

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4164589号
(P4164589)

(45) 発行日 平成20年10月15日(2008.10.15)

(24) 登録日 平成20年8月8日(2008.8.8)

(51) Int. Cl. F I
C 2 1 D 8/02 (2006.01) C 2 1 D 8/02 A
 C 2 2 C 38/00 (2006.01) C 2 2 C 38/00 3 0 1 A
 C 2 2 C 38/06 (2006.01) C 2 2 C 38/06

請求項の数 4 (全 8 頁)

<p>(21) 出願番号 特願平11-246819 (22) 出願日 平成11年8月31日(1999.8.31) (65) 公開番号 特開2001-73035(P2001-73035A) (43) 公開日 平成13年3月21日(2001.3.21) 審査請求日 平成18年5月26日(2006.5.26)</p> <p>前置審査</p>	<p>(73) 特許権者 301023238 独立行政法人物質・材料研究機構 茨城県つくば市千現一丁目2番地1 (73) 特許権者 000001258 J F E スチール株式会社 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 (73) 特許権者 503360115 独立行政法人科学技術振興機構 埼玉県川口市本町4丁目1番8号 (73) 特許権者 000006655 新日本製鐵株式会社 東京都千代田区大手町2丁目6番3号 (74) 代理人 100093230 弁理士 西澤 利夫</p> <p style="text-align: right;">最終頁に続く</p>
--	--

(54) 【発明の名称】 超微細組織鋼の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

化学組成が質量%で C : 0 . 0 1 - 0 . 2 % , S i : 0 . 0 2 - 1 . 0 % , M n : 0 . 2 - 2 . 0 % , A l : 0 . 0 0 1 - 0 . 1 % , N : 0 . 0 0 1 - 0 . 1 % , P < 0 . 2 % , S < 0 . 0 0 1 % を含み、残部が F e および不可避の不純物からなる平均粒径が 1 0 μ m 以下のフェライトとオーステナイト、パーライト、セメンタイト、マルテンサイトの少なくとも1種からなる組織を有する鋼を、加工開始温度が 7 0 0 以下 4 0 0 以上であって、加工仕上温度が 6 0 0 以下 4 0 0 以上の温度範囲で、ひずみ 0 . 7 以上の加工を行うことを特徴とする超微細組織鋼の製造方法。

【請求項2】

請求項1に記載の超微細組織鋼の製造方法において、鋼を A c 3 点以上に加熱してオーステナイト化した後、A e 3 点以下の準安定オーステナイト域で加工を与え、平均粒径で 1 0 μ m 以下のフェライト粒と残部がオーステナイト、パーライト、セメンタイト、マルテンサイトの少なくとも1種からなる状態を形成させることを特徴とする超微細組織鋼の製造方法。

【請求項3】

請求項1または2に記載の超微細組織鋼の製造方法において、平均粒径で 1 0 μ m 以下のフェライト粒の体積率が 7 0 % 以上で、残部がオーステナイト、パーライト、セメンタイト、マルテンサイトの少なくとも1種からなる状態を形成させることを特徴とする超微細組織鋼の製造方法。

【請求項 4】

請求項 1 ないし 3 のいずれか一項に記載の超微細組織鋼の製造方法により得られた超微細組織鋼で、フェライトの平均粒径が $1.5 \mu\text{m}$ 以下で、第 2 相としてセメンタイト、パーライト、マルテンサイト、オーステナイトの少なくとも 1 種を含み、引張強さが 650MPa 以上であることを特徴とするフェライト粒主体鋼。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この出願の発明は、超微細組織鋼の製造方法に関するものである。さらに詳しくは、この出願の発明は、高価な合金元素を必要とせず、平均粒径が $1.5 \mu\text{m}$ 以下の超微細組織鋼の製造を可能とする新しい製造方法に関するものである。

10

【0002】

【従来の技術とその課題】

フェライト粒の微細化は高価な合金元素の添加を必要とせず、また、延性脆性遷移温度も低下させることができるため、従来、理想的な高強度化手法であると考えられてきている。しかしながら、実際には、最も広く用いられている制御圧延・制御冷却法では $5 \mu\text{m}$ がフェライト粒微細化の限界であった。

【0003】

一方、近年、フェライトの割合が 50% 以上の 2 相域で 50% 以上の圧下を行うことにより、 $2 - 3 \mu\text{m}$ のフェライト粒組織を得る方法が提案されている（特開平 8 - 60239）。しかし、この方法では、 $0.1 - 0.15\%$ C の Si - Mn 鋼の引張強度は、フェライト粒径が $2.6 \mu\text{m}$ の場合で 520MPa 程度で、微細化による高強度化が期待されたほどではない。

20

【0004】

さらに、粒子径が $0.1 - 1 \mu\text{m}$ の酸化物粒子を $0.02 - 0.5$ 個 / μm^2 の密度で分散させた鋼をオーステナイト域で累積圧下率 $10 - 70\%$ の圧延を行い冷却後、フェライトの割合が $50 - 90\%$ の状態から累積圧下率 $30 - 90\%$ の圧延を行うことによってフェライト粒径が $1.4 - 2.2 \mu\text{m}$ の微細組織を得る方法が提案されている（特開平 9 - 202919）。しかし、この方法では、 $0.02 - 0.5$ 個 / μm^2 という多くの酸化物を分散させる必要がある。さらに、 $0.13\text{C} - 0.28\text{Si} - 1.36\text{Mn}$ 鋼（Al 酸化物分散数 0.06 個 / μm^2 ）で、平均フェライト粒径を $1.9 \mu\text{m}$ となった場合でも、引張強度は 448MPa であった。

30

【0005】

この出願の発明者らも、Ar 3 点以上の温度で 50% 以上の圧縮加工を加えることにより、平均粒径が $3 \mu\text{m}$ 以下で方位差角 15° 以上の大角粒界に囲まれた超微細組織鋼の製造方法を発明した（特開平 11 - 92861）。だが、この方法の場合には、1 パス加工が検討されているため、より工業的に広く展開してゆくには、多パス化してゆく方法が求められてきた。

【0006】

また、この出願の発明者らは、マルテンサイト組織鋼をフェライト域に再加熱し、温間加工再結晶させて、フェライト平均粒径 $2.5 \mu\text{m}$ 以下の超微細フェライト主体鋼を発明した（特開平 11 - 92860）。しかし、この方法は出発組織をマルテンサイトとすることや、再加熱工程が必要であることから、より平易な製造方法が求められている。

40

【0007】

そこで、この出願の発明は、以上のとおりの経緯を踏まえ、より工業的に実際化しやすく、平易なプロセスとして実現可能であって、しかも従来よりもはるかに微細組織化することが可能な、新しい超微細組織鋼の製造方法を提供することを課題としている。

【0008】

【課題を解決するための手段】

この出願の発明は、上記の課題を解決するものとして、第 1 には、化学組成が質量 % で

50

C : 0 . 0 1 - 0 . 2 % , S i : 0 . 0 2 - 1 . 0 % , M n : 0 . 2 - 2 . 0 % 、 A l : 0 . 0 0 1 - 0 . 1 % , N : 0 . 0 0 1 - 0 . 1 % , P < 0 . 2 % , S < 0 . 0 0 1 % を含み、残部が F e および不可避的不純物からなる平均粒径が 1 0 μ m 以下のフェライトとオーステナイト、パーライト、セメンタイト、マルテンサイトの少なくとも 1 種からなる組織を有する鋼を、加工開始温度が 7 0 0 以下 4 0 0 以上であって、加工仕上温度が 6 0 0 以下 4 0 0 以上の温度範囲で、ひずみ 0 . 7 以上の加工を行うことを特徴とする超微細組織鋼の製造方法を提供する。

【 0 0 0 9 】

また、この出願の発明は、第 2 には、上記第 1 の超微細組織鋼の製造方法において、鋼を A c 3 点以上に加熱してオーステナイト化した後、A e 3 点以下の準安定オーステナイト域で加工を与え、平均粒径で 1 0 μ m 以下のフェライト粒と残部がオーステナイト、パーライト、セメンタイト、マルテンサイトの少なくとも 1 種からなる状態を形成させることを特徴とする超微細組織鋼の製造方法を提供し、第 3 には、上記第 1 または第 2 の超微細組織鋼の製造方法において、平均粒径で 1 0 μ m 以下のフェライト粒の体積率が 7 0 % 以上で、残部がオーステナイト、パーライト、セメンタイト、マルテンサイトの少なくとも 1 種からなる状態を形成させることを特徴とする超微細組織鋼の製造方法を提供する。

さらにこの出願の発明は、第 4 として、上記第 1 ないし第 3 いずれか一つの超微細組織鋼の製造方法により得られた超微細組織鋼で、フェライトの平均粒径が 1 . 5 μ m 以下で、第 2 相としてセメンタイト、パーライト、マルテンサイト、オーステナイトの少なくとも 1 種を含み、引張強さが 6 5 0 M P a 以上であることを特徴とするフェライト粒主体鋼を提供する。

【 0 0 1 2 】

以上のとおりのこの出願の発明は、発明者らによる次のような検討と知見に基づいている。

すなわちまず、発明者らは、添付の図 1 に示すように、強度とフェライト粒径の関係を見出している (CAMP-ISIJ, Vol.12(1999) 365)。S M 4 9 0 鋼の場合、フェライト粒径 3 . 0 μ m ではピッカース硬さで 1 9 0 であり、2 . 0 μ m では 1 9 5 であった。フェライト粒径 1 . 5 μ m では 2 1 0 であるが、1 . 5 μ m 以下になると硬さは大きく上昇し、フェライト粒径 1 . 0 μ m では、2 3 0 となる。したがって、微細化によって効果的に高強度 (ピッカース硬さで 2 1 0 以上、6 5 0 M P a の引張強度に相当) を得るには、フェライト粒径は 1 . 5 μ m 以下とすべきことがわかった。

【 0 0 1 3 】

なお、引張強度 (M P a) はピッカース硬さの 3 . 0 - 3 . 3 倍である。発明者らの先の提案 (特開平 1 1 - 9 2 8 6 1) は相変態により、微細フェライトを形成せしめる方法であり、また、別の提案 (特開平 1 1 - 9 2 8 6 0) は再結晶により微細フェライトを形成せしめる方法であることを特徴としている。これら提案のさらなる検討で、発明者らは、相変態においても、再結晶においても、生成するフェライト粒径は、加工前の粒径に大きく影響され、単純には式 1 で表することができることを明らかにした。

【 0 0 1 4 】

【数 1】

$$D = \left\{ k \frac{D_0}{\exp(\varepsilon)} \right\}^c \quad \text{①}$$

【 0 0 1 5 】

ここで、 D_0 (μ m) は加工前のオーステナイト粒径またはフェライト粒径で、 D は加工後の相変態または再結晶して得られるフェライトの粒径で、 k はひずみであり、符号は正

である。加工前の粒径をできる限り微細にすることが、最終的に微細なフェライト粒組織を得るためには重要であり、また、加工量の軽減につながるのである。

【0016】

そこで、この出願の発明者は、加工前のフェライト粒径を微細にする方法として、オーステナイトの加工 + 変態を用い、微細なフェライト粒をさらに微細化する方法として、フェライトの加工 + 再結晶を利用し、両者を組み合わせるという方法を特徴としたこの出願の上記のとおりを発明を完成した。

【0017】

【発明の実施の形態】

この出願の発明は、上記のとおりの特徴をもつものであるが、以下にその実施の形態について説明する。

【0018】

この出願の発明の超微細組織鋼の製造方法を具体的に説明すると、代表的には、「オーステナイト（加工 + 変態）微細フェライト粒 < 10 μm + オーステナイト or パーライト（加工 + 再結晶）微細フェライト粒 < 1.5 μm + パーライト or セメンタイト」のプロセスとなる。ここで、重要な点は変態生成するフェライト粒の大きさで、10 μm 以下、望ましくは 5 μm 以下とすることである。10 μm 以下のフェライト粒径を変態生成させるためには、20 μm 程度の小さなオーステナイト粒を加速冷却することによっても得られるが、先の発明者らの提案（特開平 11 - 92861）でも示したように、準安定（過冷）オーステナイトを強加工することがより微細なフェライト粒径を得るために優れた方法であり、5 μm 以下のフェライト粒径を得ることができる。残部はオーステナイトでも、パーライト、セメンタイト、マルテンサイトのいずれか 1 種または 2 種以上でもよい。このような微細フェライト粒を再結晶温度域で加工することによって微細なフェライトが得られる。ここで再結晶温度域とは、加工開始温度が 700 以下 400 以上 であって、加工仕上げ温度が 650 以下 400 以上の温度範囲をさす。加工温度が 400 未満となると、すべてのフェライト粒が再結晶せず、伸長粒が見られるようになる。さらに、加工仕上げ温度が 650 を超えると、微細なフェライト粒は得られない。加工量としては、フェライトを再結晶により微細化するためには、加工温度に依存するが、ひずみが 0.7 以上は必要である。また、加工は多パスで与えてもよい。

【0020】

この出願の発明によって、平均粒径 1.5 μm 以下の微細組織鋼が製造可能であり、たとえば、引張り強度で 650 MPa 以上の鋼が得られることになる。

【0021】

【実施例】

そこで以下に、この発明の実施例を示し、さらに詳しく実施の形態について説明する。

【0022】

なお、全実施例および参考例においてフェライト粒径は直線切断法によって測定した。ビッカース硬さの測定荷重は 4.9 N であった。

参考例

表 1 の鋼種 1 の成分を有する板（板厚 12 mm）を 900 に 60 s 加熱を行い、完全にオーステナイト化した。オーステナイト粒径は 17 μm であった。650 まで 10 K/s で冷却し、平均粒径 8 μm のフェライト + オーステナイト + パーライト組織にした。フェライトの体積率は 70 % であった。直ちに試験片中心部に圧縮ひずみ = 2.3、ひずみ速度 10 / s の加工を与え、直ちに 10 K/s で冷却を行った。得られた組織はフェライト + セメンタイト組織であり、試験片中心部の平均フェライト粒径は 0.8 μm であった（図 2）。ビッカース硬さは 241 であった。

実施例 1

表 1 の鋼種 1 の成分を有する板（板厚 12 mm）を 900 に 60 s 加熱を行い、完全にオーステナイト化した。オーステナイト粒径は 17 μm であった。600 まで 10 K/s で冷却し、平均粒径 8 μm のフェライト + パーライト組織にした。フェライトの体積

10

20

30

40

50

率は75%であった。直ちに試験片中心部に圧縮ひずみ = 2.3の加工を与え、直ちに10K/sで冷却を行った。得られた組織はフェライト+セメンタイト組織であり、試験片中心部の平均フェライト粒径は0.5μmであった(図3)。ビッカース硬さは287であった。

実施例2

表1の鋼種1の成分を有する棒鋼(115×L600mm)を900で完全にオーステナイト化した。オーステナイト粒径は30μmであった。この棒鋼を750まで冷却し、穴型圧延により79mm(減面率53%)まで加工を与えた。この過程でオーステナイトの一部はフェライトに変態し、得られた平均フェライト粒径は10μmであり、残部はオーステナイトであった。この鋼を600まで冷却し、組織をフェライト+パーライト+オーステナイトとした。フェライトの体積率は75%であった。直ちに穴型圧延により24mm角(減面率91%, 圧縮ひずみ = 2.4)まで多パス加工を行った。直ちに水冷した。仕上温度は600であった。得られた組織はフェライト+セメンタイト組織であり、平均フェライト粒径は1.0μmであった(図4)。ビッカース硬さは232であった。

実施例3

表1の鋼種1の成分を有する板(T60×L60×W30mm)を900で完全にオーステナイト化した。オーステナイト粒径は25μmであった。この板を750まで冷却し、鍛造によりT60 30mmとなるように圧縮加工を加えた。この結果、幅W=約60mmとなったが、幅方向を圧縮加工としてふたたび、30mmとなるように圧縮加工した。この過程でオーステナイトの一部はフェライトに変態し、このときの平均フェライト粒径は3.5μmであり、残部はオーステナイト(体積率50%)であった。この鋼を700まで冷却し、直ちにT10mm(減面率65%, 圧縮ひずみ = 1.1)までロール圧延を行った。このときの仕上温度は600であった。得られた組織はフェライト+パーライト組織であり、平均フェライト粒径は1.3μmであった(図5)であった。ビッカース硬さは220、引張強さは、680MPaであった。

比較例1

表1の成分を有する板を1050で完全にオーステナイト化した。この板を830で圧延終了するように減面率50%の粗圧延を行った。その後、直ちに0.4K/sで冷却し、フェライト平均粒径20μmのフェライト+オーステナイト組織とした。板を引き続き730から700で73%の仕上げ圧延を行った。得られたフェライト粒径は2.7μmであった。ビッカース硬さは156、引張強度は514MPaであった。

比較例2

表1の成分を有する板を1050で完全にオーステナイト化した。この板を830で圧延終了するように減面率73%の粗圧延を行った。その後、直ちに0.7K/sで冷却し、フェライト平均粒径18μmのフェライト+オーステナイト組織とした。板を引き続き710から685で50%の仕上げ圧延を行った。得られたフェライト粒径は2.6μmであった。ビッカース硬さは160、引張強度は530MPaであった。

【0023】

【表1】

鋼の組成(mass%)

鋼種	C	Si	Mn	P	S	Al	N	Fe
1	0.15	0.2	1.5	0.015	0.01	0.03	0.003	Bal.

鋼種1 Ae1点=699℃, Ae3点=817℃

【0024】

【発明の効果】

以上詳しく説明したとおり、この出願の発明によって、より工業的に実用化しやすく、平易なプロセスとして実現可能であって、しかも従来よりはるかに微細組織化することが可能な、新しい超微細組織鋼の製造方法が提供される。

【0025】

平均粒径 $1.5 \mu\text{m}$ 以下の微細組織鋼が製造可能であり、たとえば、引張り強度で 650MPa 以下の鋼が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 フェライト粒径とビッカース硬さの関係を示した図である。

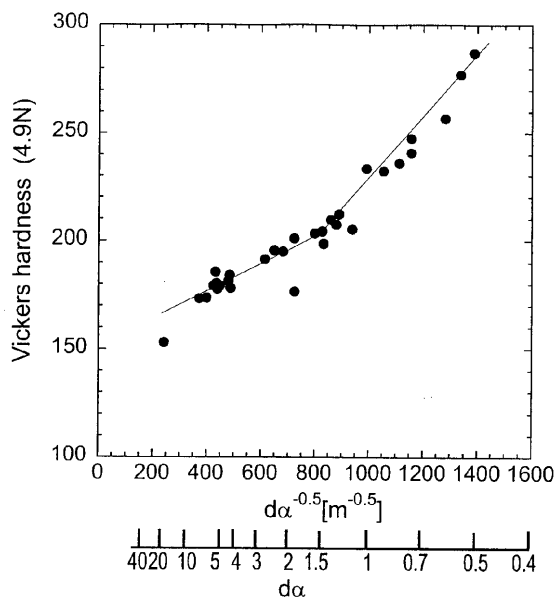
【図 2】 参考例の組織の SEM 写真図である。

【図 3】 実施例 1 の組織の SEM 写真図である。

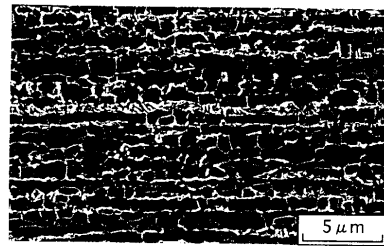
【図 4】 実施例 2 の組織の SEM 写真図である。

【図 5】 実施例 3 の組織の SEM 写真図である。

【図 1】



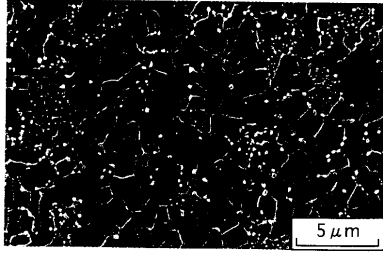
【図 2】



【図 3】



【 図 4 】



【 図 5 】



フロントページの続き

- (72)発明者 鳥塚 史郎
茨城県つくば市千現1丁目2番1号 科学技術庁金属材料技術研究所内
- (72)発明者 林 透
茨城県つくば市千現1丁目2番1号 科学技術庁金属材料技術研究所内
- (72)発明者 中嶋 宏
茨城県つくば市千現1丁目2番1号 科学技術庁金属材料技術研究所内
- (72)発明者 花村 年裕
茨城県つくば市千現1丁目2番1号 科学技術庁金属材料技術研究所内
- (72)発明者 長井 寿
茨城県つくば市千現1丁目2番1号 科学技術庁金属材料技術研究所内

審査官 井上 猛

- (56)参考文献 特開平09-279233(JP,A)
特開平08-295982(JP,A)
林透他, 温間加工による超微細等軸フェライト高強度鋼の開発, 日本機械学会年次大会講演論文集, 日本機械学会, 1999年7月26日, p. 261-262
林透他, 超微細フェライト組織の等軸化に及ぼす温間加工パス間での変形方向変化度の影響, 第47回日本熱処理技術協会講演大会講演概要集, 日本熱処理技術協会, 1998年12月, p. 35-36

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C21D 8/00

C22C 38/00-38/60