェライト粒半径はセメンタイト半径に対して、ほぼ比例関係が認められた。また、セメンタイトサイズが同じ場合、43C-Bのフェライト粒半径は43C-Aのそれより小さく、フェライト粒の成長が抑制されていることがわかる。43C-Aと43C-Bのフェライト粒半径をそれぞれ R_A 、 R_B とすると、セメンタイト半径 r との間に以下の関係式を得た。

$$R_A = 48 r \cdots \cdots (2.6)$$

$$R_B = 35 r \cdots \cdots (2.7)$$

これより、セメンタイトサイズが同一の場合、43C-Aと43C-Bのフェライト粒半径の比(R_A/R_B)は1.4となった。

一方、43C-Aと43C-Bのフェライト粒半径が(2.5)式で表わされると仮定し、フェライト粒界に偏在するセメンタイトの比率(以下偏在率と称す)をそれぞれ Φ_A 、 Φ_B とすると、フェライト粒半径の比(R_A/R_B)は、以下の式で表わされる。

$$(R_A/R_B) = (\Phi_B/\Phi_A)^{1/2} \cdots \cdots (2.8)$$

Figs. 2.12(b), (d)より、30%伸線加工後、958Kで5hのSA処理した組織の、偏在率を実測すると Φ_A は0.30、 Φ_B は0.44であり、43C-Aのフェライト粒界へのセメンタイトの偏在は、43C-Bより小さかった。これらの値を(2.8)式に代入すると、(R_A/R_B)は1.2となった。この値は、フェライト粒半径の実測値から得られた1.4と概ね一致した。すなわち、セメ

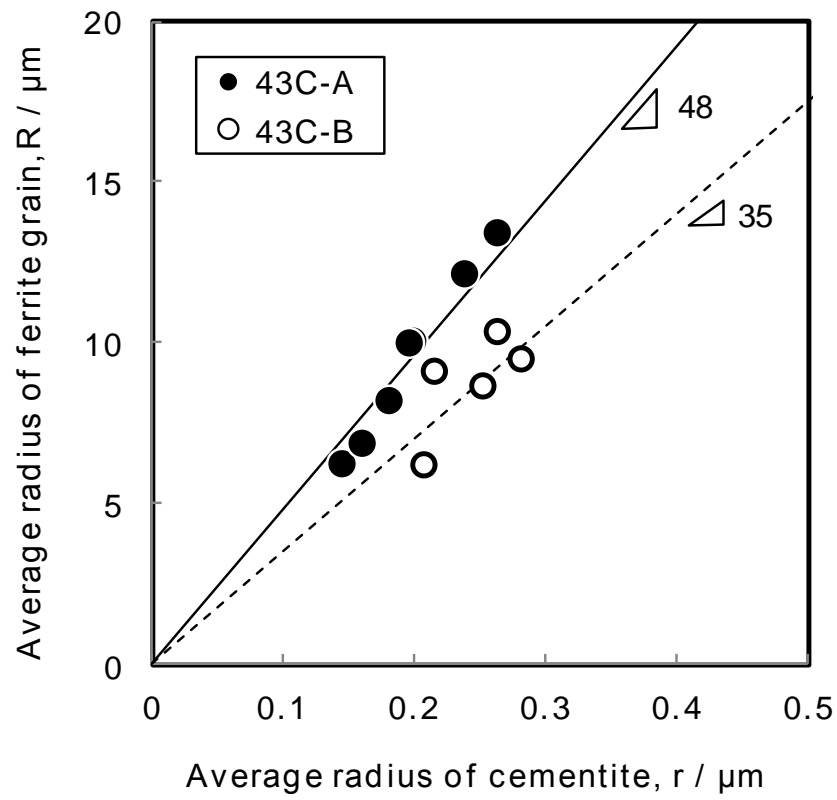


Fig. 2.24 Relationship between average radius of ferrite grain and average radius of cementite particle after spheroidizing annealing.

セメンタイトのサイズとフェライト粒半径から求めたフェライト粒半径の比(R_A/R_B)は、セメンタイトの分布から求めたフェライト粒半径の比とほぼ一致した。このようにセメンタイトの分布状態の差異を考慮することで、SA 処理後の 43C-A と 43C-B の平均フェライト粒径の違いを定性的に説明することができる。したがって、SA 処理後の 43C-B の平均セメンタイトサイズは 43C-A より大きい(Fig. 2.18(b))ものの、セメンタイトがフェライト粒界に偏在しているため、ピンニング効果により粒成長が効果的に抑制され、平均フェライト粒径が小さくなったと理解できる。以上の考察より、43C-A の平均フェライト粒径は 43C-B のそれより大きくなり、その結果、降伏強度が低くなったと考えられる。

2.5 結論

炭素量 0.43%の中炭素パーライト鋼とフェライト/パーライト鋼を用いて、球状化焼鈍(spheroidizing annealing: 以下 SA と称す)処理後の組織と機械的特性を調査し、以下の知見を得た。

- (1) SA 処理後の降伏強度は、平均セメンタイト間隔、あるいは平均フェライト粒径の増大にともなって、低くなった。中炭素鋼でも、平均セメンタイト間隔と平均フェライト粒径を用いて、降伏強度を整理できた。
- (2) SA 処理後の断面収縮率(絞り)は、平均セメンタイトサイズの増大とともに低下した。平均フェライト粒径 $10\sim 30\mu\text{m}$ 、平均セメンタイトサイズ $0.3\sim 0.9\mu\text{m}$ の中炭素鋼の断面収縮率は、フェライト粒径よりも平均セメンタイトサイズの影響が大きい。
- (3) パーライト鋼、フェライト/パーライト鋼のいずれでも、SA 処理前に 30%以上の伸線加工を行うことで、SA 処理後にラメラ状パーライトが抑制され、セメンタイトの球状化が促進した。その結果、降伏強度が低くなり、断面収縮率が高くなった。
- (4) パーライト鋼では、フェライト/パーライト鋼より SA 処理後の球状セメンタイトの分散が均一な組織となった。パーライト鋼の SA 処理後の平均セメンタイトサイズは、フェライト/パーライト鋼よりも小さくなり、断面収縮率が高くなった。
- (5) パーライト鋼のラメラ組織は、フェライト/パーライト鋼よりも短時間の SA 処理で消失し、パーライト鋼の球状化時間はフェライト/パーライト鋼よりも短かった。
- (6) 伸線加工した後に SA 処理したパーライト鋼の降伏強度は、SA 処理温度の上昇にともなって急激に低下し、958K を超えるとフェライト/パーライト鋼より降伏強度が低くなった。

- (7) SA 処理後のパーライト鋼とフェライト/パーライト鋼の軟質化挙動は、球状セメンタイトの分布状態の違いから説明することができた。
- (8) SA 処理後の降伏強度を低減し、断面収縮率を向上させるためには、フェライト粒を粗粒とし、セメンタイトサイズを小さくした組織が有効であることが明らかとなった。この組織を得るため、パーライト鋼を、30%以上で伸線加工した後、958～988K で球状化焼鈍を行うことが有効である。

参考文献(第 2 章)

- 1) 中村芳美, 新名英司: 日本機械学会誌, **78** (1975), 1016.
- 2) 土田紀之, 友田陽, 長井寿: 鉄と鋼, **89** (2003), 1170.
- 3) 鈴木雅人: CAMP-ISIJ, **18** (2005), 1373.
- 4) E. M. Taleff, C. K. Syn, D. R. Lesuer and O. D. Sherby: Metall. Mater. Trans. A, **27** (1996), 111.
- 5) W. B. Morrison and R. L. Miller: Proceedings of the 16th Sagamore Army Materials Research Conference, ed. By John J. Burke, Volker Weiss, Syracuse University Press, New York, 1969,183.
- 6) B. I. Edelson and W. M. Baldwin Jr.: Trans. ASM, **55** (1962), 230.
- 7) 東郷敬一郎, 石井仁, 平松聖士, 鈴木直守, 荒木弘安: 日本機械学会論文集. **A59** (1993), 1617.
- 8) 大矢根守哉, 佐藤悌: 材料, **25** (1976), 501.
- 9) 井上毅, 落田義隆, 木下修司: 鉄と鋼, **61** (1975), 808.
- 10) 荒木透: 日本金属学会会報, **16** (1977), 610.
- 11) 鹿磯正人, 金築裕, 勝亦正昭: 鉄と鋼, **84** (1998), 721.
- 12) 福井彰一, 上原紀興: 電気製鋼, **42** (1971), 130.
- 13) 佐藤悌介: 塑性と加工, **16** (1975), 676.
- 14) 福岡家信, 岡栄一: 新日鐵技法, **343** (1992), 5.
- 15) 第 3 版鉄鋼便覧Ⅲ(2), 日本鉄鋼協会編, 丸善, 東京, (1980), 892.
- 16) 佐久間 健人, 西沢 泰二: 日本金属学会会報, **10** (1971), 279.
- 17) 葉英華, 中島英治, 栗下裕明, 後藤正治, 吉永日出男: 日本金属学会誌, **52** (1988), 1246.
- 18) 北浦知之, 飛鷹秀幸, 土山聡宏, 高木節雄: 鉄と鋼, **91** (2005), 796.
- 19) N. J. Petch: Iron Steel Inst., **174** (1953), 25.
- 20) C. T. Liu and J. Gurland: Trans. TMS-AIME, **242** (1968), 1535.
- 21) C. K. Syn, D. R. Lesuer and O. D. Sherby: Metall. Trans. A, **25** (1994), 1481.
- 22) J. M. Hyzak and I. M. Bernstein: Metall. Trans. A, **7** (1976), 1217.
- 23) T. E. Davidson and G. S. Ansell: Trans. ASM, **61** (1968), 242.
- 24) 中村正久, 飯田雅志: 鉄と鋼, **61** (1975), S699.

- 25) 齋藤利生, 村上昇一: 日本金属学会誌, **29** (1965), 995.
- 26) 竹中弘充, 豊島修平, 土田豊: 熱処理, **43** (2003), 425.
- 27) 梅本実, 戸高義一, 土谷浩一, 徳宮良太, 安田友洋: CAMP-ISIJ, **16** (2003), 480.
- 28) 神武孝彦, 澤田英明, 川上和人, 小此木真, 平上大輔: CAMP-ISIJ, **26** (2013), 919.
- 29) C. Zener, quoted by C. S. Smith: Trans. AIME, **175** (1949), 15.
- 30) L. Anand and J. Gurland: Metall. Trans. A, **6** (1975), 928.
- 31) D.J. Srolovitz, M.P. Anderson, P.S. Sahni and G.S. Grest: Acta Metall., **32** (1984), 1429.
- 32) R. D. Doherty, D. J. Srolovitz, A. D. Rollett and M. P. Anderson: Scr. Metall., **21** (1987), 675.

第 3 章 微細炭化物を用いた析出強化

3.1 緒言

鋼中に微細な粒子を分散させることで、鉄鋼材料の強度を高くすることができる。一例として、VC、NbC、TiC や Mo₂C 等の炭化物を微細分散させて高強度化した析出強化鋼が開発されている¹⁻³⁾。機械構造用鋼は、成形時には軟質で加工性に優れ、最終製品では高強度であることが要求される。このため、成形の際には軟質化して、成形後の熱処理で微細な炭化物を分散させて高強度化できれば、加工時の成形性の向上と最終製品での高強度化を両立することができる。中炭素ベイナイト鋼は強度と延性のバランスに優れ、機械部品に広く利用されている⁴⁾。しかし、1.2.3 で述べたように、中炭素ベイナイト鋼の時効処理での析出強化を目的とした研究や開発はあまり行われていなかった。一方で、フェライト組織やマルテンサイト組織の鋼では、V、Nb、Ti の添加により高い析出強化能をもつことが報告されており¹⁻³⁾、さらなる高強度化の可能性が残されていると考えられる。本章では、中炭素鋼に、Nb、Ti、V を単独添加した鋼と、Nb、Ti、V を同時に添加した鋼を用いて、ベイナイト組織における析出強化量を調査した。さらに、Nb、Ti、V の複合炭化物による強化機構を考察し、析出強化量に有効な炭化物組成を検討した。

3.2 実験方法

3.2.1 炭化物組成が異なる鋼の作製

供試鋼の化学組成を Table 3.1 に示す。ベイナイト組織を得るために、Mn と Mo を含有した 0.26 mass% C–1.6 mass% Mn–0.5 mass% Mo 鋼を基準鋼(Base steel)とした。Nb steel, Ti steel, V steel は、Base steel にそれぞれ Nb, Ti, V を添加した化学組成の鋼である。Nb-Ti-V steel は、Base steel に Nb, Ti, V を同時に添加した化学組成の鋼である。各供試鋼は、真空溶解炉にて 15kg 鋼塊を溶製して作製した。その後、鋼塊を 1523K に加熱し、熱間鍛造して、直径 55mm の丸棒に成形した。丸棒試料を用いて、Fig 3.1 に示す熱処理を行った。すなわち、炭化物を固溶させるため、各試料を 1523 K で 30 分の溶体化処理を行って、その後、室温まで空冷した。空冷の際、丸棒の直径の 1/4D の位置の温度を熱電対で測定した 1523 K から 573K までの平均冷却速度は、0.7 K/s であった。その後、丸棒試料を用いて 673K, 773K, 873K, 973 K の各温度で 120 分間の時効処理を行った。な

お、NbC、TiC、VC の各炭化物の溶体化温度は、下記の溶解度積から求められた。各供試鋼の炭化物の溶体化温度を Table 3.2 に示す。

$$\log [V][C] = -10800 / T + 7.18 \text{ } ^5)$$

$$\log [Ti][C] = -10475 / T + 4.92 \text{ } ^5)$$

$$\log [Nb][C] = -6770 / T + 2.26 \text{ } ^6)$$

これらの鋼を用いて、NbC、TiC、VC のような単純組成炭化物の析出強化量と、複合炭化物(Nb,Ti,V)C の析出強化量を定量的に求め、それぞれの析出強化量を比較した。

Table 3.1 Chemical compositions of tested samples in mass%.

	C	Si	Mn	Mo	Ni	Nb	Ti	V	N	Fe
Base steel	0.26	0.69	1.59	0.50	0.35	—	—	—	0.003	Bal.
Nb steel	0.26	0.71	1.59	0.49	0.35	0.019	—	—	0.003	Bal.
Ti steel	0.26	0.70	1.58	0.49	0.35	—	0.039	—	0.003	Bal.
V steel	0.25	0.71	1.58	0.49	0.35	—	—	0.30	0.003	Bal.
Nb-Ti-V steel	0.25	0.71	1.58	0.49	0.35	0.020	0.038	0.31	0.003	Bal.

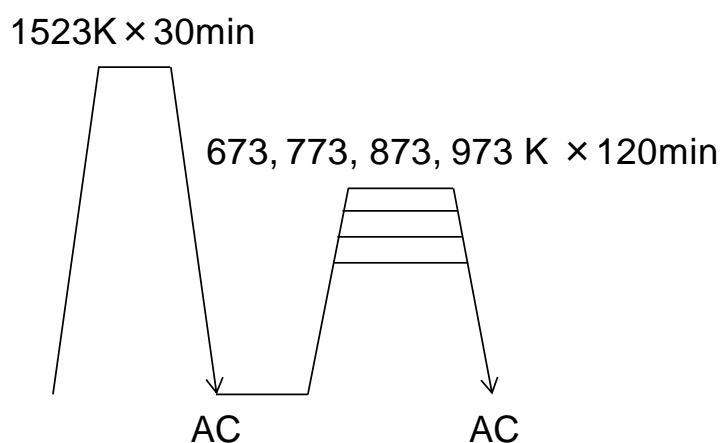


Fig. 3.1 Thermal cycles of aging process. AC indicates air cooling.

Table 3.2 Solution temperatures of carbides in steels.

	Carbide	Solution temperature / K
Base steel	—	—
Nb steel	NbC	1483
Ti steel	TiC	1515
V steel	VC	1211
Nb-Ti-V steel	NbC	1484
	TiC	1509
	VC	1213

3.2.2 組織と硬さの調査

丸棒試料の長手方向に垂直な断面における直径の 1/4 の深さの位置にて、組織観察と硬さ測定を行った。組織観察には、光学顕微鏡と透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscopy: TEM)を用いた。丸棒試料の断面を研磨後、3%硝酸+97%エタノール溶液(ナイター)で腐食し、光学顕微鏡を用いて、組織観察を行った。炭化物の組成、サイズや分布の測定には、エネルギー分散X線分光器(Energy Dispersive x-ray Spectroscopy: EDS)を備えた TEM を用いた。TEM 観察には、丸棒の断面から採取した試料を 60 μm の厚さに機械研磨した後、電解研磨して作製した薄膜試料を用いた。硬さの測定には、ビッカース硬度計を用いた。

3.2.3 ベイナイト変態温度の調査

1523 K で 30 分の溶体化処理後、空冷した丸棒試料の直径の 1/4 の深さの位置より、Fig. 3.2 に示したフォーマスター試験片を採取し、フォーマスター試験機にて Fig. 3.3 に示すように 1523 K に 30 分保持し、その後、0.3K/s、0.7K/s の冷却速度で室温まで冷却し、変態温度を測定した。

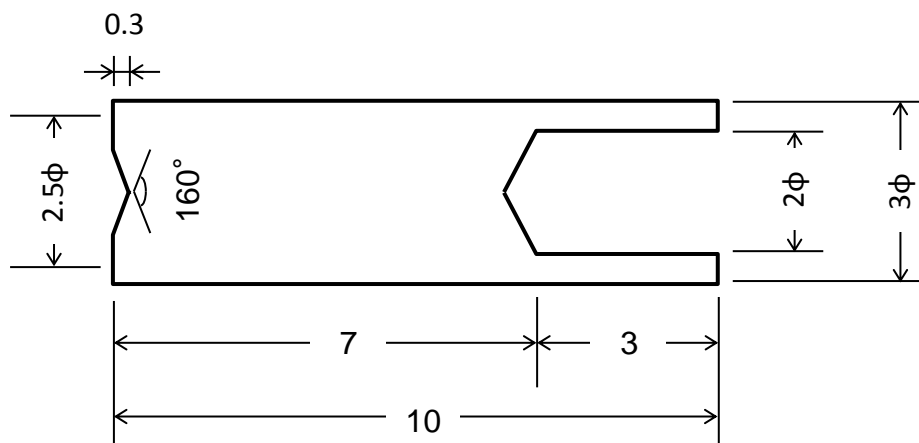


Fig. 3.2 Dimension of formaster specimen.

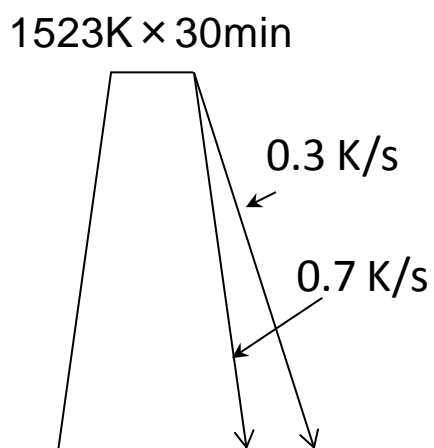


Fig. 3.3 Thermal cycles of heat treatment.

3.3 実験結果

3.3.1 時効処理による硬さの変化

V steel と Nb-Ti-V steel を 1523 K で 30 分の溶体化処理後、室温まで空冷した後の光学顕微鏡写真を Fig. 3.4 に示す。いずれも典型的なベイナイト組織であった。Fig. 3.5 に Nb-Ti-V steel を 1523 K に 30 分間保持後、0.7K/s、および 0.3K/s で冷却したときのベイナイト変態温度と変態時間を示す。本実験での時効処理に用いた直径 55 mm の丸棒の冷却速度に相当する 0.7K/s では、730 K でベイナイト変態が開始し、610 K で終了した。

Fig. 3.6 に各試料の時効処理前の硬さと 873 K で時効処理した後の硬さを示す。Base steel を除き、全ての試料で時効処理後の硬さが高くなった。時効処理後の硬さには、i) 析出強化による硬さの上昇と、ii) 固溶元素の減少による硬さの低下と、iii) 転位下部組織の回復による硬さの低下が含まれる。本研究では、時効処理による析出強化量(以下 ΔH_v と称す)を下記の(3.1)式から求めた。

$$\Delta H_v = (\text{時効処理後の硬さ}) - (\text{時効処理前の硬さ}) \cdots (3.1)$$

Fig. 3.7 に、各試料の ΔH_v と時効処理温度の関係を示す。Base steel、Nb steel、Ti steel での ΔH_v の最大値は約 30 であり、0.019% Nb や 0.039% Ti の単独添加による ΔH_v は小さかった。一方、V steel と Nb-Ti-V steel を 873K で時効処理したときの ΔH_v の値は 40 を超えた。特に、Nb-Ti-V steel を 873 K で時効処理すると、 ΔH_v の値は約 90 となった。この結果より、0.02% Nb-0.04% Ti-0.3% V の複合添加による ΔH_v は、0.019% Nb, 0.039% Ti, 0.3% V の単独添加より著しく高かった。

3.3.2 時効後の析出物の観察

時効処理により高い析出強化が認められた V steel と Nb-Ti-V steel を用いて、TEM による析出物の観察を行った。Fig. 3.8 に 873K で 120 分の時効処理を行った V steel と Nb-Ti-V steel の明視野像と析出物の制限視野電子線回折像を示す。上述したように、873 K で 120 分の時効処理した後の V steel と Nb-Ti-V steel の ΔH_v は、それぞれ 40 と 90 である。Fig. 3.8(a)に示した明視野像より、V を添加した V steel では、直径が約 5 nm の微細析出物が観察された。一方、Nb, Ti, V を複合添加した Nb-Ti-V steel では、V steel よりやや小さいサイズの析出物が観察された(Fig. 3.8(b))。また、Fig. 3.8(c)に示すように析出物の周囲には、ミスフィットひずみによると推定されるコントラストが観察された。

実際、Fig. 3.8 (b)に示すように、析出物とフェライトマトリックスの間のミスフィットによるモアレ干渉縞が観察された。Fig. 3.8 (d)に、マトリックスの[001]方向から得られた制限視野電子線回折像を示す。この制限視野電子線回折像から微細析出物は MC 型炭化物と同定された。また、制限視野電子線回折像より析出物とマトリックスの間には Baker-Nutting⁷⁾に近い結晶方位関係が認められた。EDS による半定量的分析の結果、V steel と Nb-Ti-V steel の炭化物の組成は、それぞれ V 炭化物と Nb, Ti, V の複合炭化物と同定された。また、TEM 観察では、いずれの試料からも Mo₂C は観察されなかった。

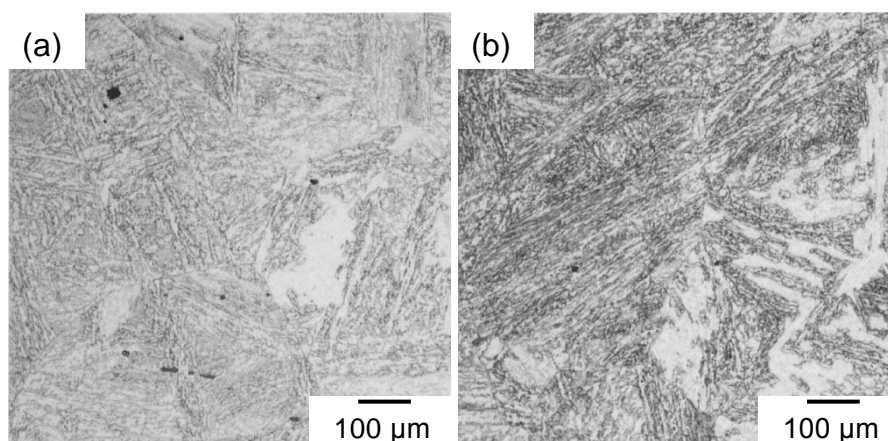


Fig. 3.4 Optical micrographs of (a) V steel and (b) Nb-Ti-V steel after solution treatment at 1523 K for 30 min followed by air cooling.

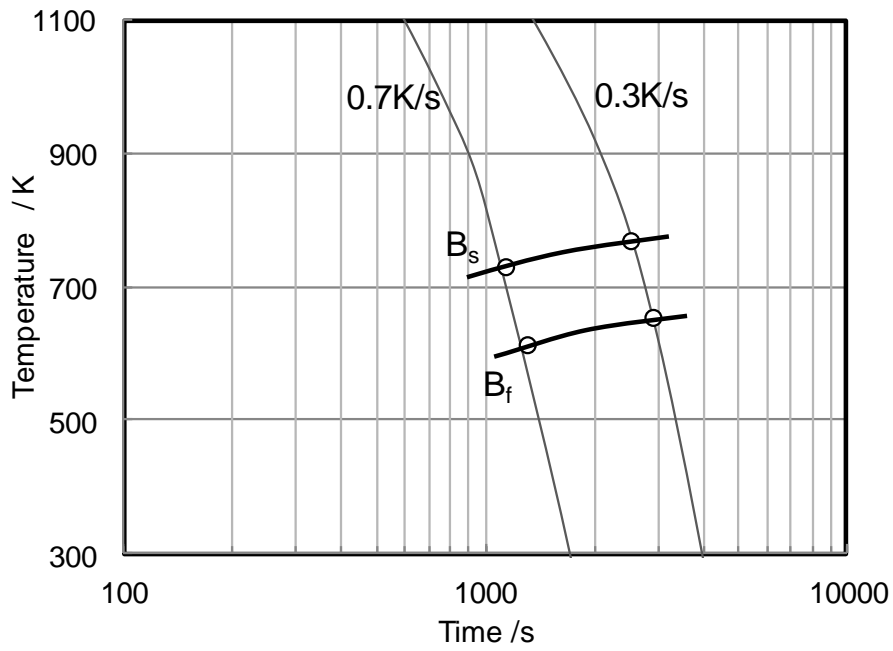


Fig. 3.5 Continuous cooling transformation diagram of Nb-Ti-V steel after solution treatment at 1523 K for 30 min. B_s and B_f are bainite transformation starting and finishing temperature, respectively.

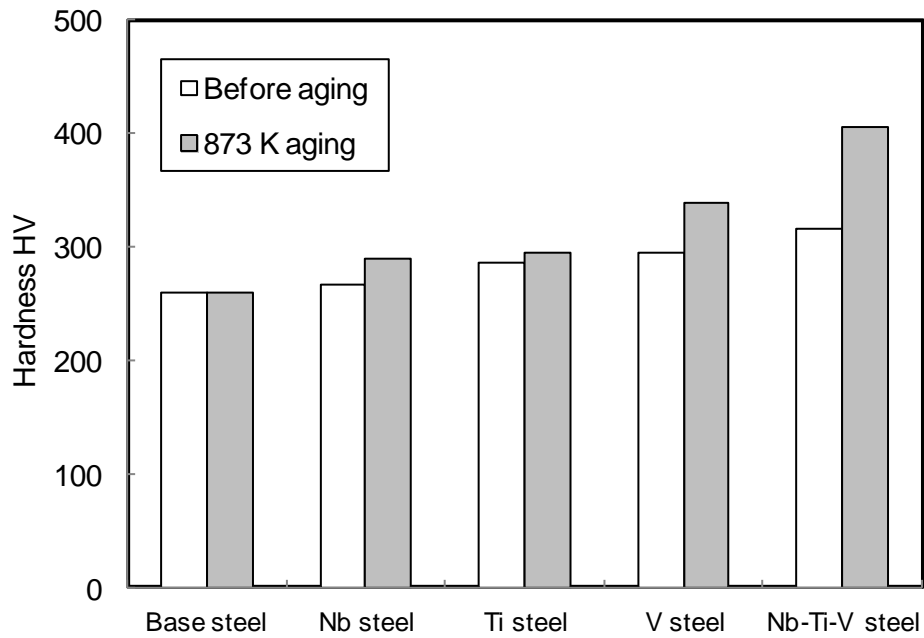


Fig. 3.6 Hardness of steels before and after aging.

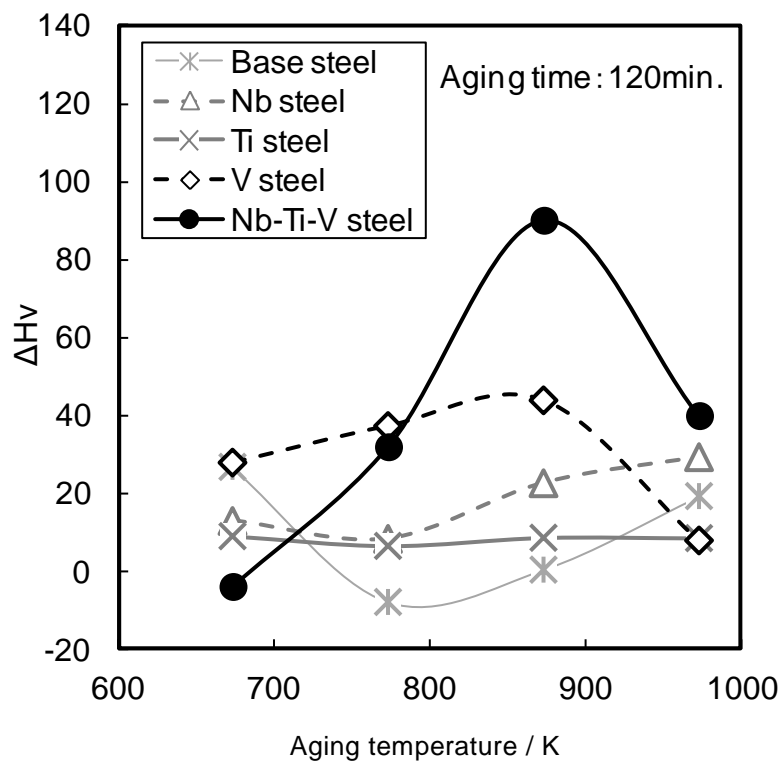


Fig. 3.7 Relationship between measured amount of precipitation hardening and aging temperature.

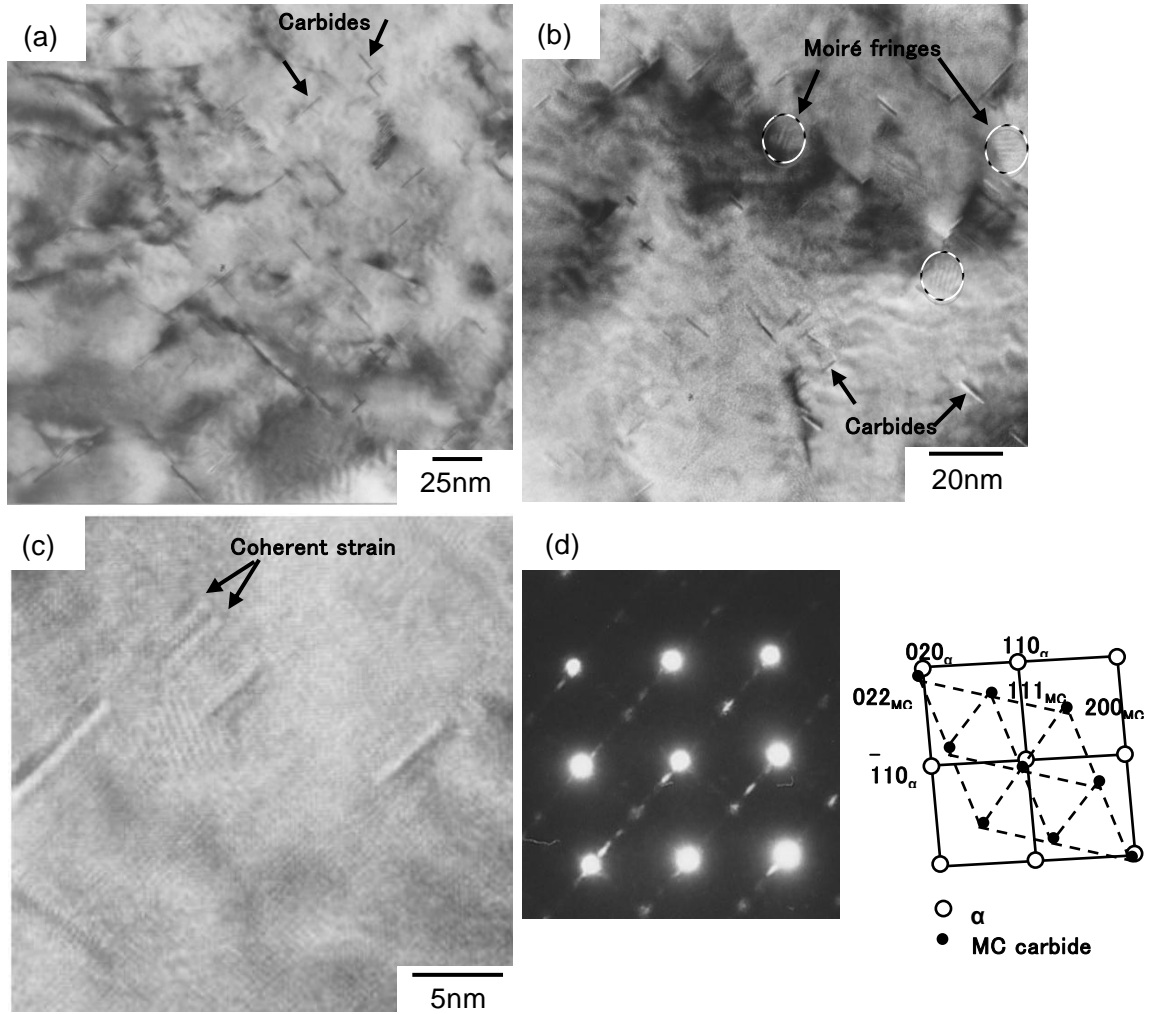


Fig. 3.8 TEM micrographs of V steel and Nb-Ti-V steel; (a) bright-field image of V steel (b) bright-field image of Nb-Ti-V steel, (c) magnified image of (b), and (d) diffraction pattern taken from the ferrite and MC carbide in (b).

3.4 考察

3.4.1 転位の分散粒子乗り越え機構の検討

転位の分散粒子乗り越え機構として、Orowan 機構⁸⁾と cutting 機構⁹⁾が提案されている。本研究での V steel と Nb-Ti-V steel の析出強化を、これらの分散粒子乗り越え機構から説明可能かを検討した。1.2.3 で述べたように、析出物のサイズが小さいときは cutting 機構、大きくなると Orowan 機構が支配的になると考えられている¹⁰⁾。高木は転位によってせん断される分散粒子の臨界粒子直径は、Fig. 3.9 に示すように分散粒子の硬さに影響されることを示した¹¹⁾。Fig. 3.9 より、NbC, TiC, V₄C₃ の炭化物の臨界粒子直径を読み取ると約 6~9 nm となった。すなわち、これらの炭化物の大きさが約 6~9 nm 以下では、cutting 機構が支配的になり、約 6~9 nm 以上では、Orowan 機構が支配的になると推察される。本研究での V steel と Nb-Ti-V steel の析出物の大きさは、Figs. 3.8(a),(b)より約 5 nm であり、上述した臨界粒子直径よりも小さな値となった。すなわち、析出物のサイズは cutting 機構が支配的になる範囲と考えられる。

また、Fig. 3.10 に示すように¹²⁾、転位が分散粒子によってピン止めされるとき、引張強度の増加 $\Delta\sigma$ は下記(3.2)式で表わされる^{12,13)}。

$$\Delta\sigma = \beta Gb/\lambda \cdot \sin\theta \cdot \dots \cdot (3.2)$$

ここで G はマトリックスの剛性率、 b はバーガースベクトルの大きさ、 λ は平均粒子間距離である。 θ は、Fig. 3.10 に示した 2 粒子によって曲げられた転位と 2 粒子間の直線との角度である。 β はテイラー因子とせん断応力の係数からなる定数であり、その値は約 3.2 と報告されている¹⁴⁾。V steel と Nb-Ti-V steel において、TEM の明視野像より、 λ はそれぞれ、20nm と 10nm と測定された。さらに G と b の値として、それぞれ 80 GPa と 0.25 nm を用いた¹⁴⁾。引張強度はビッカース硬さの 3 倍¹³⁾であると仮定すると、V steel と Nb-Ti-V steel の 873K での ΔH_v の値 40 と 90 を用いて、引張強度の増加 $\Delta\sigma$ はそれぞれ 120MPa、270MPa である。これらの値を(3.2)式に代入して、V steel と Nb-Ti-V steel の θ 値はそれぞれ 2.1°、2.4° と算出された。これらの値は、Orowan 機構での値 ($\theta=90^\circ$ ¹²⁾) と比べ非常に小さい値となった。これより、転位の分散粒子乗り越え機構に Orowan 機構は適用できないと判断された。

さらに、TEM の明視野像には、Fig.3.8(c)に示すように、析出物の周囲にコントラストが観察された。これは析出物とマトリックスの間の界面に、ミスフィットひずみ(整合ひずみ)が存在することを示している。Miura et al.は、転位が Orowan 機構に従って非整合粒

子を通し、cutting 機構に従って整合粒子を通することを実験的に示した¹⁵⁾。Fig.3.7 において、時効処理温度が 873 K から 973 K に上昇すると、V steel と Nb-Ti-V steel の ΔH_v が減少した。この理由は、時効処理温度が上昇したことにより、炭化物のサイズが大きくなり、その結果、乗り越え機構が cutting 機構から Orowan 機構に変化したためと考えられる。

以上の実験結果より、本研究では転位の分散粒子乗り越え機構に Cutting 機構が適用できると判断された。

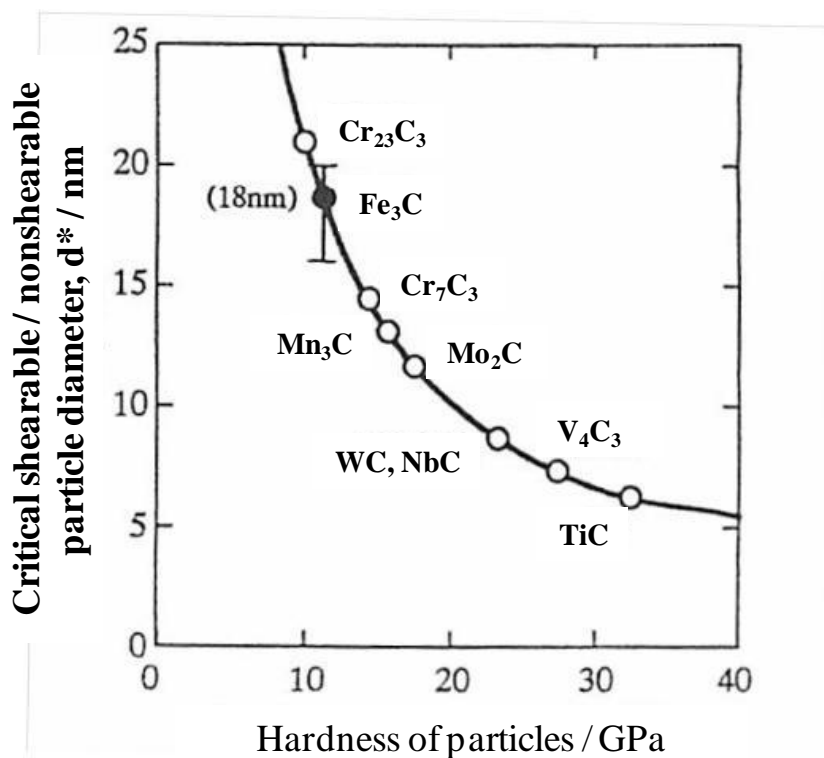


Fig. 3.9 Relationship between d^* and hardness of particles¹¹⁾.

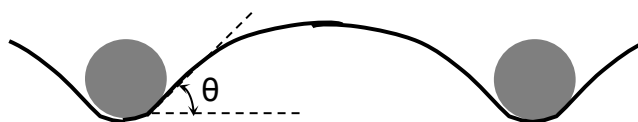


Fig .3.10 Schematic illustration showing a dislocation bowing out between precipitate particles¹²⁾.

3.4.2 複合炭化物による析出強化量の推定

上述の実験結果は、本研究での V steel と Nb-Ti-V steel における、転位の分散粒子乗り越え機構として、cutting 機構を用いることを支持するものであった。このため、炭化物の析出強化量(ΔH_v)を cutting 機構に基づいて説明が可能かどうか検討した。Gerold と Haberkorn は、転位が析出物を cutting 機構によって通過する際のせん断応力を求め、そのせん断応力の増加 $\Delta \tau_0$ は、以下の(3.3)式で表わされることを理論的に示した⁹⁾。

$$\Delta \tau_0 = kG|\epsilon|^{1.5} \left(\frac{fr}{b}\right)^{0.5} \dots (3.3)$$

ここで k は定数、 f は析出物の体積率、 r は析出物の半径である。 ϵ は析出物とマトリックスのミスフィットパラメータで、格子ミスフィット δ の約 $2/3$ である^{16,17)}。 δ は以下の(3.4)式で表わされる。

$$\delta = \frac{r_p - r_m}{r_m} \dots (3.4)$$

ここで r_p と r_m はそれぞれ析出物とマトリックスの格子間隔である。(3.3)式より、 ΔH_v は、析出物とマトリックスの間のミスフィットパラメータ(ϵ)、析出物の半径(r)、体積率(f)が大きくなるほど増加することを示している。

VC-NbC 系炭化物において、VC と NbC は任意の組成で同一結晶構造の相を形成する。すなわち、全率固溶することが知られている¹⁸⁾。VC-TiC 系炭化物も同様に全率固溶する¹⁸⁾。NbC-TiC 系炭化物については報告がないが、NbC、TiC、VC は、いずれも NaCl 型の結晶構造をとるため、NbC、TiC、VC はそれぞれ全率固溶すると仮定した。これより、Nb、Ti、V の複合炭化物(Nb, V, Ti)C の格子定数は、炭化物の組成に比例すると考え、下記(3.5)式を用いて格子定数を算出した¹⁹⁾。

$$r_p = \sum_i n_i r_i \dots (3.5)$$

ここで i は Nb、V や Ti などの合金元素を示し、 n_i と r_i はそれぞれ炭化物の原子分率と格子定数を表わす。以上の方法により、複合炭化物(Nb, V, Ti)C の組成がわかれば、炭化物とマトリックスの間のミスフィットパラメータ(ϵ)を(3.4)式と(3.5)式を用いて算出することができる。本研究において、炭化物とマトリックスは Baker-Nutting に近い結晶方位関係にあることから、 r_p は炭化物の $\{001\}_{MC}$ 格子間隔として、 r_m はフェライトマトリッ

クスの $\{011\}_a$ 格子間隔とした。Fig. 3.11 に複合炭化物(Nb, V)C と (Ti, V)C のミスフィットパラメータ(ϵ)の計算値を示す。これより、複合炭化物(Nb, V)C と (Ti, V)C のミスフィットパラメータ(ϵ)は VC のそれより大きいことがわかる。複合炭化物(Nb, Ti, V)C の格子定数は (3.5)式より求めた。複合炭化物の 873 K での組成は熱力学計算ソフト「Thermo-Calc」を用いて計算し、その結果、Nb-Ti-V steel の組成は、原子分率で(Nb_{0.03}, Ti_{0.12}, V_{0.85})C と求められた。Fig. 3.12 に各試料の炭化物のミスフィットパラメータ(ϵ)の計算値を示す。これより、Nb-Ti-V steel での炭化物(Nb,Ti,V)C のミスフィットパラメータ(ϵ)は、VC のそれよりも大きく、NbC や TiC のミスフィットパラメータ(ϵ)は、さらに大きいことがわかる。

Miyamoto et al.は、炭化物による ΔH_v は、bcc 金属のテイラー因子 2.08 を用いて、せん断応力の増加 $\Delta\tau_0$ から以下の(3.6)式で変換できることを報告した²⁰⁾。

$$\Delta\tau_0 = 3 \cdot \Delta H_v / 2.08 \cdots (3.6)$$

(3.6)式は、 $\Delta\tau_0$ の値と ΔH_v が比例関係にあることを示した。また、Ronay は低炭素鋼の窒化物相中での TiN の析出強化について評価し、せん断応力の増加 $\Delta\tau_0$ と TiN 析出による ΔH_v が線形関係にあることを示した²¹⁾。また、TiN の析出による硬さの増加量は、cutting 機構から求めた値と一致することを報告した²¹⁾。

各供試鋼の ΔH_v を、ミスフィットパラメータ(ϵ)と(3.3)式を用いて、以下に検討した。Fig 3.7 で示したように、873K で 120 分の時効処理した時の 0.5%Mo の添加による ΔH_v は非常に小さく、また、いずれの試料からも TEM 観察によって Mo₂C は観察されなかった。これらの理由から、析出強化に対する Mo 炭化物の影響は、ほとんどないと判断した。そこで、析出強化に寄与する炭化物を、Nb steel では NbC、Ti steel では TiC、V steel では VC、Nb-Ti-V steel では(Nb, Ti, V)C と推定した。

(3.3)式の右辺 $G |\epsilon|^{1.5} (f r/b)^{0.5}$ の値を計算するにあたり、単純化のため、炭化物の直径を 5 nm と仮定した。析出物の体積率 f は、Table 3.1 に示した各試料の組成値を用いて Thermo-Calc で計算して求めた 873K での MC 型炭化物の体積率を用いた。Fig. 3.13 に実測した ΔH_v の値と計算から求めたパラメータ $G |\epsilon|^{1.5} (f r/b)^{0.5}$ の関係を示す。なお、(3.3)式の定数 k は約 1~3 であると報告されている^{22,23)}。本研究から求めた V steel と Nb-Ti-V steel の k の値は、Fig. 3.13 に示すように 1~3 の間となった。この結果は、(3.3)式と(3.6)式を用いて算出した計算値の値が、実験値とほぼ一致していることを示している。このように、Nb、Ti、V を添加した中炭素ベイナイト鋼中の炭化物と母相のミスフィット

パラメータ(ϵ)、および転位の分散粒子乗り越え機構としての cutting 機構を用いて、 ΔH_v を求めることができた。

一方、Nb steel と Ti steel の計算値は実験値と異なった。これは、Fig. 3.12 に示すように、NbC や TiC のフェライトとのミスフィットパラメータ(ϵ)が大きいため、ミスフィット転位が炭化物の周囲に生成したためと推定される。このため、Nb steel と Ti steel の析出強化は、炭化物とマトリックスの整合性が失われたため、cutting 機構によって説明することができず、Orowan 機構によって説明する必要があると推察される。

以上のように、炭化物の組成と、フェライトと炭化物の間のミスフィットパラメータ(ϵ)を用いて、Nb、Ti、V を複合添加した中炭素ベイナイト鋼の ΔH_v を推定することができた。

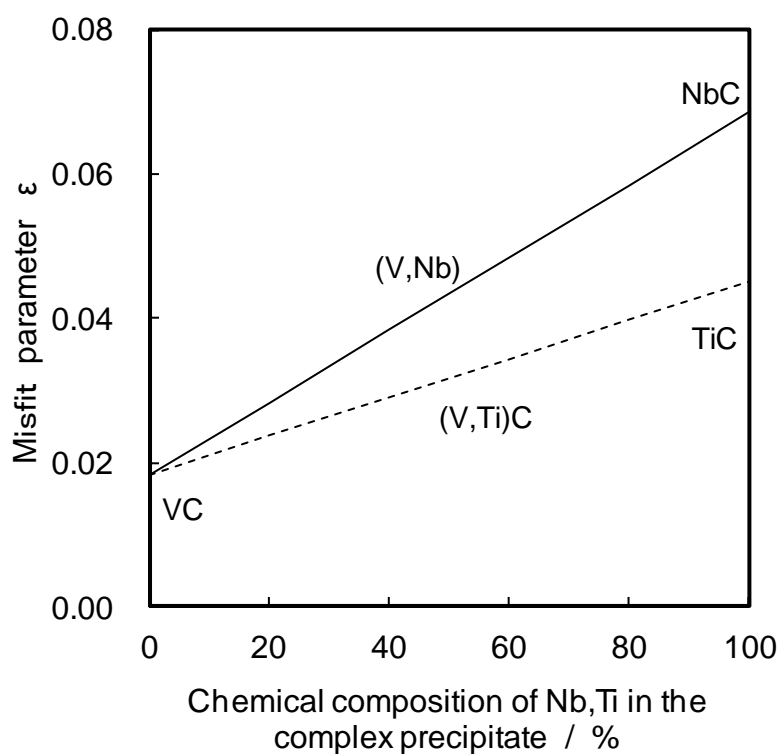


Fig. 3.11 Calculated misfit parameter ϵ of (Nb, V)C and (Ti, V)C.

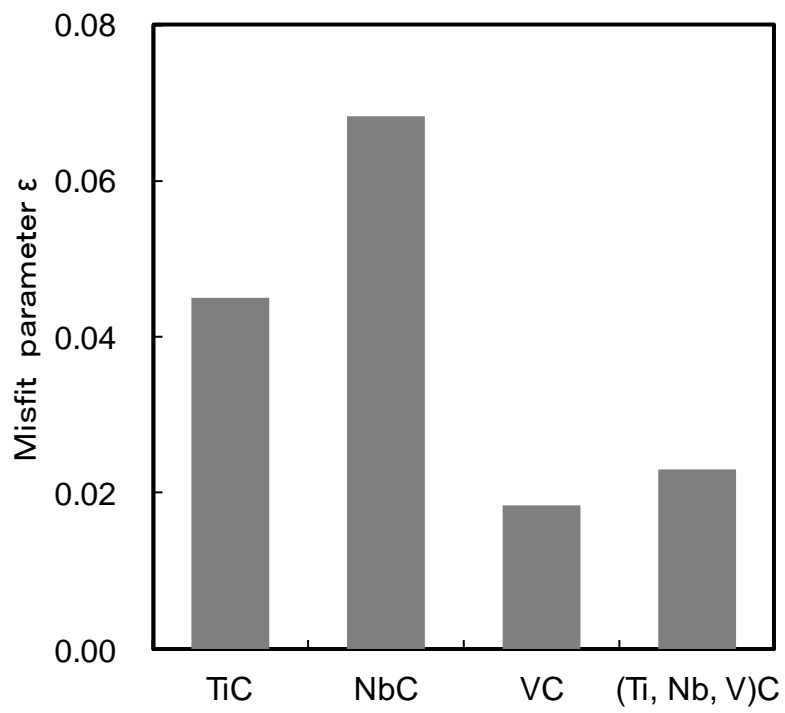


Fig. 3.12 Calculated misfit parameter ϵ of NbC, TiC, VC, and (Nb, Ti, V)C.

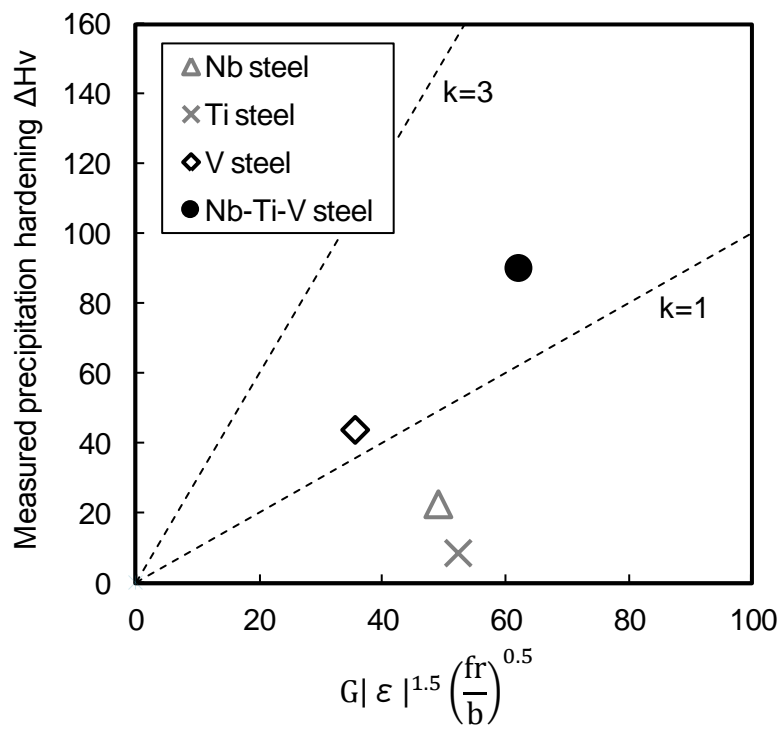


Fig. 3.13 Relationship between the measured precipitation hardening (ΔH_v) and the parameter $G | \epsilon |^{1.5} \left(\frac{f r}{b} \right)^{0.5}$.

3.5 結論

Nb、Ti、V を添加した中炭素ベイナイト鋼を用いて、時効処理による析出強化挙動を調査し、析出強化量(ΔH_v)に及ぼす炭化物組成の影響と複合炭化物の析出強化機構を検討した。その結果、以下の知見を得た。

- (1) Nb, Ti, V を複合添加した中炭素ベイナイト鋼の 873K での時効による ΔH_v は、それらの元素を単独添加したときよりも著しく大きかった。
- (2) Nb, Ti, V の複合炭化物による ΔH_v は、炭化物とフェライトマトリックスのミスフィットパラメータ(ϵ)と cutting 機構によって算出された ΔH_v とよく一致した。
- (3) 炭化物の組成から算出したミスフィットパラメータ(ϵ)を用いて、複合炭化物の ΔH_v を推定することができた。

参考文献(第3章)

- 1) Y. Funakawa, T. Shiozaki, K. Tomita, T. Yamamoto and E. Maeda: *ISIJ Int.*, **44** (2004), 1945.
- 2) K. Miyata and Y. Sawaragi: *ISIJ Int.*, **41** (2001), 281.
- 3) K. Miyata, T. Omuma, T. Kushida and Y. Komizo: *Metall. Mater. Trans. A*, **34** (2003), 1565.
- 4) 高田啓督: *鉄と鋼*, **88** (2002), 534.
- 5) 成田貴一: *日本金属学会会報*, **8** (1969), 49.
- 6) K. J. Irvine, T. Gradman and F. B. Pickering: *J. Iron Steel Inst.*, **205** (1967), 161.
- 7) G. Baker and J. Nutting: *ISI Spec.Rept.*, **64** (1959), 1.
- 8) E. Orowan: *Symp. on internal stresses in metals and alloys*, Institute of Metals, London, (1948), 451.
- 9) V. Gerold and H. Haberkorn: *Phys. Stat. Sol.*, **16** (1966), 675.
- 10) 材料強度の原子論, 日本金属学会, (1985), 132.
- 11) 高木節雄: *鉄鋼の析出制御メタラジー最前線*, 日本鉄鋼協会, 東京, (2001), 69.
- 12) K. Nakashima, Y. Futamura, T. Tsuchiyama and S. Takaki: *ISIJ Int.*, **42** (2002), 1541.
- 13) J. Takahashi, K. Kawasaki, K. Kawakami and M. Sugiyama: *Nippon Steel Technical Report*, **91** (2005), 23.
- 14) 中島孝一, 二村裕一, 土山聡宏, 高木節雄: *鉄と鋼*, **89** (2003), 524.
- 15) H. Miura, H. Tsukawaki, T. Sakai and J.J. Jonas: *Acta Mater.*, **56** (2008), 4944.
- 16) S. R. Yeomans and P. G. McCormick: *Mater. Sci. Eng.*, **34** (1978), 101.
- 17) J. Takahashi, K. Kawakami and Y. Kobayashi: *Mater. Sci. Eng. A*, **535** (2012), 144.
- 18) S. Hamar-Thibault, L. Adnane and R. Kesri: *J Alloy and Compounds*, **317-318** (2001), 311.
- 19) A. R. Denton and N. W. Ashcroft: *Phys. Rev. A*, **43** (1991), 3161.
- 20) G. Miyamoto, R. Hori, B. Poorganji and T. Furuhashi: *ISIJ Int.*, **51** (2011), 1733.
- 21) M. Ronay: *Metall. Trans. A*, **12** (1981), 1951.
- 22) I. A. Ibrahim and A. J. Ardell: *Acta Mater.*, **25** (1976), 1231.

23) A. J. Ardell: Metall. Trans. A, **16** (1985), 2133.

第4章 ボイドが分散した鋼の機械的特性

4.1 緒言

鋼中の炭素を黒鉛として析出させることで、切削性や冷間鍛造性が顕著に改善する。しかし、黒鉛が析出した炭素鋼を、オーステナイト単相域や、オーステナイト/フェライト共存域、あるいはオーステナイト/黒鉛共存域に加熱保持すると、黒鉛(炭素)がオーステナイト中に固溶し、黒鉛が析出していた位置に、ボイドが形成される。したがって、黒鉛を含む鋼に、焼入れ焼戻し処理を行って強度を付与すると、ボイドが形成される場合がある。また、2章で述べたようにセメンタイトを含む中炭素鋼を強加工すると、セメンタイトとフェライトの界面に微小き裂が生成することがある。これら鋼中のボイドやき裂は、室温において、材料強度と信頼性の低下を招く。鋼材の信頼性は、ボイドやき裂などの欠陥の大きさや形状の影響を受ける。このため、熱処理や熱間鍛造にて、ボイドの大きさや形状を制御することができれば、機械部品の信頼性の向上に寄与できると考えられる。

一方、高温域においては、分散粒子が存在すると、粒子の種類によらず転位の移動を妨げ、強度向上に寄与することが理論的に示されている¹⁻³⁾。実際、液体分散粒子でも、変形抵抗が上昇することが報告されている^{4,5)}。ボイドにおいても、強度を上昇させることが知られている⁵⁻⁸⁾。このため、鋼中に分散した微小ボイドは、熱間鍛造時の変形特性に影響を与えると推察される。しかしながら、ボイドを含む鋼における高温変形特性に関する研究はこれまで報告がない。

鋼中に分散したボイドの熱間鍛造中の形状変化と、熱間変形特性に及ぼすボイドの影響に関する調査は、鋼の組織制御と信頼性向上の点から重要である。本章では、オーステナイト域での熱間変形抵抗に及ぼす $1\mu\text{m}$ オーダーの微小ボイドの影響とその温度依存性、および熱間鍛造中のボイドの形状変化について調査した。

4.2 実験方法

4.2.1 ボイドを含む鋼の作製

微小ボイドが分散した鋼を作製するに際して、まず、黒鉛が分散した鋼を作製した。鋼中に分散した黒鉛を熱処理により、炭素をマトリックス中に固溶させることで、黒鉛の存在していた位置にボイドが分散した鋼を得ることができる。Table 4.1 に示した化学組成の

炭素鋼から、微小球状ボイド(直径約 3~5 μm 、体積率約 1.9%)を含む炭素鋼を作製した。本炭素鋼は、黒鉛が析出しやすいように、熱平衡的にセメンタイトを安定化する Mn や Cr の含有量を低減し、セメンタイトを不安定化する Si を増量した組成を用いた。真空溶解炉にて、2000kg 鋼塊を溶製し、分塊圧延を行いピレットに圧延し、その後、熱間圧延して直径 15mm の丸棒を作製した。熱間圧延した丸棒試料を用いて、Fig 4.1 に示す熱処理を行った。すなわち、1123 K にて 1 h 加熱保持後水焼入れ (WQ)の前処理でマルテンサイト組織として、次いで A₁ 点直下の 963 K にて 40 h 保持して黒鉛化処理した。この時点で、マイクロ組織はフェライト地に直径 3~5 μm の黒鉛が分散した組織となる。この後、オーステナイト域の 1123K に再加熱して 1h 保持した。この処理により炭素 (黒鉛) はオーステナイト中に固溶し、黒鉛が存在した位置にボイドが残る。最後に 823 K にて 1 h の焼戻し処理を行った。比較材としてボイドを含まない試料も作製した。ボイドを含む炭素鋼と同組成の鋼を用いて、1123K に加熱して 1h 保持後に水焼入れを行い、823K にて焼戻し処理を行った。以後、ボイドを含む炭素鋼を 60C-V、含まないものを 60C とする。

焼入れ焼戻し後の 60C-V、60C の組織を Fig. 4.2 に示す。各試料とも焼戻しマルテンサイト組織であり、60C-V ではボイドが認められる。60C-V の硬さは Hv290、60C では Hv320 であり、ボイドを含まない 60C の硬さがやや高くなった。

4.2.2 熱間変形抵抗とボイド形状の調査

60C-V と 60C の丸棒試料の中心部から Fig. 4.3 に示した 5 × 5 × 6 mm³ の角柱状試験片を切り出し、再度のオーステナイト域での最終焼鈍(60C-V、60C それぞれ 1153 K、1213 K で 0.5 h)により平均結晶粒径を 60C-V、60C 共に 30 μm に調整した。最終焼鈍直後に炉冷した時の組織写真を Fig. 4.4 に示した。60C-V、60C とも巨視的には同じ組織に見えるが、腐食なしの写真からわかるように 60C-V には微小ボイドが分散している(Fig. 4.4(c))。ボイドサイズの分布は直径 3~5 μm が中心で、ボイドの面積率は約 1.9%であった。

最終焼鈍後、インストロン型高温圧縮試験機を用いて、上述の 5 × 5 × 6 mm³ の角柱状試験片を、温度 1063~1153 K で、真ひずみ速度 4.2 × 10⁻⁵~4.2 × 10⁻³ s⁻¹ で真空中にて圧縮試験を行い、所定のひずみまで変形後、組織凍結のため水焼入れを行った。圧縮方向に平行な断面を機械研磨し、3%硝酸+97%エタノール溶液(ナイタール)で腐食後、光学顕微鏡を用い組織観察を行った。

ボイドのサイズとアスペクト比は光学顕微鏡写真を用いて、倍率 1000 倍の写真を撮影

し、少なくとも 30 個以上のボイドをマーキングし、画像解析により求めた。ボイドサイズは、各ボイドの面積と等しい面積をもつ円の直径とした。アスペクト比は長軸と短軸の長さの比とした。また、直径が $1\mu\text{m}$ 以下のものは、光学顕微鏡での正確なアスペクト比の測定が困難であるため除外した。

Table 4.1 Chemical composition of samples (mass.%)

Sample	C	Si	Mn	P	S	Fe
60C-V,60C	0.6	1.2	0.3	0.006	0.006	Bal.

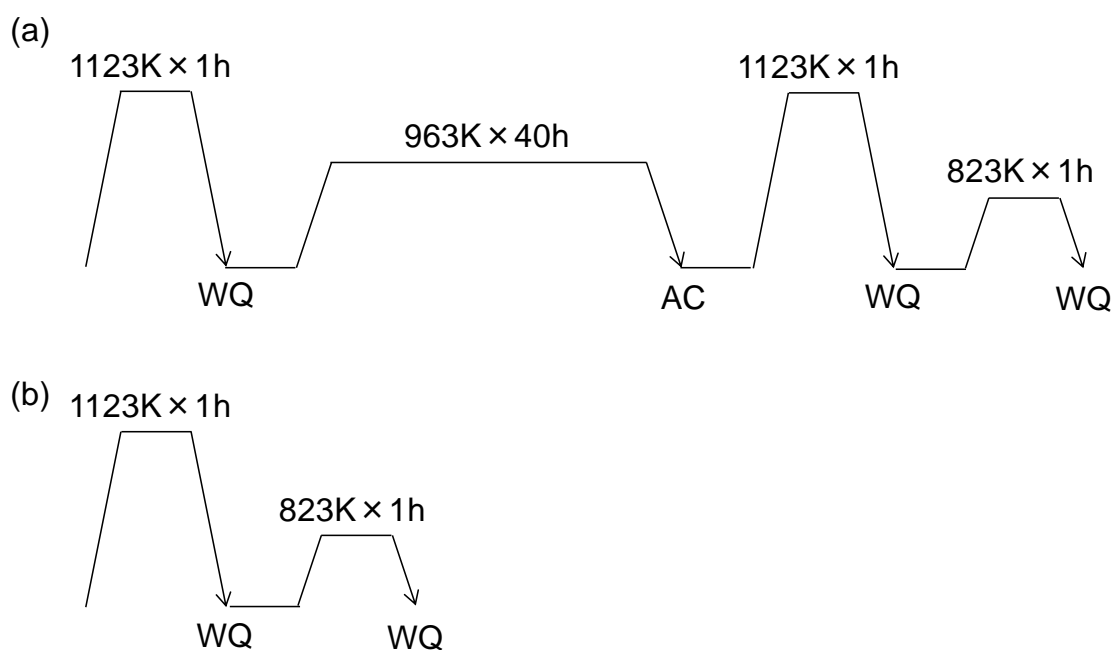
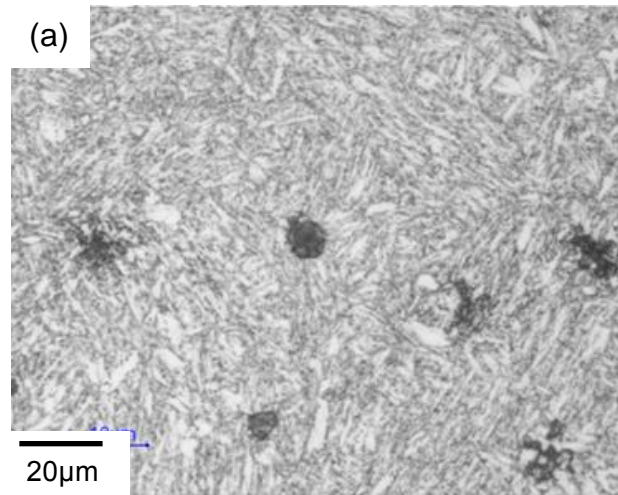
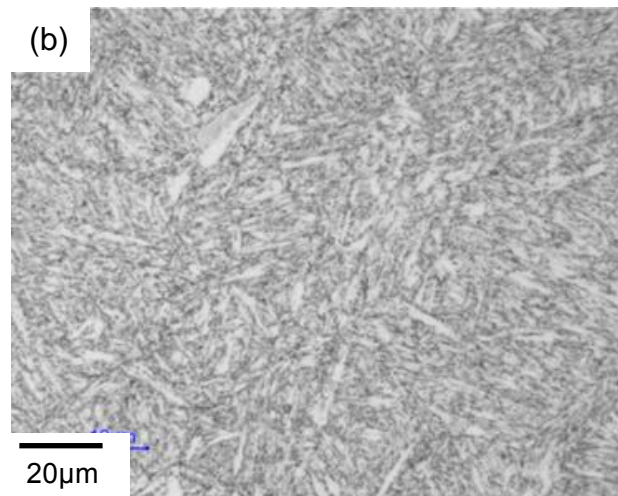


Fig. 4.1 Thermal cycles of heat treatment processes employed for (a); 60C-V with voids and (b); 60C without voids. WQ and AC indicate water quenching and air cooling, respectively.



(a) 60C-V



(b) 60C

Fig. 4.2 Optical micrographs of the samples of '60C-V' with voids; (a) and '60C' without voids; (b). (a) and (d) are observations with nital etching.

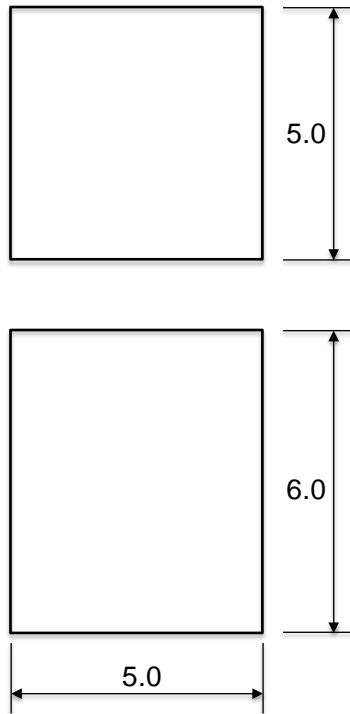


Fig. 4.3 Dimension of the specimen for hot forging test.

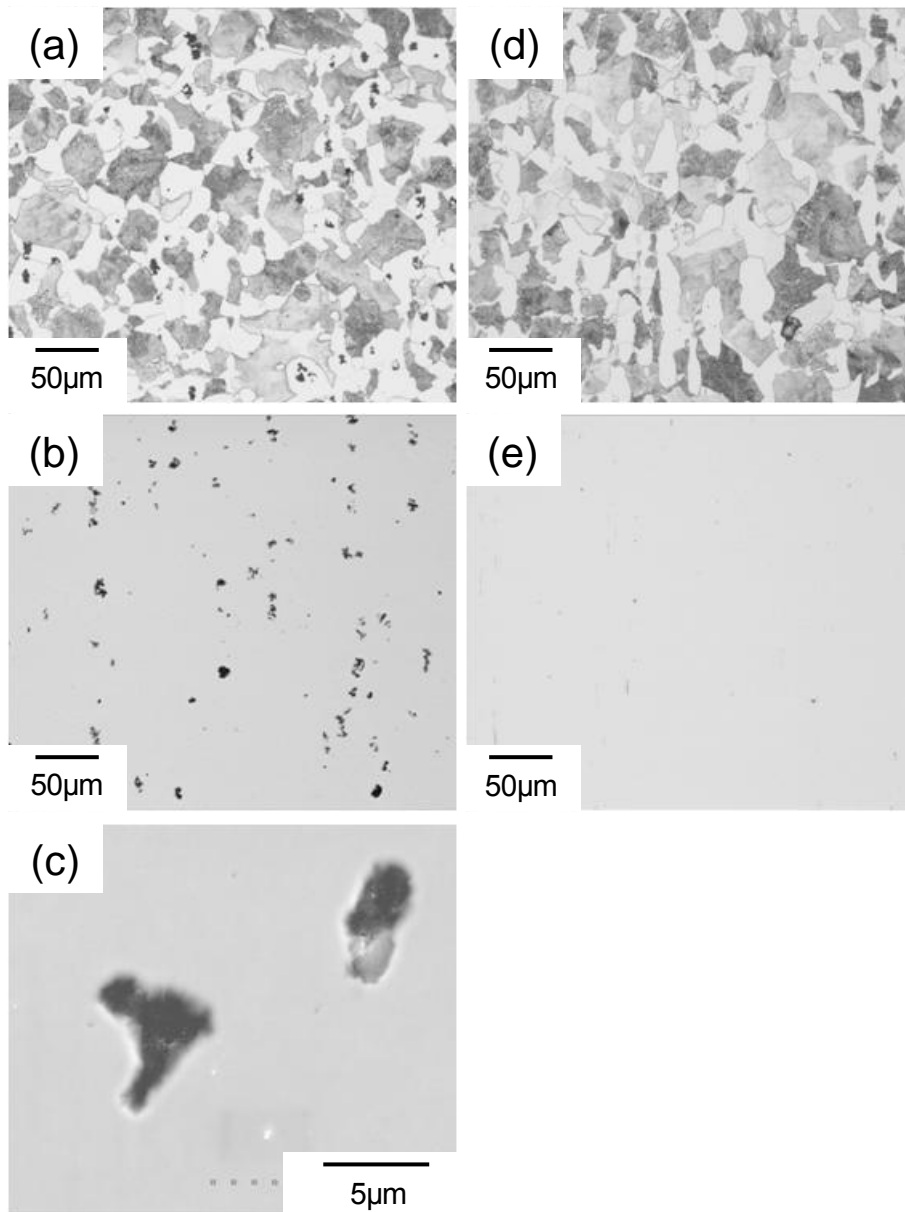


Fig. 4.4 Optical micrographs of the samples of '60C-V' with voids; (a), (b), (c) and '60C' without voids; (d), (e), respectively. (a) and (d) are observations with etching. (b), (c) and (d) are observations without etching. (c) is higher magnification of (b). Fine voids are distributed in the sample '60C-V'.

4.3 実験結果

4.3.1 ボイドを含む中炭素鋼の熱間変形抵抗

真応力-真ひずみ曲線の一例として、Fig. 4.5 に 1068K での、Fig. 4.6 に 1098 K での圧縮試験の結果を示す。60C-V、60C ともひずみ速度に関わらず、明瞭な応力ピークとその直後の加工軟化を示す典型的な動的再結晶型のフローカーブとなっている。本実験の範囲内では、ボイドの有無、温度、ひずみ速度に関わらず、ほぼ同様な単一ピーク型の真応力-真ひずみ曲線が得られた。ピーク直後の加工軟化は、動的再結晶が試料全体に発現していることを示している。また、ひずみ速度低下に伴うピークひずみとピーク応力の減少は、低ひずみ速度域で動的再結晶の発現がより容易になることを意味している。

同様の試験を他の実験条件でも行い、それらから降伏応力(σ_y)、ピーク応力(σ_p)、定常状態変形応力(σ_{ss})、ピークひずみ(ϵ_p)を求め、結果を試験温度の逆数の関数として Fig. 4.7 と Fig. 4.8 に示した。全ての結果において、温度上昇あるいはひずみ速度低下と共に、応力レベルが単調に低下した。しかし、60C-V、60C 両試料の結果を比較すると、60C-V の降伏応力(σ_y)と定常状態変形応力(σ_{ss})は、60C のそれらに比べて 10%程度大きかった。また、60C-V のピーク応力(σ_p)も 60C より 5%ほど高く、それに連動してピークひずみ(ϵ_p)も 10%以上高くなった。なお、60C-V と 60C は化学組成が同一であるため、黒鉛がオーステナイト中に固溶したときのマトリックスの炭素濃度は同一である。したがって、ボイドを除いたマトリックスの強度は同一である。定常状態変形域での変形応力の差が降伏応力の差とほぼ同じであることから、定常状態変形域での両試料の変形応力の差は主としてボイドの有無によるものと推察できる。

4.3.2 熱間鍛造中のボイドの形状変化

60C-V について、試験片を圧縮軸方向に切断し、試験片中心部における圧縮変形によるボイドの形状とサイズ変化を光学顕微鏡で観察した。その写真の一例を Fig. 4.9 に示す。変形後のボイド密度は、変形前のボイド密度(Figs.4.4(b),(c))より大きく、ボイド密度の上昇が起こったようにも見受けられるが、これは後で述べるように粒界移動によって粒内の分散ボイドが引きずられ、粒界近傍にボイドの凝集が起こったためと考えられる。すべての写真で、球状に近かったボイドの形状が複雑に変化していることがわかる。しかし、同一試験温度 1063 K、同一ひずみ量 0.8 にもかかわらず、その形状はひずみ速度に依存し大きく異なっていた。すなわち、高ひずみ速度側ではボイドサイズが大きく、また、アスペ

クト比も大きい。反対に、低ひずみ速度側ではサイズが小さく、形状も球状に近い。

60C-V を温度 1063 K、ひずみ速度 $4.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で圧縮変形した時の、ひずみ増加に伴うボイドのサイズと形状変化を分布図としてまとめた結果を Fig. 4.10 に示す。Fig. 4.10 から明らかなように、ひずみ増加と共にボイドのアスペクト比とサイズも増大する。また同時に、ボイドサイズとアスペクト比の分布関係も発散していく傾向が見られる。

Fig. 4.11 は同一温度下でひずみ 0.4 まで圧縮変形させた時の、ボイドのサイズと形状変化に及ぼすひずみ速度の影響である。真ひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ での結果は既に Fig. 4.10 (b) に示してある。ひずみ速度が $4.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 、 $4.2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ で、かつボイドサイズが約 $10 \mu \text{ m}$ 以下では、アスペクト比は約 2 以下であるが、 $4.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で、かつボイドサイズが約 $20 \mu \text{ m}$ 以上の場合には、アスペクト比が発散する。これらの結果から、同一ひずみ量であるにもかかわらず、ひずみ速度が大きいほど、ボイドのアスペクト比は大きくなる傾向がある。そのアスペクト比の分布も、ひずみ速度が大きいほどより散乱する傾向があった。さらにこれらを変形直前の結果(Fig. 4.10 (a))と比較すると、低ひずみ速度ほどボイドサイズが小さくなり、かつ均一分布に近づく傾向がある。

以上の結果から、高温変形によってオーステナイト中の分散ボイドのサイズ、アスペクト比および分散度は、ひずみ量、ひずみ速度、温度によって大きく影響を受けることが明らかとなった。

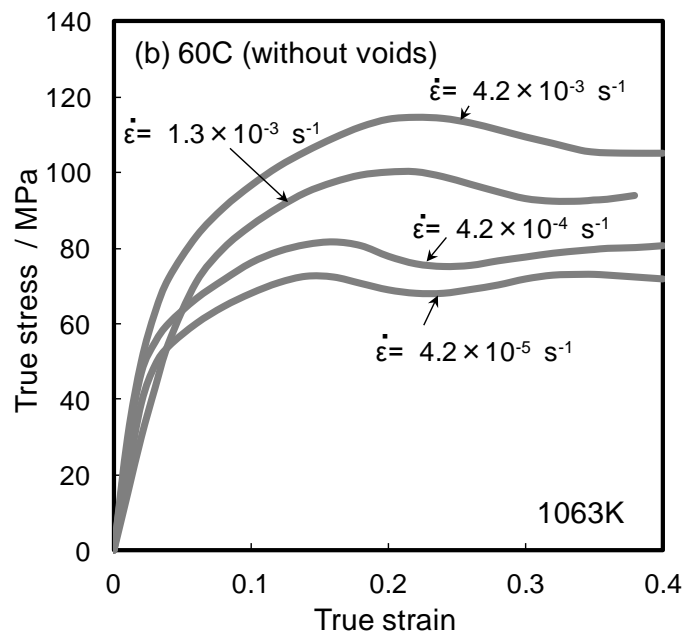
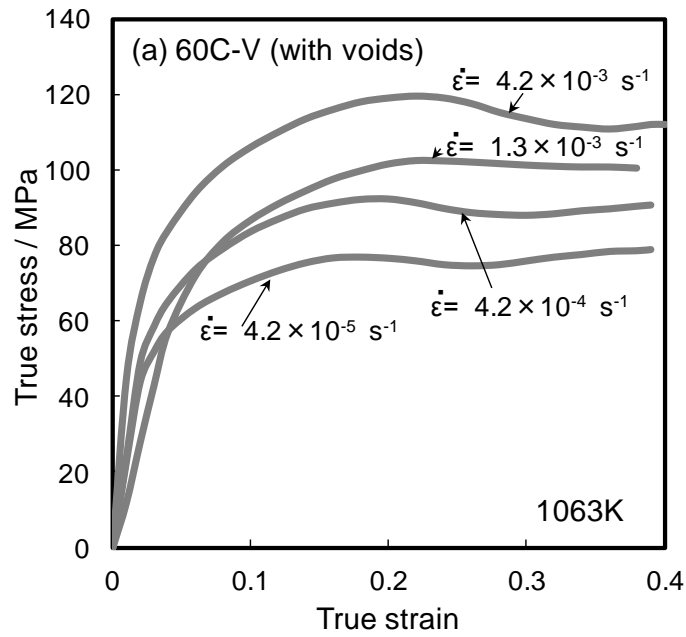


Fig. 4.5 Typical true stress v.s. true strain curves at 1063 K for (a) sample '60C-V' with dispersed voids and (b) sample '60C' without voids, respectively.

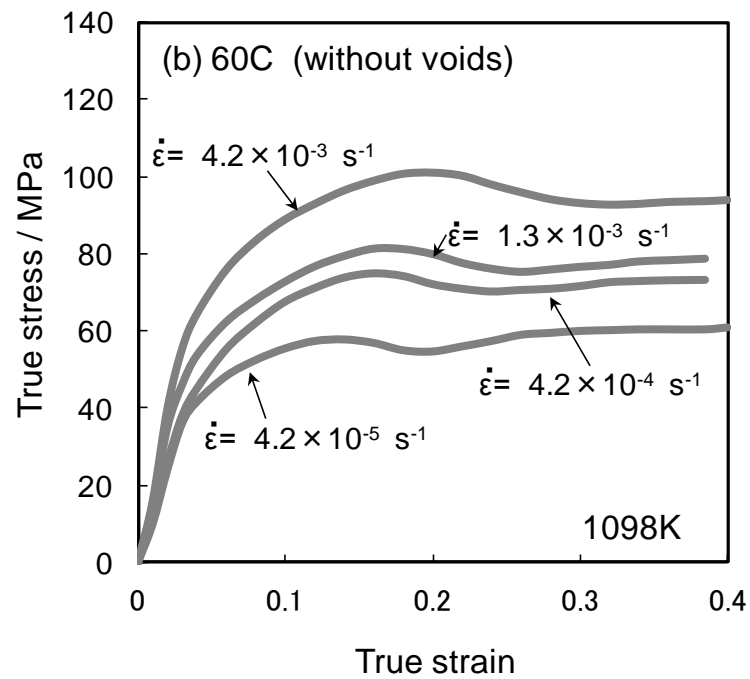
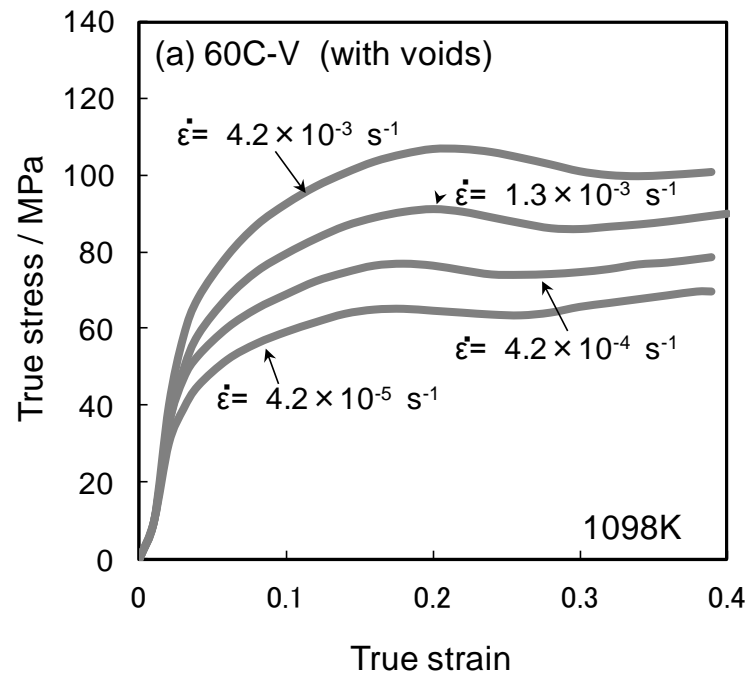


Fig. 4.6 Typical true stress v.s. true strain curves at 1098 K for (a) sample ‘60C-V’ with dispersed voids and (b) sample ‘60C’ without voids, respectively.

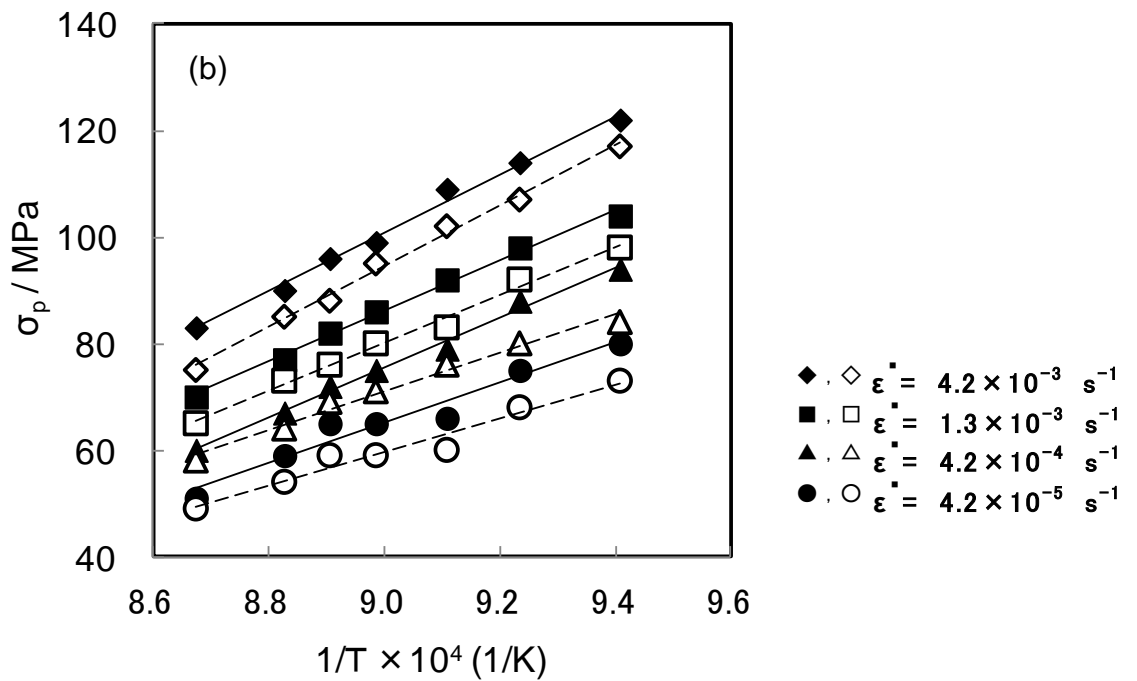
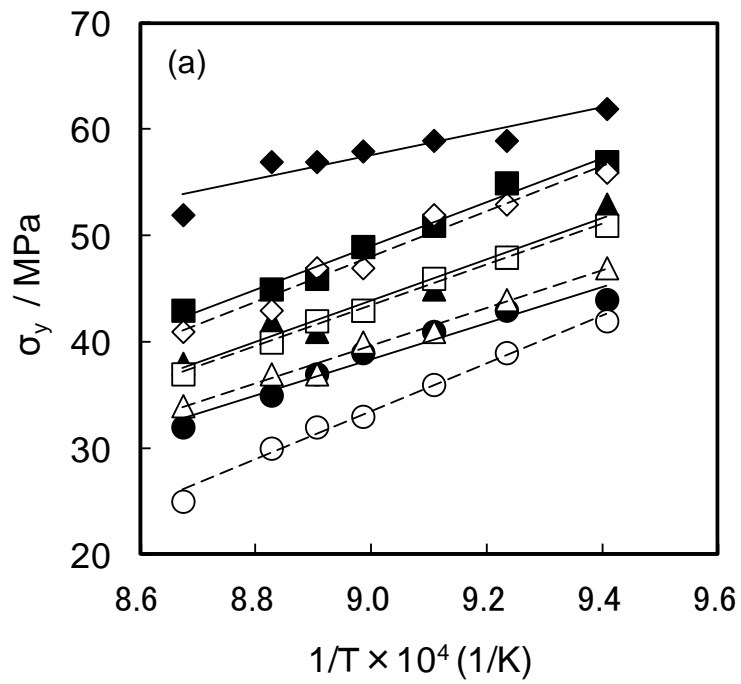


Fig.4.7 Temperature and strain rate dependence of (a) yield stress, (b) peak stress of the samples with voids (solid marks) and without voids (open marks), respectively.

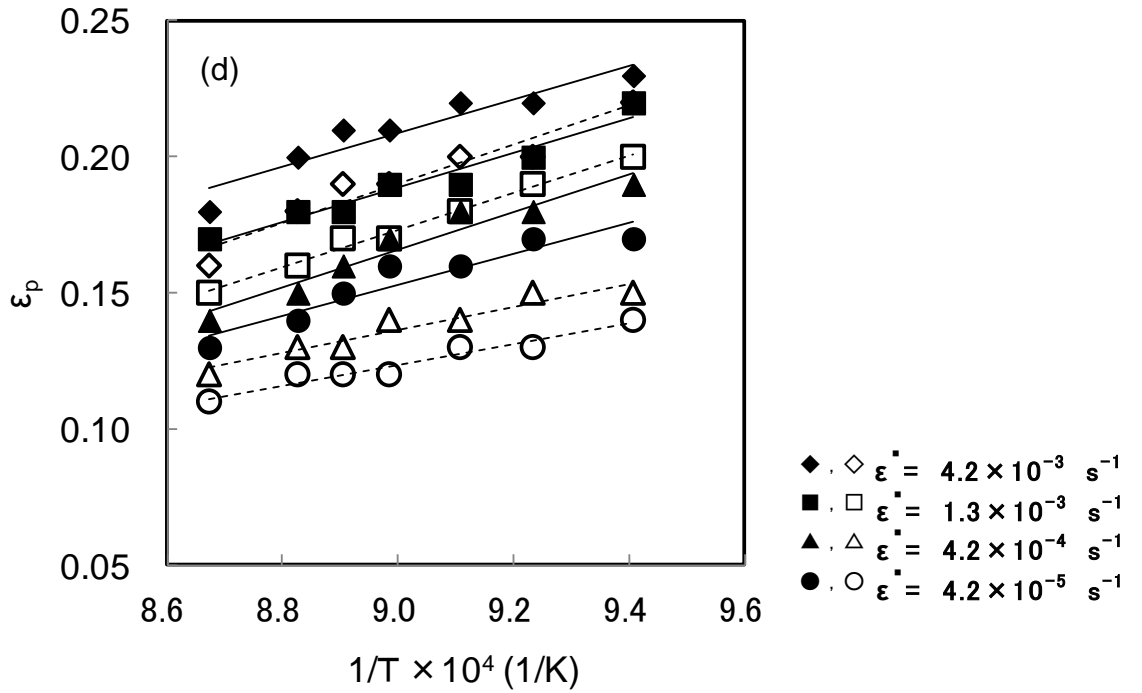
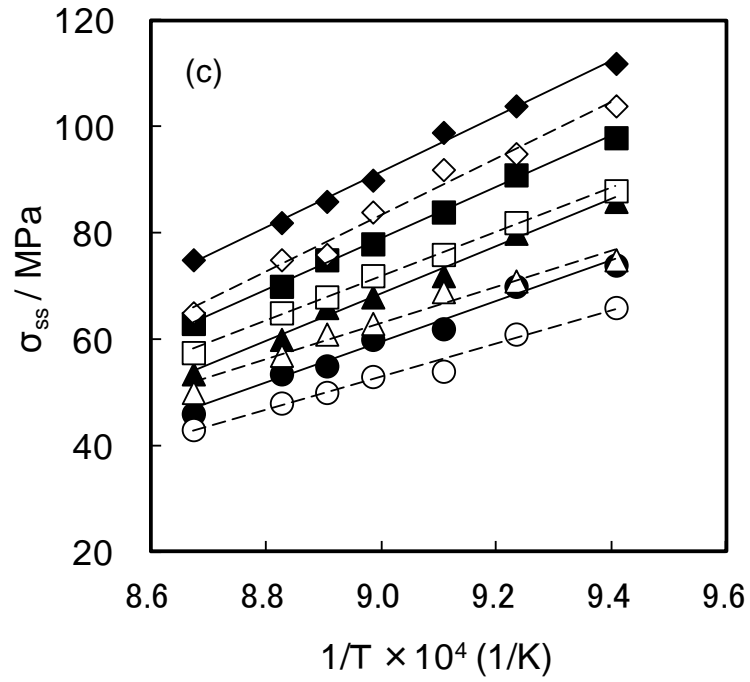


Fig.4.8 Temperature and strain rate dependence of (c) steady-state stress and (d) peak strain of the samples with voids (solid marks) and without voids (open marks), respectively.

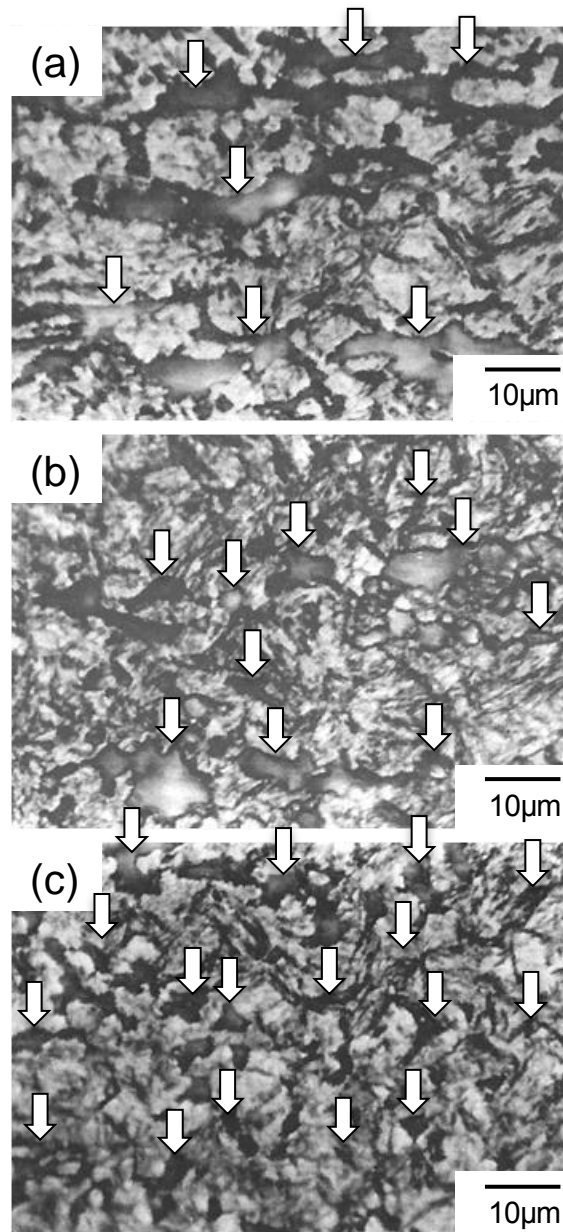


Fig. 4.9 Shape change of voids in the sample 60C-V depending on strain rate when deformed at $T = 1063 \text{ K}$ to $\varepsilon = 0.8$; strain rates of (a) $4.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, (b) $4.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ and (c) $4.2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, respectively. Arrow marks indicate some voids embedded in the matrices.

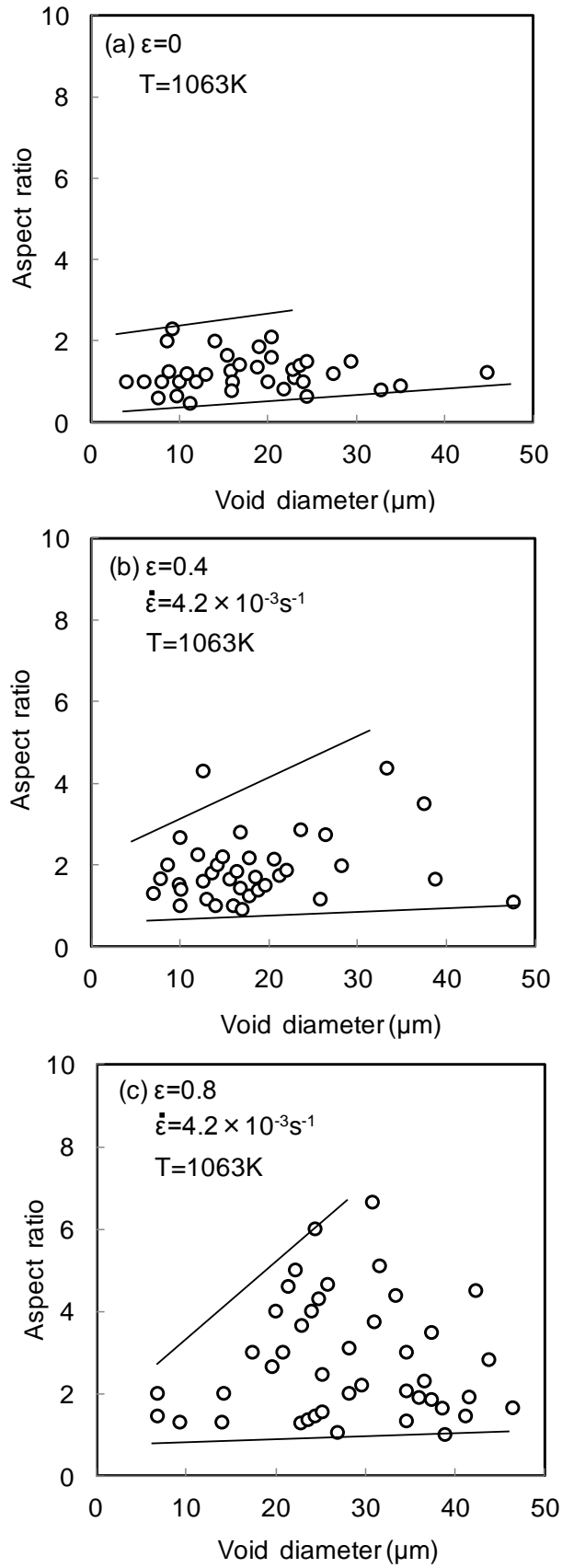


Fig. 4.10 Aspect ratio change of voids with increasing strain when deformed at $T = 1063\text{ K}$ and at a strain rate of $4.2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$.

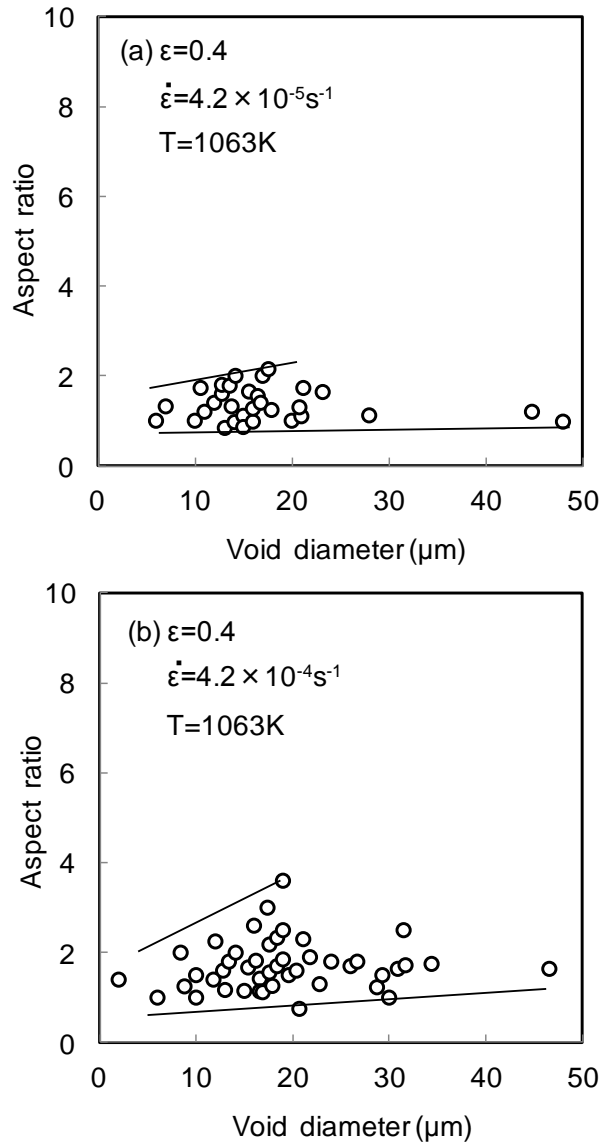


Fig. 4.11 Aspect ratio change of the voids depending on strain rate when deformed at $T = 1063 \text{ K}$ to $\epsilon = 0.4$. The result at a strain rate of $4.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ is shown in Fig. 4.9 (b).

4.4 考察

4.4.1 ボイドを含む鋼の高温圧縮変形挙動

Srolovitz et al.は、拡散緩和が可能な高温域では分散粒子はその相の種類によらず転位の移動を妨げ強度向上に寄与するとしている⁹⁾。これは粒子界面での転位応力場の解消が、転位に吸引型相互作用をもたらすためである。実際、Onaka et al.⁴⁾、中島と吉田⁵⁾は、高温域では転位と引力型の相互作用を示す Srolovitz 転位は、斥力型の Orowan 転位の 8 割程度のしきい応力を持つことを液相または固相分散粒子を含む合金の高温変形の実験により示している。本研究の結果は、微小分散ボイドも同様に圧縮変形抵抗を高めることを実験的に示した(Figs. 4.7, 4.8)。すなわち、拡散緩和が可能な十分な高温域では、分散物相が個体、液体、ボイドにかかわらず、分散相は転位の移動を妨げることができると考えられる。

一方、固体分散粒子は粒界移動と再結晶の開始を著しく抑制することが知られている^{9, 10)}。これは粒子が粒界上に存在した場合、粒界面積の低下を生じ、それによるエネルギー低下が粒子/粒界間の引力型の相互作用を生じさせるためである。そして、固体分散粒子と粒界との吸引型相互作用は粒界移動を困難とし、再結晶の発現を抑止または遅延させる。同様の吸引型相互作用が粒界とボイドの間にも生ずると考えられる。しかし本研究の結果は、微小分散ボイドは圧縮変形抵抗を高めたが、再結晶や粒界移動への影響は小さく、ほとんど抑制しないことを示した。この結果は分散液体粒子の、高温強度の向上には寄与するが粒界移動や再結晶をほとんど阻害しない¹¹⁾、物性と良く似ている。このメカニズムは転位との吸引型相互作用の観点からすると、例えば、鉄基分散強化合金のクリープ変形に関する研究で報告されている void-hardening と本質的には類似現象と推察される¹²⁾。

高温変形におけるひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ 、定常状態応力 σ_{ss} 、温度 T の間には、下記(4.1)式で表わされる関係が成立する¹³⁾。

$$\dot{\epsilon} = k \cdot F(\sigma_s) \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R_g T}\right) \cdots \cdots (4.1)$$

ここで、 k は定数、 $F(\sigma_{ss})$ は応力関数、 R_g は気体定数、 Q は変形のための活性化エネルギーである。種々の温度、ひずみ速度での圧縮試験から得られた定常状態変形応力をアーレニウスプロットし、変形のための見かけの活性化エネルギーを求めた。それらは 60C-V、60C でそれぞれ 306、286 kJ/mol と見積もられた。これらの値は、 γ -Fe 中の自己拡散エネルギー(285kJ/mol)¹⁴⁾に近く、共に一般的な Fe 原子の自己拡散支配の動的再結晶によっ

て変形が進行していることを示唆している。

4.4.2 ボイドの形状と分布の変化

ボイド形状は温度、ひずみ速度、ボイドサイズに依存して変化し、同時にその分布状態も変化した。温度が高く、ひずみ速度が小さく、また、サイズが小さいほどボイド形状は球状に近づいた。さらに、ボイドの分布状況は、同様の条件で収束する傾向が見られた。これらの現象は、i) 表面拡散緩和による形状回復、ii) 粒界すべりと粒界移動によって起こるボイドのせん断と合体、によって理解できると考えられる。

Miura et al.は、高温引張変形中に液体粒子が粒界移動とともに移動し、粒内の液体分散粒子が粒界に凝縮されることを Cu-B₂O₃ 合金双結晶を用いた実験から報告した¹¹⁾。液体分散粒子が粒界と共に移動する現象は、粒界と液体粒子が吸引型相互作用を持つことによる。本研究でも結晶粒内のボイドが移動粒界に掃かれ、粒界に凝集していく現象が観察された(Fig. 4.9)。同時にその過程で、ボイド同士が合体・成長するため、変形後のボイドサイズが大きくなった(Fig. 4.10)。この現象は、動的再結晶が繰り返し起る高温・高ひずみ域では、粒界移動も活発に起きることにより、ボイド同士の合体・成長が促進される可能性が高い。なぜ液体粒子あるいはボイドが粒界と共に容易に移動可能かについての議論は難しいが、その一つの可能性として形状変化が極めて容易であるということが挙げられる。しかし、それら変形能の違いが粒界移動抑止に及ぼす影響についての研究はほとんど行われておらず、今後の課題である。

高温変形中に粒界すべりが起こることは良く知られている。この粒界すべりによって、例えば、液体粒子は容易にせん断変形を受けることが報告されている¹¹⁾。せん断変形を受けた液体粒子は、界面エネルギーの減少を駆動力として球状へと形状回復する。そして剪断変形を受けた液体粒子は粒界上で新たな2個の球状液体粒子へと変化する。全く同様のことが、ボイドでも可能である。一般的に、粒界すべりは高温・低ひずみ速度ほど起こりやすい。したがって、Figs. 4.10、4.11 に示した結果は、ひずみ速度が小さいほど容易になった粒界すべりと十分な形状回復時間によって、連続的なボイドのせん断変形と形状回復が容易となり、ボイドサイズが比較的小さくなったと理解できる。粒界すべりと粒界移動によるボイドのせん断変形と合体を模式的に表した図を Fig. 4.12 に示した。これらせん断変形と合体は高温では常に形状回復を伴っており、これはボイドの形状変化を理解する上で最も重要な因子の一つである。これを以下に述べる。

変形を受けた個体粒子あるいは液体粒子の形状回復は、それぞれ界面拡散と液体粒子内の体拡散によって支配される¹⁵⁾。その形状回復に要する時間 τ_r は、粒子の半径 r を用いて、温度一定の条件下では、固体粒子では(4.2)式、液体粒子では(4.3)式で表わされる¹⁵⁾。

$$\tau_r \propto r^2 \cdots \cdots (4.2)$$

$$\tau_r \propto r^3 \cdots \cdots (4.3)$$

ボイドの場合はボイド表面の拡散によって、表面エネルギーの減少を駆動力として形状回復がなされると考えられる。したがって、その形状回復に要する時間は半径の二乗に比例する。そのため、ボイドが小さいほど形状回復に必要な時間が急激に短くなり、また、低ひずみ速度ほど十分な回復時間が与えられたため、ボイドサイズが小さく、また、低ひずみ速度ほど低アスペクト比となったと理解できる(Fig.4 13)。このことは高温ほど形状回復が著しく、低アスペクト比になることも意味しているが、実際、本実験結果とよく一致していた。さらに、一定ひずみ速度条件下で、ひずみ量増加と共にボイドサイズが大きくなり同時にアスペクト比も大きくなった結果(Fig. 4.10)も、同様に粒界すべり、形状回復に要する時間等から合理的に理解できる。

以上の知見より、低ひずみ速度での熱間鍛造は、ボイドサイズを小さくし、かつアスペクト比を小さくできると考えられる。この結果は、熱間鍛造や熱処理によって、き裂やボイドなどの欠陥を球状化したり、サイズを低下させることができ、室温での材料の信頼性向上をもたらす可能性を示す。

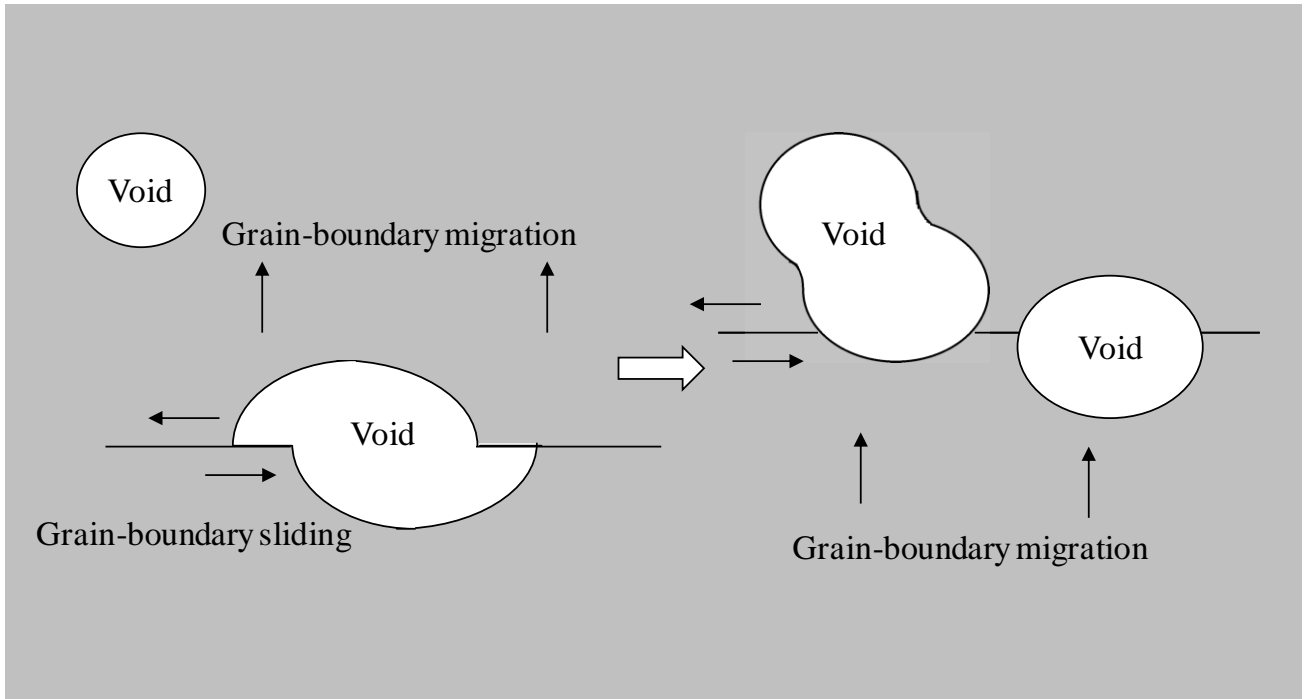


Fig. 4.12 Schematic illustrations of the shape change of voids by shear deformation and coalesce by grain boundary sliding and grain-boundary migration accompanied by surface relaxation.

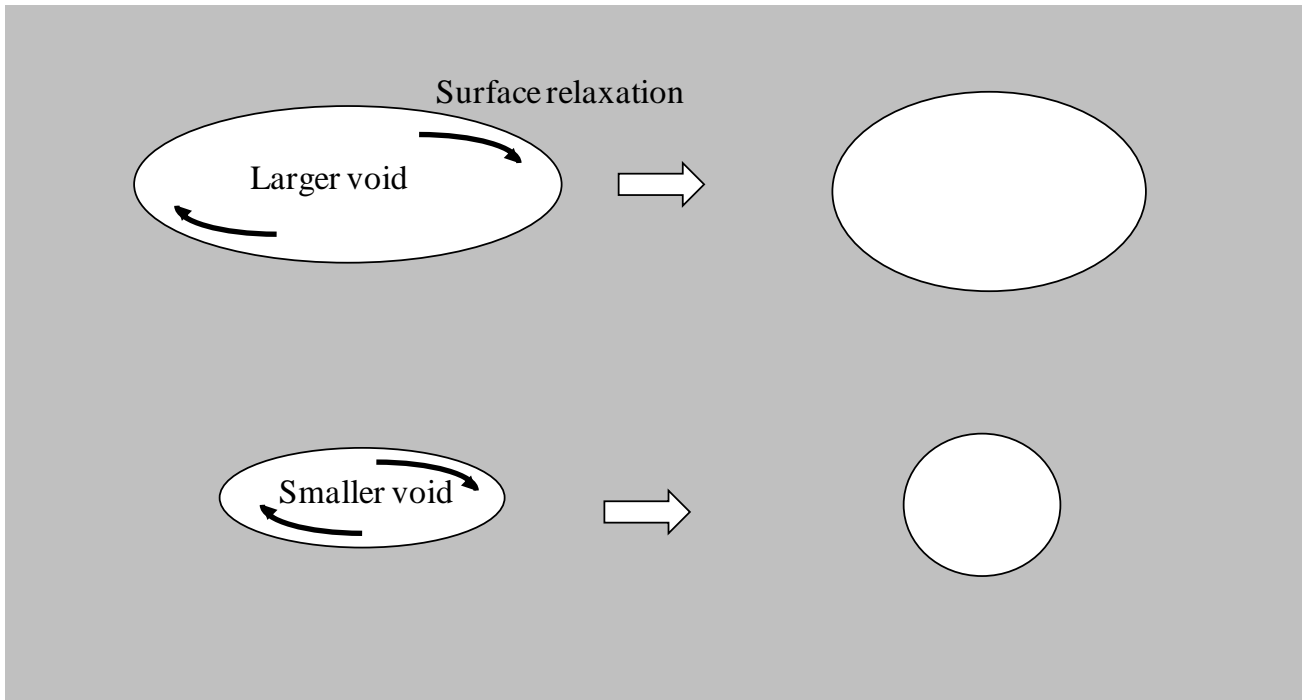


Fig. 4.13 Schematic illustrations of shape change of voids, having different sizes of voids and same aspect ratio, caused by surface relaxation. In spite of same deformation at a fixed condition, and therefore, the same aspect ratio of the voids, the shape and aspect ratio change depending on the radius after relaxation.

4.5 結論

直径約 3~5 μm 、体積率約 1.9%の微小球状ボイドを含む炭素鋼をオーステナイト域で高温圧縮変形させ、その変形挙動に及ぼすボイドの影響、並びに変形に伴うボイドの形状と分散状況の変化を調査した。結果は以下のように要約された。

- (1) 直径約 3~5 μm の微小ボイドの存在は、ボイド無しの場合と比較して、降伏応力(約 10%)、ピーク応力(約 5%)、定常状態変形応力(約 10%)を高める等、圧縮変形抵抗を上昇させる。
- (2) 直径約 3~5 μm の微小分散ボイドは動的再結晶の開始を若干遅らせるものの、固体分散粒子のような強い再結晶抑制効果を持たない。
- (3) ひずみ速度が小さくかつボイドサイズが約 10 μm 以下の場合、ボイドには緩和過程が有効に働いて球状に形状回復する。しかし、ひずみ速度が大きかつボイドサイズが約 20 μm を超える場合、十分な形状回復の時間が得られないため、ボイドはつぶれた形状となる。
- (4) 低ひずみ速度での熱間鍛造により、ボイドサイズを小さく、アスペクト比を小さくでき、室温での材料信頼性を高めることができる。この結果は、熱間鍛造や熱処理によって、き裂やボイドなどの欠陥を球状化したり、ボイドサイズを小さくすることができ、材料の信頼性向上をもたらす可能性がある。

参考文献(第 4 章)

- 1) D. J. Srolovitz, R. A. Petikovic-Luton and M. J. Luton: *Philos. Mag. A*, **48** (1983), 795.
- 2) D. J. Srolovitz, R. A. Petikovic-Luton and M. J. Luton: *Scr.Metall.*, **18** (1984), 1063.
- 3) D. J. Srolovitz, M. J. Luton, R. A. Petikovic-Luton, D. M. Barnett and W. D. Nix: *Acta Metall.*, **32** (1984), 1079.
- 4) S. Onaka, S. Soeta and M. Kato: *J. Mater. Sci.*, **25** (1990), 220.
- 5) 中嶋英治, 吉田冬樹: 変形特性の予測と制御, 日本鉄鋼協会編, 東京, (1994), 433.
- 6) R. O. Scattergood and D. J. Bacon: *Acta Metall.*, **30** (1982), 1665.
- 7) P. G. Manumare and H. P. Leighly, Jr.: *Acta Metall.*, **24** (1976), 1047.
- 8) Y. N. Osetsky and D. J. Bacon: *Philos.Mag.*, **90** (2010), 945.
- 9) C. S. Smith: *Trans. AIME*, **175** (1948), 15.
- 10) T. Nishizawa, I. Ohnuma and K. Ishida: *Mater. Trans. JIM*, **38** (1997), 950.
- 11) H. Miura, T. Otsuka, T. Sakai and S. Onaka: *Scr. Mater.*, **40** (1999), 33.
- 12) 葉英華, 中嶋英治, 栗下裕明, 後藤正治, 吉永日出男: *日本金属学会誌*, **52** (1988), 1255.
- 13) 酒井拓: *日本金属学会報*, **17** (1978), 195.
- 14) *金属データブック*, 日本金属学会編, 丸善, 東京, (1974), 25.
- 15) S. Onaka, S. Hashimoto, S. Miura and M.Kato: *Acta Metall. Mater.*, **43** (1995), 1577.

第5章 総括

5.1 本研究の工業的応用

これまで各章にて、鋼中のセメンタイトや微細炭化物などの分散相やボイドが、中炭素鋼の組織や機械的特性に及ぼす影響を述べてきた。以下に、本研究の工業的応用として検討した球状セメンタイトのサイズと分散状態を制御した冷間鍛造用線材の開発例について述べる。

5.1.1 組織制御の考え方

冷間鍛造は、材料歩留まりが高いことに加え、加工時間が短く生産性に優れることから、ボルトや歯車など多くの機械部品の成形に採用されている。一方、被成形材の高強度化にともなって、鍛造金型の摩耗や破損、あるいは、被成形材の加工割れが増加してきた。これらの抑制には、被成形材の変形抵抗を低く（降伏強度を低く）するとともに、延性を向上させることが有効である。以下では、中炭素鋼のセメンタイトのサイズと分散状態を制御して、被成形材の変形抵抗低減と延性を向上させる方法を検討した。

第2章では、球状セメンタイトが分散した鋼の組織因子と機械的特性の関係を検討した。その結果、球状セメンタイトが分散した中炭素鋼の強度と延性に及ぼす組織の影響について、以下の結論を得た。

- i) 降伏強度は、セメンタイト間隔とフェライト粒径のそれぞれの $-1/2$ 乗で整理でき、セメンタイト間隔やフェライト粒径が大きくなると低下する。
- ii) 断面収縮率は、セメンタイトの粒径の粗大化にともなって低下する。

これらの知見より、中炭素冷間鍛造用鋼の低変形抵抗と高延性を両立した加工性に優れる組織は、セメンタイトサイズが微細で、かつフェライト粒径が大きい組織と判断できる。

次に、上記の組織を得る方法を検討した。第2章で考察したように、セメンタイトが均一に分散すると、粒界に偏在したときより、フェライト粒径が大きくなる。これより、球状化焼鈍前組織として、フェライト/パーライト混合組織より、パーライトやベイナイトの単相組織やパーライト/ベイナイト混合組織が有効と考えられる。さらに、第2章で検討したように、伸線加工した後に A_1 点直下でのSA処理を行うことで、SA処理後に微細なセメンタイトが均一に分散し、かつフェライト粒径が大きい組織が得られると推察される。

このような組織は低変形抵抗と高延性を両立できると考えられる。

5.1.2 開発鋼の製造条件と材質特性

(1) 開発鋼の製造条件

上述の考えに基づいて、JIS G3507 に規定された冷間圧造用炭素鋼線材 SWRCH40K を用い、冷間鍛造用鋼を作製した。SWRCH40K は、焼入れ性を高めるために Mn を含有しており、600~700MPa の引張強度であるボルト等の機械部品に使用される。Table 5.1 に示した化学組成からなる鋼を、転炉で溶製した後、連続鋳造と分塊圧延を行い、断面 122×122mm² のビレットを作製した。その後、直径 7.0mm に熱間圧延した後、圧延機後方に設置した、溶融塩槽¹⁾に浸漬して線材を作製した。従来鋼は、直径 7.0mm に熱間圧延した後、ステルモア設備²⁾を用いて風冷して作製された。

第 2 章で得られた知見に基づき、熱間圧延して作製された線材を、Fig. 5.1 に示した条件で伸線加工と SA 処理を行った。開発鋼(以下 SWRCH40K-P と称す)は、溶融塩槽に浸漬した線材を用いて、伸線加工を行った後、A₁ 点直下での SA 処理を行って作製された(Fig. 5.1(a))。なお、従来鋼(以下 SWRCH40K-FP と称す)は、2 回の SA 処理を行うことにより作製された(Fig. 5.1(b))。

Table 5.1 Chemical composition of tested steel (mass%).

Steel	C	Si	Mn	P	S	Fe
SWRCH40K	0.37	0.21	0.73	0.013	0.005	Bal.

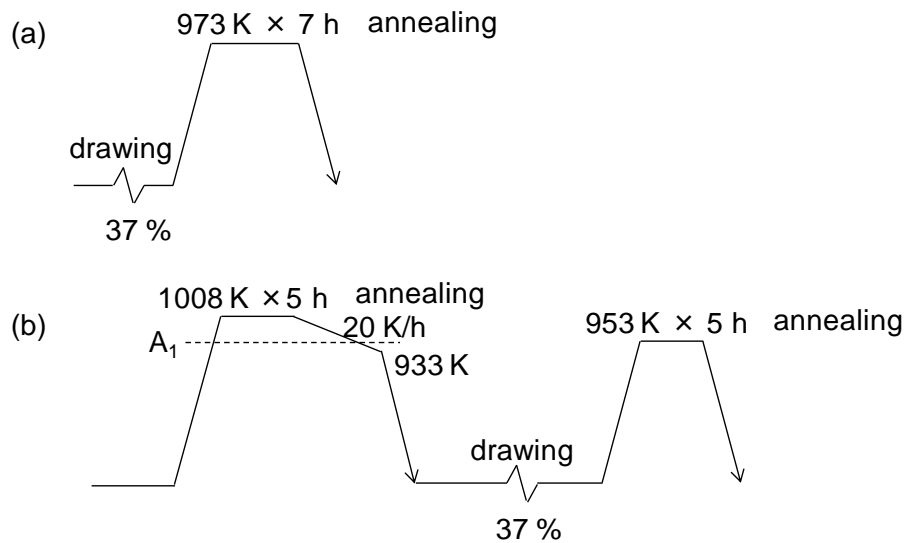


Fig.5.1 Thermal cycles of thermo-mechanical processes employed for spheroidized annealing.

(2)開発鋼の組織と材質特性

Fig. 5.2 に、SA 処理した後の組織を示す。SWRCH40K-P は、SWRCH40K-FP に比べて、より微細で均一に分布した球状セメンタイトを含む組織であった。

冷間鍛造性の評価指標には、Osakada et al. が提案した端面拘束圧縮試験³⁾から求めた圧縮変形抵抗と限界圧縮率を用いた。試験片と金型には、日本塑性加工学会冷間鍛造分科会基準に準拠して、Fig. 5.3 に示した直径 5.0mm、高さ 7.5mm の円柱型試験片と同心円の溝付きの耐圧板を用いた^{4,5)}。

圧縮試験により評価した応力-ひずみ曲線を Fig.5.4 に示す。SWRCH40K-P は、SA 処理を 1 回しかしていないにもかかわらず、SA 処理を 2 回した SWRCH40K-FP と同様のフローカーブを示し、両者の変形抵抗は同等と推察される。

一方、Fig.5.5 に、SWRCH40K-P と SWRCH40K-FP の加工割れが発生する限界の圧縮率(以下限界圧縮率と称す)を示す。なお、加工割れの評価には、試験片の長手方向に 0.15R、深さ 0.8mm の切欠きを有する試験片を用いた。圧縮率 e は下記 (5.1) 式で表わされる。

$$e = \frac{h_0 - h}{h_0} \times 100 (\%) \cdots (5.1)$$

ここで h_0 は試験片の初期高さ、 h は試験後の試験片高さである。SWRCH40K-P の限界圧縮率は、SWRCH40K-FP より高かった。この結果は、SWRCH40K-P は SWRCH40K-FP と比べてより高いひずみまで加工割れの発生が抑制できることを示す。この理由は、第 2

章で明らかにしたように、球状セメンタイトのサイズが小さく、セメンタイトとフェライト界面でのき裂の発生が抑制されたためと推定できる。

5.1.3 開発鋼の工業的利用

本研究の知見に基づいて開発した中炭素冷間鍛造用鋼は、上述のように割れ発生の限界圧縮率が高い特性を有していた。これより、成形の際に、加工割れの発生を抑制でき、より複雑な形状に加工できる可能性があり、機械部品の高機能化や生産性向上に寄与すると推察される。

一方、従来の冷間鍛造用鋼では、複雑な形状の部品を成形する際には、加工割れの発生を抑制させるため、複数回の伸線加工や SA 処理を行って製造している。開発した冷間鍛造用鋼は、2 回の SA 処理を行って製造した従来の冷間鍛造用鋼より、限界圧縮率が高かった。このため、SA 処理回数が削減でき、焼鈍費用の低減や、生産性の向上に寄与すると推察される。

こうして開発した冷間鍛造用鋼の適用により、機械部品の製造コストの低減や、部品形状の複雑化に寄与し、機械部品の低コスト化と高機能化に貢献すると期待される。現在、種々の機械部品への適用へ向け、試作評価を行っている。

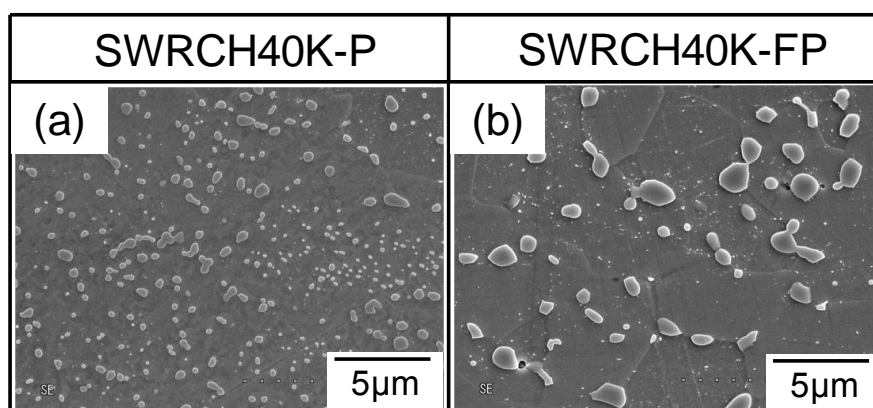


Fig. 5.2 SEM images showing microstructures after spheroidizing annealing (a) SWRCH40K-P, (b) SWRCH40K-FP, respectively.

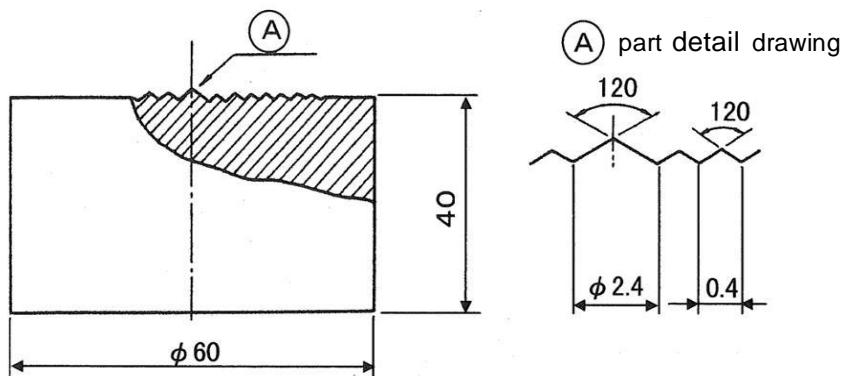
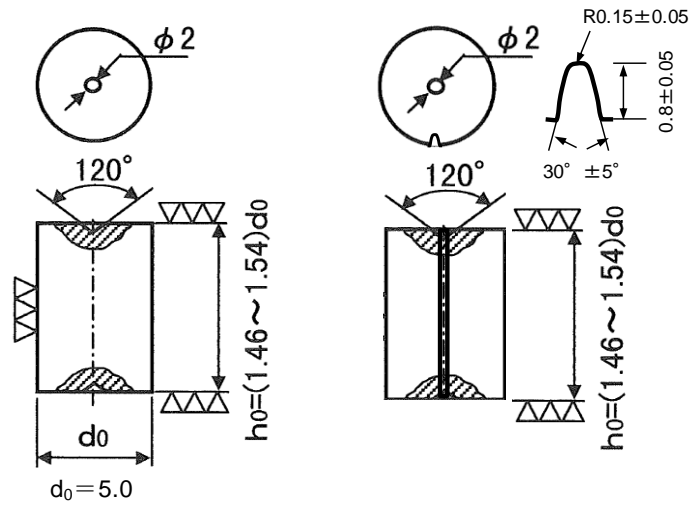


Fig. 5.3 Schematic diagrams of the die and specimen for upsetting test^{4,5}.

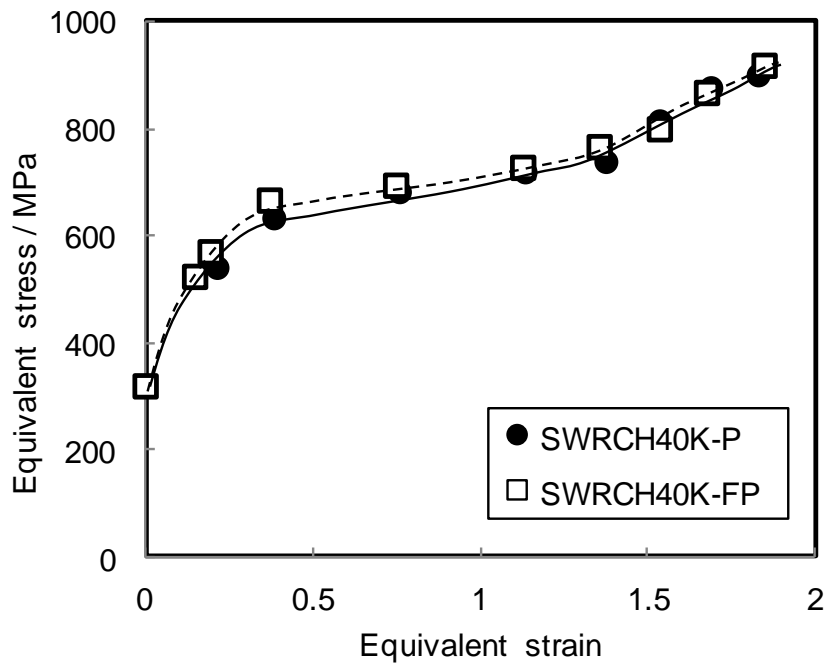


Fig. 5.4 Stress – strain curves obtained by upsetting test.

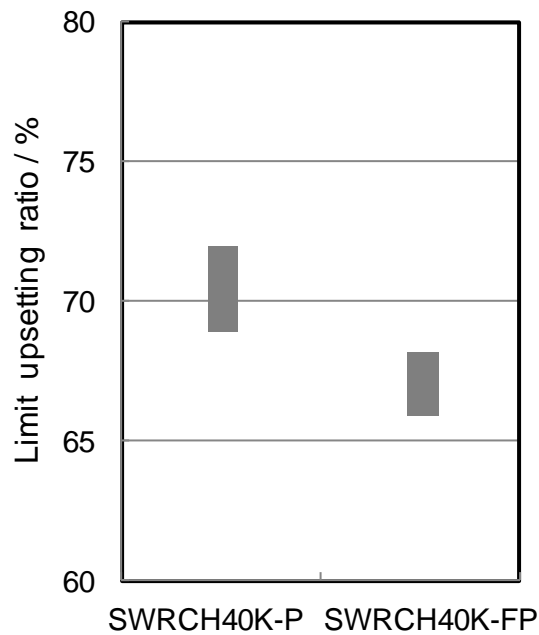


Fig. 5.5 Limit upsetting ratio of SWRCH40K-P and SWRCH40K-FP.

5.2 結論

機械構造用鋼は、自動車などの機械部品や建築用ボルトなど幅広い分野で使用されている。近年では、これらの部品に対して、高強度化や高機能化とともに、低価格化が求められている。このため、部品形状に成形する際には加工性に優れ、部品として使用する際には高強度化できるという、相反する性能が求められている。鋼中の分散相は、強度や加工性など材質特性に大きな影響を及ぼすため、これらを用いた材質制御が期待されている。

本研究では、機械構造用鋼の加工性向上と高強度化を両立させることを目的に、中炭素鋼の強度や延性などの機械的特性に及ぼす分散相（セメンタイト、炭化物）と微小ボイドの影響について調査するとともに、分散相やボイドの形状、これらの分散状態の制御方法についても検討した。

本研究によって、セメンタイトが分散した鋼の降伏強度や延性を支配する組織因子の影響が明らかとなった。この結果、冷間鍛造性を改善するための、適正な組織として、微細な球状セメンタイトを均一分散させて、かつ、フェライト粒を粗粒にすることが有効であるとの知見が得られた。このような組織を得るためには、SA 前組織を、ラメラ間隔の小さいパーライト組織とすること、伸線減面率 30%以上の予加工を与えること、SA 処理温度を A_1 点直下とすることが有効であることが判明した。さらに、微細な炭化物が分散した中炭素ベイナイト鋼の析出強化について検討し、高い析出強化量を得るためには、Nb、Ti、V の複合炭化物が有効であること、および複合炭化物による強化機構を考察し、炭化物とフェライトマトリックスのミスフィットパラメータを用いて析出強化量を推定できることを示した。また、鋼中に分散した微小ボイドが熱間鍛造性に及ぼす影響とボイドの形状変化を検討し、鋼中に分散した微小ボイドは、熱間変形抵抗を高めること、およびボイドの形状は熱間鍛造条件により変化することを確認した。この結果、熱間鍛造によって、き裂やボイドの形状を制御することができ、室温における材料信頼性の向上をもたらす可能性がある。

これらの知見に基づいて、中炭素冷間鍛造用鋼を開発し、SA 処理回数を削減しても、優れた冷間鍛造性が得られることを確認した。開発した鋼は、ボルト等の機械部品の焼鈍工程の省略による低コスト化や、加工割れ抑制による生産性向上に貢献することが期待され、現在、種々の機械部品への活用を試みている。

以下に本論文の各章で得られた結論を示す。

第 1 章では、機械構造用鋼の概要と課題を述べ、分散相を利用した機械構造用鋼の組織

や材質制御に関するこれまでの知見を整理した。そして、機械構造用鋼の成形時の加工性改善と、最終製品での高強度化を両立する技術の確立に向け、中炭素鋼の機械的特性(変形抵抗、延性、強度)に及ぼす組織因子(フェライト粒径、セメンタイトサイズ)、微細炭化物やボイドの影響を明らかにすることを本研究の目的とした。

第2章では、球状セメンタイトが分散した中炭素鋼の金属組織と機械的特性について検討した。まず、SA処理後の降伏強度、断面収縮率や組織因子(セメンタイトサイズ、フェライト粒径)に及ぼす前組織、予加工、およびSA処理温度の影響を系統的に調査した。その結果、i)前組織を微細パーライト組織にすると、SA処理後にセメンタイトが均一、かつ微細に分散し、延性が向上すること、ii)前組織を微細パーライト組織にすると、フェライト/パーライト組織より短時間のSA処理でラメラ組織が球状化することを確認した。また、球状セメンタイトが分散した鋼の降伏強度や断面収縮率に及ぼす組織因子の影響について考察し、降伏強度は、平均セメンタイト間隔と平均フェライト粒径の増大ともなって低くなること、断面収縮率は、平均セメンタイトサイズの増大とともに小さくなることを明らかにした。この結果より、低変形抵抗と高延性を両立するためには、フェライト粒径を大きくして、セメンタイトサイズを微細にすることが有効であることを提示した。さらに、SA処理による軟質化挙動に及ぼす組織因子の影響を検討し、SA処理後のパーライト鋼とフェライト/パーライト鋼の降伏強度の差異は、球状セメンタイトのサイズと分布状態の違いから説明できることを示した。

第3章では、微細炭化物が分散した中炭素鋼の析出強化量と強化機構について検討した。Nb, Ti, Vを複合添加した中炭素ベイナイト鋼は、それらの元素を単独添加したときよりも、析出強化量が大きくなることを確認した。また、複合炭化物による析出強化機構について考察し、Nb, Ti, Vの複合添加による析出強化量は、炭化物とフェライトマトリックスのミスフィットパラメータとcutting機構によって説明できることを示した。さらに、炭化物の組成から算出したミスフィットパラメータを用いて、中炭素ベイナイト鋼の複合炭化物による析出強化量を推定できることを提示した。

第4章では、微小ボイドが分散した中炭素鋼の高温変形挙動について検討した。平均粒径 $3\sim 5\mu\text{m}$ の微小球状ボイドを含む中炭素鋼をオーステナイト域で高温変形させ、その変形挙動に及ぼすボイドの影響、および変形に伴うボイドの形状と分散状況の変化を調査した。その結果、微小ボイドの存在は、ボイド無しの場合と比較して、降伏応力(約10%)、ピーク応力(約5%)、定常状態変形応力(約10%)を高める等、変形抵抗を上昇させることを

確認した。また、ひずみ速度が小さく、かつボイドサイズが約 $10\ \mu\text{m}$ 以下の場合、球状に形状回復するが、ひずみ速度が大きくかつボイドサイズが約 $20\ \mu\text{m}$ を超える場合、ボイドはつぶれた形状となり、形状回復しないことを確認した。この結果、低ひずみ速度での熱間鍛造により、ボイドサイズが小さい場合に、アスペクト比を小さくすることができ、室温での材料信頼性の向上をもたらす可能性があることを提示した。

第 5 章では、本研究の工業的応用として冷間鍛造用鋼の開発例について述べた。開発した中炭素冷間鍛造用鋼は、割れ発生の限界圧縮率が高く、SA 処理回数を減らしても加工割れの発生を抑制できることを確認した。この開発鋼を適用することで、SA 処理回数が削減され、製造コストが低減できる可能性があることを確認した。

5.3 今後の展開

本研究において、冷間鍛造性の評価指標に引張試験から求めた降伏強度と断面収縮率を用いた。実際の冷間鍛造では、塑性変形後の加工硬化の影響も変形抵抗に影響を与える。加工硬化の影響も考慮し、変形抵抗に及ぼす組織因子(フェライト粒径、セメンタイトサイズ、セメンタイト間隔)の影響を解明することが今後の課題である。さらに、中炭素冷間鍛造用鋼の成形時の加工性と、最終製品での高強度化を両立する技術の確立が課題である。

また、本研究の結果、ボイドなどの鋼中の欠陥のサイズや形状を熱間鍛造により制御できる可能性が見出された。欠陥の制御技術をさらに発展させ、高信頼性を有する材料への適用技術の確立が課題である。

参考文献(第 5 章)

- 1) 福岡家信, 岡栄一: 新日鐵技法, **343** (1992), 5.
- 2) 第 3 版鉄鋼便覧Ⅲ(2), 日本鉄鋼協会編, 丸善, 東京, (1980), 892.
- 3) K. Osakada, T. Kawasaki, K. Mori: Ann. CIRP, **30** (1981), 135.
- 4) 冷間鍛造分科会材料研究班: 塑性と加工, **22** (1981), 139.
- 5) 戸田正弘: 博士論文, 大阪大学, (1999).

謝辞

本論文を作成するにあたり、終始、懇切丁寧なご指導とご鞭撻を賜りました豊橋技術科学大学機械工学系 三浦博己教授に、心より感謝の意を表するとともに厚く御礼申し上げます。また、本論文の作成にあたり、電気通信大学情報理工学研究科知能機械工学専攻 松村隆准教授には、貴重なご助言と丁寧なご指導を賜りました。深く感謝の意を表するとともに厚く御礼申し上げます。電気通信大学情報理工学研究科知能機械工学専攻 久保木孝教授、小池卓二教授、豊橋技術科学大学機械工学系 小林正和准教授には、本論文に対して貴重なご助言を賜りました。謹んで感謝の意を表します。

本論文の研究の多くは新日鐵住金株式会社で行われました。前君津技術研究部長 吉永直樹博士には、本論文の作成の機会を与えて頂くとともに、励ましとご配慮を頂きました。君津技術研究部長 原卓也博士には、励ましとご配慮を頂くとともに、懇切丁寧なご指導を賜りました。顧問 潮田浩作博士には、貴重なご助言とご指導を賜りました。深く感謝の意を表するとともに厚く御礼申し上げます。前室蘭技術研究部長 越智達朗博士、鉄鋼研究所棒線研究部 平上大輔博士、君津技術研究部 松井直樹博士には、多くのご助言を頂きました。厚く御礼申し上げます。

本研究を遂行するにあたり、貴重な討論やご協力を頂きました新日鐵住金株式会社鉄鋼研究所、君津技術研究部、室蘭技術研究部、君津製鉄所、室蘭製鉄所の関係者の方々に、厚く御礼申し上げます。

関連論文の印刷公表の方法及び時期

- (1) 小此木真, 平上大輔, 原卓也, 三浦博己
“球状化焼鈍した中炭素パーライト鋼の機械的特性に及ぼす前組織の影響”
鉄と鋼, Vol.102, No.2, pp.96-104(2016). (第 2 章)

- (2) M. Okonogi, T. Hara, H. Miura
“Precipitation hardening behavior of complex carbides in medium carbon bainitic steels with Nb, Ti, and V addition”
(投稿準備中) (第 3 章)

- (3) H. Miura, T. Sakai, M. Okonogi, N. Yoshinaga
“Deformation behavior of carbon steel with dispersed fine voids at elevated temperatures”
Materials Science and Engineering A, 483-484, pp.590-593 (2008). (第 4 章)

- (4) M. Okonogi, N. Yoshinaga, H. Miura
“High-temperature deformation behavior of carbon steel containing dispersed fine voids”
The 8th Pacific Rim International Congress on Advanced Material and Processing, pp.879-884 (2013). (第 4 章)

- (5) 小此木真, 吉永直樹, 三浦博己
“炭素鋼のオーステナイト域高温圧縮変形における分散ボイド形状の変化と変形抵抗”
鉄と鋼, Vol.100, No.5, pp.656-661(2014). (第 4 章)