

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-92861

(43) 公開日 平成11年(1999) 4月6日

(51) Int.Cl.⁶

C 2 2 C 38/00
C 2 1 D 8/00
C 2 2 C 38/06

識別記号

3 0 1

F I

C 2 2 C 38/00
C 2 1 D 8/00
C 2 2 C 38/06

3 0 1 A
A

審査請求 有 請求項の数10 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平9-256682

(22) 出願日

平成9年(1997) 9月22日

(71) 出願人 390002901

科学技術庁金属材料技術研究所長
茨城県つくば市千現一丁目2番1号

(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 津崎 兼彰

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

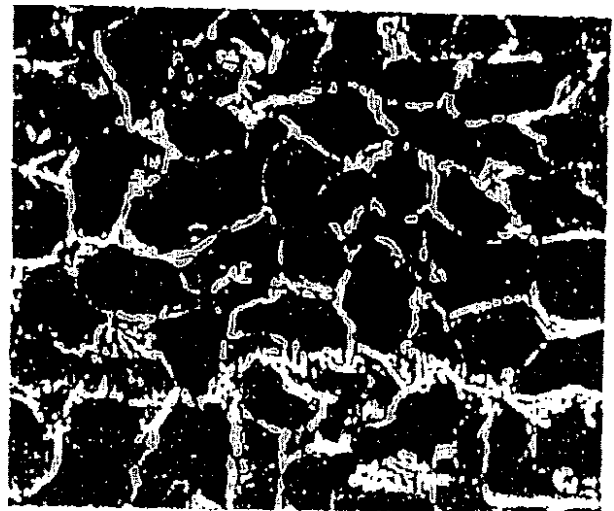
茨城県つくば市千現1丁目2番1号 科学
技術庁金属材料技術研究所内

(54) 【発明の名称】 超微細組織鋼とその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 超微細フェライト粒組織の構造鋼を提供する。

【解決手段】 平均粒径が3 μm以下で、粒界の方位差角15°以上の大角粒界に囲まれたフェライトを母相とする超微細組織鋼とする。



5μm

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 平均粒径が 3 μm 以下で、粒界の方位差角 15° 以上の大角粒界に囲まれたフェライトを母相とすることを特徴とする超微細組織鋼。

【請求項 2】 重量%で、C (炭素) 含有量が 0.3% 以下である請求項 1 の超微細組織鋼。

【請求項 3】 C, Si, Mn, Al, P, S および N を含有し、残部が Fe と不可避的不純物からなる組成の請求項 2 の超微細組織鋼。

【請求項 4】 Ac3 点以上に加熱してオーステナイト化した後に、Ar3 点以上の温度で、圧下率 50% 以上アンビル圧縮加工を加え、次いで冷却することにより、平均粒径 3 μm 以下のフェライトを母相とする超微細組織鋼を製造することを特徴とする超微細組織鋼の製造方法。

【請求項 5】 3 K/s 以上の速度で冷却する請求項 4 の製造方法。

【請求項 6】 アンビル圧縮加工を、被加工材の X, Y および Z の 3 面のうちの少くとも 2 面からの加工として、同時、または連続的に加える請求項 4 または 5 の製造方法。

【請求項 7】 フェライト粒界の方位差角が 15° 以上の大角粒界に囲まれたフェライトを母相とする超微細組織鋼を製造する請求項 4 ないし 6 のいずれかの製造方法。

【請求項 8】 重量%で、C (炭素) 含有量が 0.3% 以下の超微細組織鋼を製造する請求項 4 ないし 7 のいずれかの製造方法。

【請求項 9】 C, Si, Mn, P, S および N を含有し、残部が Fe と不可避的不純物からなる組成の超微細組織鋼を製造する請求項 4 ないし 8 のいずれかの製造方法。

【請求項 10】 Ar3 点 ~ Ar3 + 200 の範囲内の温度においてアンビル圧縮加工を加える請求項 4 ないし 9 のいずれかの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 この発明は、高強度構造用鋼として有用な、超微細組織鋼とその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術とその課題】 従来、鋼材の強化方法としては、固溶強化や、マルテンサイト等との複合化による第 2 相による強化、析出強化、結晶粒の微細化が知られている。なかでも、強度と靱性をともに高くし、強度 - 延性バランスを良好にする方法としては、結晶粒の微細化が最も優れた方法である。この方法では焼き入れ性を高める Ni, Cr 等の高価な元素の添加を必要としないため、低コストで高強度鋼材の製造が可能とされている。この結晶粒の微細化の観点からは、構造用鋼において、

フェライトの結晶粒径が 3 μm 以下まで微細化されると、強度は急激に大きくなることが期待されている。しかしながら、一般の加工熱処理技術で現在までに得られている 5 μm 程度の粒径では、高強度化されるものの、大きな強度上昇量は得られていないのが実情である。

【0003】 従来、制御圧延 - 加速冷却技術は低合金鋼において、微細なフェライトを得るための有効な方法であった。すなわち、オーステナイト未再結晶域における累積圧下率とその後の冷却速度を制御することによって、微細な組織が得られている。しかし、得られるフェライト粒径はせいぜい Si - Mn 鋼で 10 μm、Nb 鋼で 5 μm が限界であった。一方、特開昭 58 - 123823、特開昭 59 - 205447、特公昭 62 - 39228、特公昭 62 - 5212、特公昭 62 - 7247 に述べられているように、2 相域も含めた Ar1 ~ Ar3 + 100 の温度域で合計減面率が 75% 以上の圧下を加え、その後 20 K/s 以上で冷却する場合には、3 ~ 4 μm 程度のフェライト粒が得られることが報告されている。しかしながら、20 K/s 以上の急冷は、板厚が薄い場合にのみ成り立ち得る手段であり、広く一般溶接構造用鋼の製造方法としては成立しがたい非実際的なものにすぎない。また、強加工そのものについても、ロール圧延では、オーステナイト低温域での 1 パスで 50% を越える大圧下を行うことは、その変形抵抗の大きさやロールのかみこみ制限から、一般的にむずかしい。また、未再結晶域での累積圧下には一般的には 70% 以上必要であり、鋼板の温度低下によりそれも難しい。

【0004】 制御圧延鋼の変態フェライト相は、一般に集合組織を形成することが知られており、強圧下の結果得られたフェライト相は小傾角粒界を有するようになる。すなわち、単純な強加工では、集合組織が形成され、大角粒界からなるフェライト粒を得ることはできないのである。このため、特公昭 62 - 39228、特公昭 62 - 7247 に示された以上の強加工を行っても、大傾角粒界からなるより微細なフェライト組織を得ることは困難である。

【0005】 そこで、この出願の発明では、以上のとおりの従来技術の限界を克服し、その強度をより大きく増大させることのできる 3 μm 以下の超微細組織を持つ構造用鋼を提供し、しかも、実際に許容されるより遅い冷却速度で、しかも実用的加工手段によって、この新しい鋼を提供することを目的としている。

【0006】

【課題を解決するための手段】 この出願は、上記の課題を解決するものとして、平均粒径が 3 μm 以下で、粒界の方位差角 15° 以上の大角粒界に囲まれたフェライトを母相とすることを特徴とする超微細組織鋼 (請求項 1) を提供する。また、この発明は、重量%で、C (炭素) 含有量が 0.3% 以下である超微細組織鋼 (請求項 2)、C, Si, Mn, Al, P, S および N を含有

し、残部がF eと不可避的不純物からなる組成の超微細組織鋼（請求項3）等もその態様として提供する。

【0007】さらにこの出願の発明は、Ac3点以上に加熱してオーステナイト化した後に、Ar3点以上の温度で、圧下率50%以上アンビル圧縮加工を加え、次いで冷却することにより、平均粒径3 μ m以下のフェライトを母相とする超微細組織鋼を製造することを特徴とする超微細組織鋼の製造方法（請求項4）と、その態様としての以下の方法も提供する。

【0008】3K/s以上の速度で冷却する製造方法（請求項5）、アンビル圧縮加工を、被加工材のX、YおよびZの3面のうちの少なくとも2面からの加工として、同時、または連続的に加える製造方法（請求項6）、フェライト粒界の方位差角が15°以上の大角粒界に囲まれたフェライトを母相とする超微細組織鋼を製造する方法（請求項7）、重量%で、C（炭素）含有量が0.3%以下の超微細組織鋼を製造する方法（請求項8）、C、Si、Mn、P、SおよびNを含有し、残部がF eと不可避的不純物からなる組成の超微細組織鋼を製造する方法（請求項9）、Ar3点~Ar3+200の範囲内の温度においてアンビル圧縮加工を加える製造方法（請求項10）。

【0009】

【発明の実施の形態】この出願の発明は、以上のとおりの特徴を有するものであるが、以下にさらに詳しく説明する。この発明では、構造用鋼として高強度な超微細組織鋼を提供するが、このものは、前記のように、

1) フェライト粒の平均粒径が3 μ m以下、より好ましくは2 μ m以下、

2) フェライトの粒界の方位差角が15°以上の大角粒界に囲まれたフェライト、

3) このフェライトを母相とする

ことにより特定されるものである。このような鋼は、これまで全く実現されていない。

【0010】この発明の超微細組織鋼は、たとえば前記のとおり、この出願の発明の製造方法によって提供される。すなわち、まず、発明者らの研究の結果、フェライトの超微細化とその大角粒界化にはアンビル圧縮加工が極めて有効であることが見出された。図1は、このアンビル圧縮加工の態様を例示したものである。アンビル圧縮では、減面率で1パス90%を越える強加工も可能である。加工部はロール圧延に比べ同じ減面率でも、せん断変形を含む大きな変形を受けることになる。その結果、未再結晶域で、このアンビル圧縮加工を行うことによって、平均粒径で3 μ m以下のフェライト粒が50%以上の減面率の加工で得られるようになった。そのフェライトは隣接方位差角が15°以上のいわゆる大角粒界を有している。すなわち、加工前のオーステナイト粒径、加工量、加工温度を制御することによって、大角粒界からなりかつ3 μ m以下のフェライト微細な組織鋼が

製造が可能となる。

【0011】一般に、微細なフェライトはその変態過程及びその後において、極めて合体、粒成長しやすいが、大角粒界からなるフェライトは容易に合体、粒成長せず、微細なまま室温にいたる。その結果、冷却速度は、従来の20K/s以上に対し、3K/s以上でも上記の微細粒を得ることができる。このような遅い冷却速度はこれまで全く考えられなかったものである。この発明の加工時のひずみ速度は1/sで十分である。1-10/sは厚板圧延の一般的ひずみ速度である。

【0012】加工に用いるアンビル幅と試料の板厚との関係は適宜調節可能であり、アンビルと試料の間には潤滑材を塗布してもよい。以上のことから、この発明では、Ac3点以上に加熱してオーステナイト化した後に、Ar3点以上の温度で、圧下率50%以上アンビル圧縮加工を加え、次いで3K/s以上の速度で冷却することを適当としている。

【0013】加工前のオーステナイト粒径については、たとえば300 μ m以下においてフェライトの微細化が可能であることが確認されている。加工量として断面圧下率で50%以上が必要で、2ミクロン未満の粒径を得るためには70%以上が望ましい。加工温度としてはオーステナイト未再結晶域が必要で、Ar3+200以内が望ましい。なるべく微細な粒を得るためにはAr3+100以内が望ましい。

【0014】また、この発明では前記のとおりフェライトを母相とするが、フェライト相以外の相としては、パーライト、ベイナイト、マルテンサイト、残留オーステナイトの一つまたは二つ以上有してもよいし、カーバイトやナイトライド、オキサイド等の析出物を有してもよい。第二相がパーライトからなる場合は、溶接性、靱性の劣化を防ぐとの観点から、その体積率は40%未満とすることが望ましい。

【0015】なお、この発明で規定するところのフェライト平均粒径は、たとえば直線切断法により計測される。また、フェライト粒界の方位は、加工部の代表的な約0.1 \times 0.1mmの数視野をSEMで観察し、1視野につき数百個のフェライト粒を電子線後方散乱回折（EBSD）法で測定することができる。フェライトの粒界の方位差角は15°以上であるときを大角粒界とする。大角粒界が全粒界の80%以上を占めるとき、組織は大角粒界からなっているとす。

【0016】大角粒界の割合が80%未満の時には、組織の微細化による強度の上昇は十分に得られないからである。鋼の化学的組成については各種であってよいが、組成には、高価な元素であるNi、Cr、Mo、Cu等を用いることは必ずしも必要でない。Cとともに、Si、Mn、Al、P、SおよびNを含有し、残部がF eと不可避的不純物からなる組成であってもよい。

【0017】一般溶接構造用鋼を例示という観点から

は、たとえば次の添加元素の組成が考慮される。

0.001 mass% C 0.3 mass% : Cは鋼の強度を上昇させる重要な添加元素であるが、0.3%以上添加すると溶接性、靱性が劣化し、一般溶接構造用鋼としての利用が難しくなる。

【0018】Si, Mn : 固溶強化元素であり、適量添加することが望ましい。溶接性の観点からMnは3%以下、Siは2.5%以下である。

Al : 清浄度の観点から0.1%以下。

P, Sは一般的に0.05%以下とする。また、この発明では、前記のアンビル圧縮加工については、より低加工量でも同様な微細化を達成する方法として、多軸加工が有効であることを見出している。また、同一加工量であれば、より微細な粒が得られる。加工に用いる応力は、圧縮だけでなく、せん断、引張、ねじりでもよい。

【0019】すなわち、図2に示すように、試料のA面とB面から交互に加工を加える。その後、適切な速度で冷却することによって、1軸圧縮に比べ、方位の異なるフェライト核生成量を増加させることができる。従って、同一減面率であれば、1軸圧縮に比べフェライト粒径が小さくさせることができる。1軸圧縮に比べ低減面率でも、超微細なフェライト粒を得ることができるのである。

【0020】以上のことから、この発明では、供試鋼をAc3点以上にあげ、オーステナイト化した後、未再結晶域まで温度を低下させ、各面の加工量、加工温度を制御することによって、変態フェライトの微細化、粒界の大角化を効果的に行う多軸加工熱処理技術も提供する。図2では、加工軸を一つとし、サンプルを回転させることによって、2面からの加工を行う例を示したが、あらかじめ加工軸を2本用意しておき、A面、B面を交互に加工してもよい。さらに、加工軸が2本ある時は、A面、B面を同時に加工することもフェライトの微細化に効果的である。

【0021】以下、実施例を示し、さらに詳しく説明する。

【0022】

【実施例】

実施例 1

供試鋼組成は、Fe - 0.17C - 0.3Si - 1.5Mn (mass%)とした。真空溶解、熱間圧延した素材から、20×18×12 (mm)の試験片を作製し、Gleeble 2000 (アンビル幅5mm)を用いて図1に示すアンビル圧縮加工を行った。すなわち、試験片を850 - 1250 で60 - 600 s保持後、670 - 8

40 で圧縮率50 - 85%、ひずみ速度10 / sの1パス加工を行った後、1 - 18 K / sで制御冷却および水冷した。加工中心部および未加工部の組織をSEMにより観察し、直線切断法により平均粒径を求めた。また、電子線後方散乱回折 (EBSD)法を用いてフェライト粒の方位を測定した。

【0023】900 で加熱後、750 で73%の加工を行った場合のフェライト平均粒径の冷却速度依存性をみると、加工部のフェライト粒径は未加工部に比べ冷却速度依存性が大きく、10 K / sで冷却した加工部の組織を図3に示したが、微細なフェライト - パーライト組織が観察され、フェライトの平均粒径は2.0 μmであった。この組織の15×15ミクロンの微小領域における29個のフェライト粒についてEBSD法による結晶方位解析を行ったところ、隣接するフェライト粒間の方位差角は全て15°以上となっていて、粒界は全て大角粒界であり、ほぼ同一の結晶方位から成るいわゆる同一方位コロニーは形成されていないことがわかった。これらのフェライト粒の圧縮軸方位をステレオ標準三角形上にプロットした逆極点図を図4に示した。特定方位への強い集積は認められず、フェライト粒の方位分布はランダム化していた。さらに図3に示した領域とは別の加工部の100×100ミクロンの領域をEBSD法により方位解析したところ、隣接するフェライト粒の方位差角15°以上のものは全フェライト粒界の92%であった。

実施例 2 ~ 12

比較例 1 ~ 5

表1の1 - 3の組成の鋼を850 - 1250 に加熱し、完全にオーステナイト化した後に、実施例1と同様にして、表2に示す条件で加工、冷却を行った。その結果、表2に示す平均粒径を有するフェライト - パーライト鋼を得た。これらの鋼のAr3は、全自動変態率測定装置で鋼を900 に加熱し、10 K / sで冷却し、熱膨張曲線の変化から求めた。

比較例 6

表1の1の組成の鋼を熱間圧延の後、冷間圧延、熱処理の結果、平均フェライト粒径2.5ミクロンのフェライト - パーライト鋼を得た。EBSD測定の結果、フェライト粒界にしめる傾角15°以上の粒界の割合は30%であった。そのとき、引張強度は480 N / mm²であった。

【0024】

【表1】

鋼種	C	Si	Mn	P	S	N	Al	Ar 3
1	0.17	0.03	1.5	0.025	0.005	0.002	0.03	660
2	0.09	0.48	0.97	0.022	0.01	0.002	0.03	795
3	0.05	0.02	1.5	0.02	0.01	0.003	0.03	820

【0025】

【表 2】

実施例	鋼種	フェライト粒径 μm	加工方法	加工温度 ℃	加工量 %	500℃までの 平均冷却速度K/s	フェライト粒径 μm	パーライト量 %	フェライト粒界に占 める傾角15°以上 の粒界の割合%	引張強度 N/mm ²
1	1	25	フェライト圧縮加工	750	73	10	2.0	25	92	710
2	1	30	フェライト圧縮加工	750	70	9	2.0	24	92	700
3	1	25	フェライト圧縮加工	700	70	8	1.7	24	93	770
4	1	25	フェライト圧縮加工	670	70	8	1.5	26	90	850
5	1	25	フェライト圧縮加工	750	50	9	2.7	22	85	
6	1	25	フェライト圧縮加工	750	70	3	2.7	22	90	650
7	1	50	フェライト圧縮加工	750	85	8	1.8	24	85	740
8	1	25	フェライト圧縮加工	750	70	18	1.8	35	88	
9	2	30	フェライト圧縮加工	800	70	10	2.0	20	90	
10	3	20	フェライト圧縮加工	840	85	8	1.9	13	88	
11	1	300	フェライト圧縮加工	700	70	8	2.0	25	85	710
12	1	100	フェライト圧縮加工	700	70	9	2.0	25	90	
比較例	鋼種	フェライト粒径 μm	加工方法	加工温度 ℃	累積加工量 %	500℃までの 平均冷却速度K/s	フェライト粒径 μm	パーライト量 %	フェライト粒界に占 める傾角15°以上 の粒界の割合%	引張強度 N/mm ²
1	2	20	ロール圧延	850	70	40	3.6	20		580
2	1	300	ロール圧延	790	70	10	20.3	25		480
3	1	15	ロール圧延	800	70	12	4.8	25		580
4	1	50	ロール圧延	815	90	10	6.3	25		550
5	1	25	フェライト圧縮加工	750	73	1	5.3	25	90	570

【0026】実施例 1 3

表 1 の 1 の組成の鋼を 900 に加熱し、完全にオーステナイト化した後に、750 に冷却し、図 2 の A 面より圧下率で減面率 15% の平面ひずみ圧縮加工を行った。0.1 秒後に B 面より、減面率が未加工時に比べ、60% となるように平面ひずみ圧縮加工を行い、500 まで、10 K/s で冷却した。その結果、加工部のフ

ェライトの平均粒径が 2.0 ミクロンのフェライト - パーライト鋼を得た。電子線後方散乱 (EBSD) 法で測定したフェライトの粒界の傾角は 15° 以上のものが 94% を占め、フェライトは大角粒界に囲まれていた。

実施例 1 4

表 1 の 1 の組成の鋼を 900 に加熱し、完全にオーステナイト化した後に、750 に冷却し、図 2 の A 面よ

り圧下率で減面率 10% の平面ひずみ圧縮加工を行った。0.1 秒後に B 面より減面率が未加工時に比べ、45% となるように平面ひずみ圧縮加工を行い、500 まで、10 K/s で冷却した。その結果、加工部のフェライトの平均粒径が 2.5 ミクロンのフェライト - パーライト鋼を得た。電子線後方散乱 (EBSD) 法で測定したフェライトの粒界の傾角は 15° 以上のものが 95% を占め、フェライトは大角粒界に囲まれていた。

実施例 15

表 1 の組成の鋼を 900 に加熱し、完全にオーステナイト化した後に、750 に冷却し、図 2 の A 面より圧下率で減面率 10% の平面ひずみ圧縮加工を行った。0.1 秒後に B 面より減面率が未加工時に比べ、70% となるように平面ひずみ圧縮加工を行い、500 まで、10 K/s で冷却した。その結果、加工部のフェライトの平均粒径が 1.4 ミクロンのフェライト - パーライト鋼を得た。電子線後方散乱 (EBSD) 法で測定

したフェライトの粒界の傾角は 15° 以上のものが 95% を占め、フェライトは大角粒界に囲まれていた。

【0027】

【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、大角粒界を有する平均粒径 3 μm 以下のフェライト組織という、従来の微細組織鋼の限界をこえ高強度な超微細組織鋼が提供される。そしてまた、その製造法として、冷却速度の遅いことが工業的に大きな意味を持つ新しい方法が提供される。

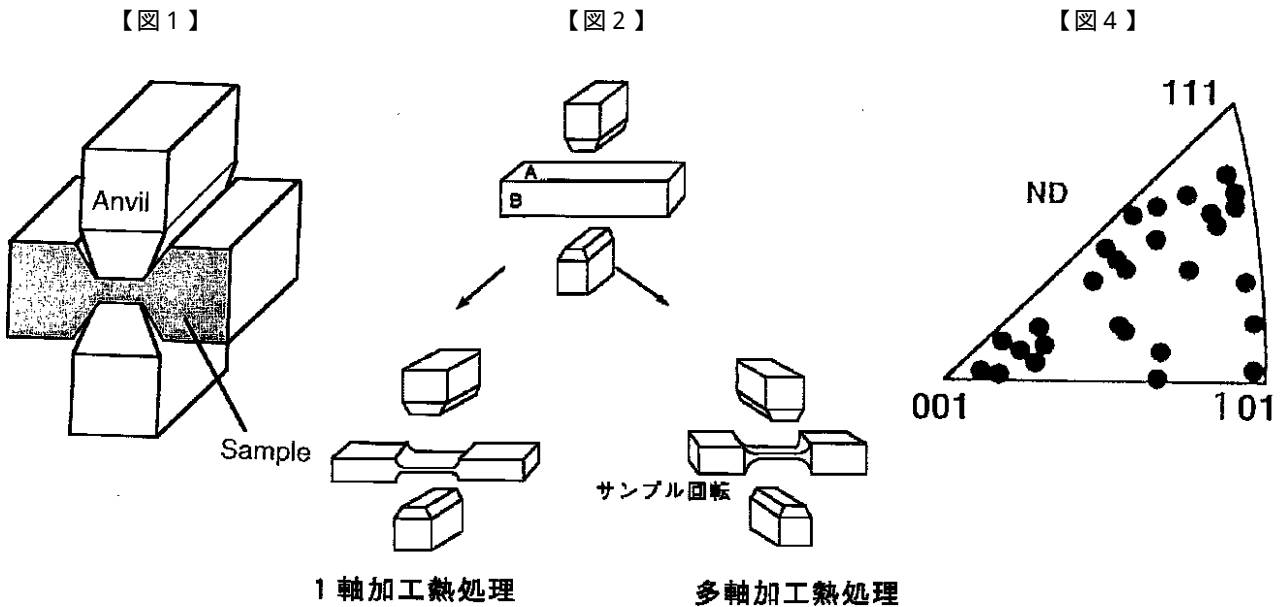
【図面の簡単な説明】

【図 1】 アンビル圧縮加工について示した概要図である。

【図 2】 多軸加工熱処理について示した概要図である。

【図 3】 実施例としての組織例を示した図面に代わる電子顕微鏡 (SEM) 写像である。

【図 4】 実施例としての方位解析の結果を示した図である。



【図 3】

