

論文 UDC 669.141.24.1.2 : 539.52 : 669.112.228.1 : 669.112.227.1 : 620.186.8
: 539.4.015

低炭素キルド鋼の熱間加工性と粒界脆化*

山中 和夫**・寺崎富久長***・大谷 泰夫***
小田 光雄**・吉原 正裕**

Relation between Hot Ductility and Grain Boundary Embrittlement
of Low-Carbon Killed Steels

Kazuo YAMANAKA, Fukunaga TERASAKI, Hiroo OHTANI
Mitsuo ODA, and Masahiro YOSHIHARA

Synopsis:

The hot ductility of low-carbon killed steels has been studied by the hot tensile tests, microscopic observations and the fracture surface observations.

The ductility during cooling after solution treatment at 1350°C decreased remarkably in the temperature range between 700 and 800°C and the fracture surface showed the intergranular ductile fracture accompanied with AlN or MnS precipitates. This loss of ductility is related to the formation of the primary ferrite along the austenite grain boundaries and the precipitation of AlN or MnS particles at the grain boundaries, and becomes very large when it occurs concurrently. The intergranular ductile fracture can be induced by the micro-void coalescence nucleated at the grain boundary precipitates as the result of strain concentration at the film-like primary ferrite formed along the austenite grain boundaries.

1. 緒 言

2. 実験内容

Alを含む鋼において熱間延性が低下したり^{1)~3)}、連铸スラブの表面割れ⁴⁾や鋼塊の表面割れ^{5)~7)}が発生する場合があることはよく知られている。割れはオーステナイト粒界割れであることから高温からの冷却過程におけるAlNあるいはMnSなどの粒界析出にともなう粒界脆化に加えて熱履歴とそれにともなう変態挙動も密接に関係しているものと考えられる。しかしながらその脆化機構についてはいままだ明らかにされていない。そこで本研究は低炭素キルド鋼の500~1000°Cの比較的低い温度範囲における熱間延性挙動を調べオーステナイト/フェライト変態と第二相粒子の析出挙動に基づくキルド鋼の熱間延性低下機構について検討を行うとともに、薄いフェライト相をオーステナイト相ではさんだ人工二相鋼を用いてモデル実験を行つた。

2.1 供試鋼

供試鋼は実鋼塊Alキルド鋼(代符H)および50kg高周波炉で溶製したC, Si, Mnの基本成分が実鋼塊と同じでS量の低いSiキルド鋼(代符H-0), 同じくS量の高いSiキルド鋼(代符H-1)である。供試鋼の化学成分分析値をTable 1に示す。いずれも鋳造のままの状態で2.2の実験に供した。

2.2 热間引張試験

Table 1に示す供試鋼の熱間延性挙動を調べるためにFig. 1に示すような試験片平行部40mm長さを均熱する赤外線加熱装置(真空理工製型式RH-L-E2)をインストロン引張試験機に装着した。引張試験はいつたん装置内を真空にし(真空度10⁻²~10⁻³Torr)高純度アルゴンガスで置換したのち1350°Cに加熱し10分間保持

* 昭和53年10月日本会講演大会にて発表 昭和53年10月23日受付 (Received Oct. 23, 1978)

** 住友金属工業(株)中央技術研究所 (Central Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd., 1-3 Hondori Nishinagase Amagasaki 660)

*** 住友金属工業(株)中央技術研究所 工博 (Central Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd.)

Table 1. Chemical composition of steels (wt%).

steel	C	Si	Mn	P	S	solAl	N
H	0.23	0.31	1.48	0.026	0.020	0.084	0.0111
H-0	0.22	0.37	1.42	0.016	0.005	—	0.0048
H-1	0.21	0.39	1.45	0.018	0.031	—	0.0059

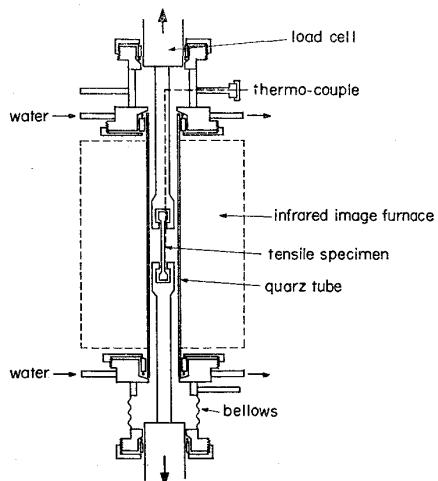


Fig. 1. Schematic diagram of the apparatus.

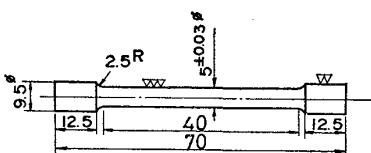


Fig. 2. Shape of the hot tensile test specimen.

後 500~1 000°C の各試験温度まで急速冷却(1 300~700 °C の平均冷却速度は約 1 100°C/min) した。所定の温度で 10 分間保持したのち $2.1 \times 10^{-3}/\text{s}$ の歪速度で引張った。引張試験片の形状は Fig. 2 に示す。熱間引張後の破断直徑を測定し破断延性 $\epsilon_f = \ln A_0/A_f$ (A_0 はもとの断面積, A_f は破断後の断面積) を求めた。破面は走査型電子顕微鏡(日本電子 JSM-2 型)で観察し、また断面ミクロ組織観察もあわせて行つた。また破面および断面抽出レプリカによる粒界析出物の電子顕微鏡(日立 HU-11D 型)観察も行つた。

2.3 $\alpha+\gamma$ 人工二相鋼の製作

薄いフェライト(α)相をオーステナイト(γ)相ではさんだ二相鋼を製作し熱間脆化機構を調査するためのモデル実験を行つた。 α 相として純鉄と 2 vol% アルミニナを混入した鉄をそれぞれ熱延および冷延し板厚 0.15 と 0.40 mm の薄板を作つた。アルミニナ混合鉄の製法は電解鉄粉(商品名マイロン)に容積比で 2% のアルミニナを混合し成型→一次焼結(水素雰囲気中 850°C で 1 時間)→プレス(4t/cm²)→二次焼結(水素雰囲気中

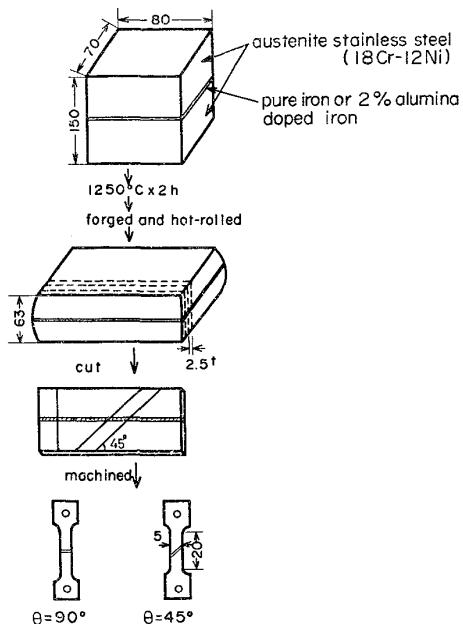


Fig. 3. The making method of the ferrite-austenite two phase structure.

1 250°C で 2 時間) → 鍛造 → 熱延 → 冷延した。アルミニナの粒径は 5 μ 以下である。 γ 相はオーステナイトステンレス鋼(18%Cr-12%Ni)を用いた。このようにして冷延した薄板の裏表を鏡面研磨仕上げして同じく片面鏡面仕上げしたオーステナイトステンレス鋼ではさんで Fig. 3 のように鍛造、熱延、切断して引張軸方向に対し α 相の角度を 90° と 45° と変えた板状引張試験片を作つた。 α 相の幅は 45~95 μ と比較的幅の狭いものと 200~270 μ と幅の広いものである。このようにして製作した板状引張試験片を 500~900°C の各温度で 10 分間保持したのち $3.3 \times 10^{-3}/\text{s}$ の歪速度で引張つた。 α 相、 γ 相各相における歪の測定は光学顕微鏡および走査電子顕微鏡を用いた。

3. 実験結果

3.1 热間引張試験

Fig. 4 に熱間引張試験結果を示す。いずれも破断延性は 700°C までは試験温度の上昇と共に上昇しているが、700~800°C の温度範囲で低下しており 800°C 以上で再び上昇している。700~800°C の温度範囲で Al キルド鋼(代号 H)は破断延性が著しく低下しており特に 775°C で 0.166 と低い。S の高い Si キルド鋼(H-1)もこの温度域で低下が認められるが、Al キルド鋼に比べると低下の度合は小さい。S の低い Si キルド鋼(H-0)は S の高い Si キルド鋼より低下の度合はさらに小さい。なお Al キルド鋼は 800°C 以上でも Si

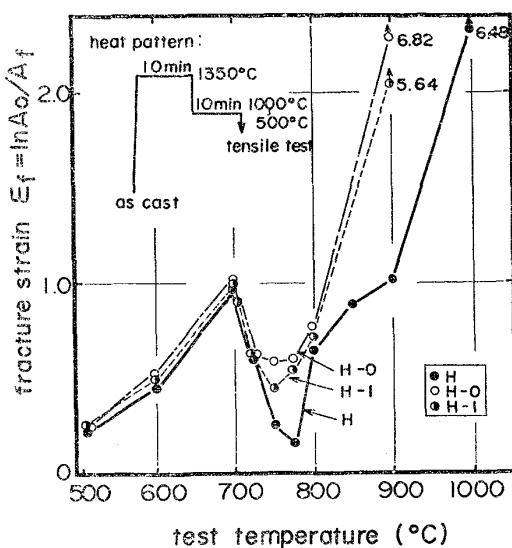


Fig. 4. The results of the measurement of fracture strain by hot tensile tests.

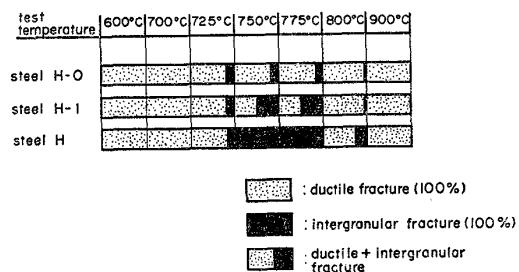


Fig. 5. The results of the fracture surface observation by scanning electron microscope.

キルド鋼に比べると破断延性は低い値を示している。

3.2 引張破面および断面組織調査

熱間引張後の破面を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した。Fig. 5 による破面形態の観察結果を示す。700°C 以下および 800°C 以上では通常の粒内延性破壊であるが、破断延性の低下がみられる 700~800°C の温度範囲でいずれも程度の差こそあれ粒界破壊がみられた。破断延性の低下が最も大きい鋼 H は 750~775°C でほぼ 100% 粒界破壊を示しており、725°C, 800°C でも一部粒界破壊の混ざった延性破壊を示している。S の高い Si キルド鋼は 750~775°C で全体の約 50% が粒界破壊であった。S の低い Si キルド鋼 H-O の粒界破壊の割合は 750~775°C で約 20% で鋼 H や H-1 に比べると小さい。引張試験片の断面組織を光学顕微鏡で観察したところ破断延性の低下がみられる温度域でオーステナイト粒界に沿つてフェライトが生成しており、とくに破断延性の低下が著しい 750~775°C の温度で Photo. 1 に示すようにオーステナイト粒界にフェライトが薄くフィルム状に生成している。この場合フェライトの生成



Photo. 1. The micro-structure of the hot tensile test specimen of the steel H showing the ferrite network along the austenite grain boundaries.
Etched by 2% nital. (Test specimen was heated for 10 min at 1350°C, cooled rapidly to 750°C and then drawn at 750°C.)

状況については熱間引張試験と同じヒートパターンで熱処理後水冷した試料のミクロ組織観察を行つて確認した。

粒界破面を高倍率で観察すると破面は無数の小さなディンプルの集合体から成つており引張方向に対しほぼ直角に位置する粒界面には Photo. 2 のように等軸のディンプルがみられる。他方引張方向に斜めに位置する粒界面ではディンプルは伸延状になつてゐる傾向を示している。このようなディンプルをともなつた粒界破壊は粒界延性破壊と称せられているものである。ディンプルの底に存在している析出物を抽出し電子顕微鏡で観察したところ Photo. 3 に示すように鋼 H では主として AlN が同定された。また MnS も一部みられた。Al を含まない鋼 H-O や H-1 では α -MnS が同定された。そしてディンプルの中心相互間隔は粒界析出物の析出間隔とはほぼ一致している。なお 800°C 以上ではフェライトは生成せずオーステナイト単相となるが Al キルド鋼 H では Photo. 4 に示すようにオーステナイト粒界に AlN が存在している。

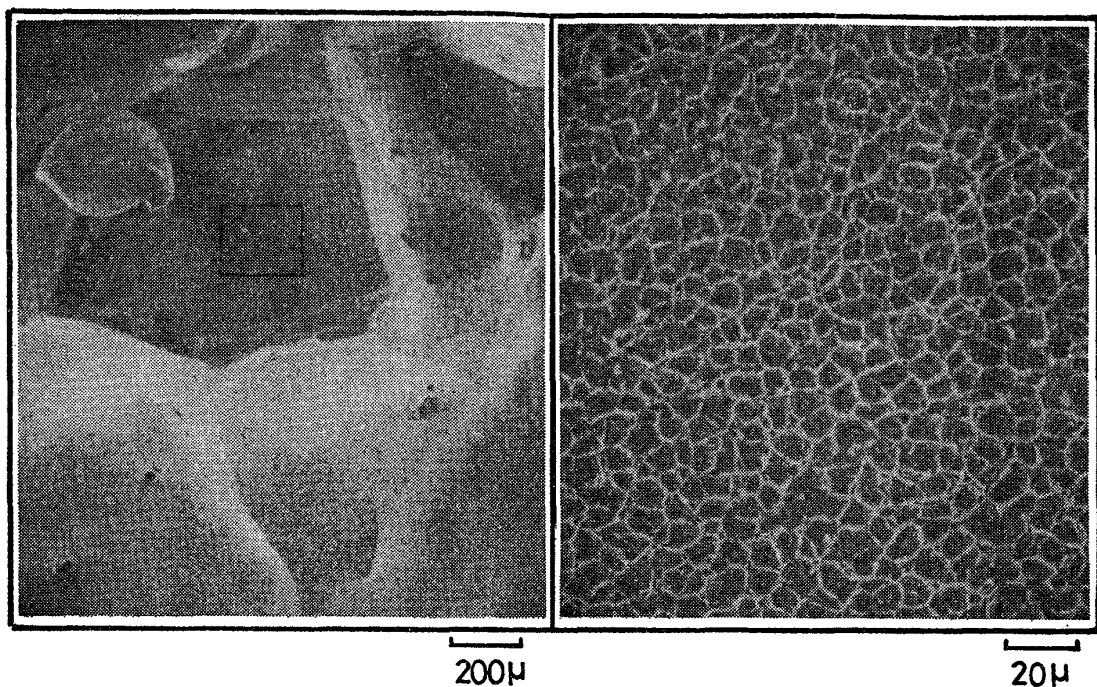


Photo. 2. The fracture surface of the hot tensile test specimen of the steel H showing the intergranular ductile fracture. (Test specimen was heated for 10 min at 1350°C cooled rapidly to 750°C and then drawn at 750°C.)

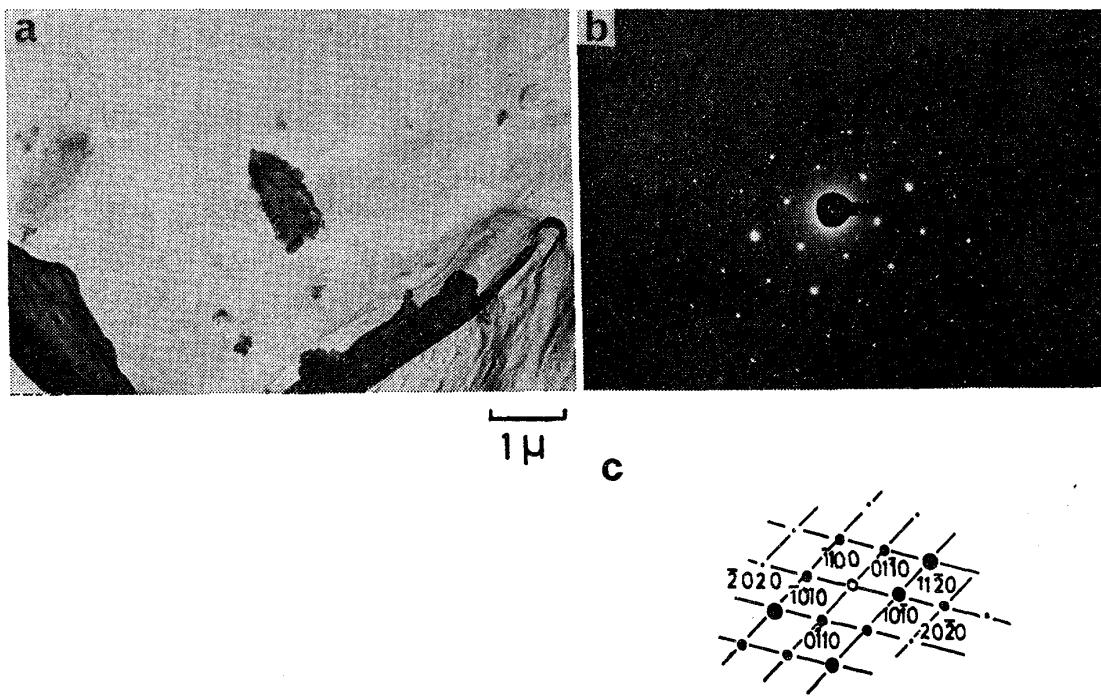


Photo. 3. AlN precipitates extracted from the intergranular ductile surface of the steel H. (Test specimen was heated for 10 min at 1350°C, cooled rapidly to 750°C and then drawn at 750°C.)

a) the bright field image, b) electron diffraction pattern
c) its schematic representation

3.3 $\alpha + \gamma$ 人工二相鋼の熱間引張

500~900°C の温度で引張 α 相, γ 相各相の歪を測定し歪の分配比を求めた。歪分配比は引張試験前後の α ,

γ 各相の長さを走査電子顕微鏡で測定し、それぞれの相の伸びた長さをもとの長さで除して α , γ 各相の歪を求め、その比をとることによつて求めた。 α 相として純鉄

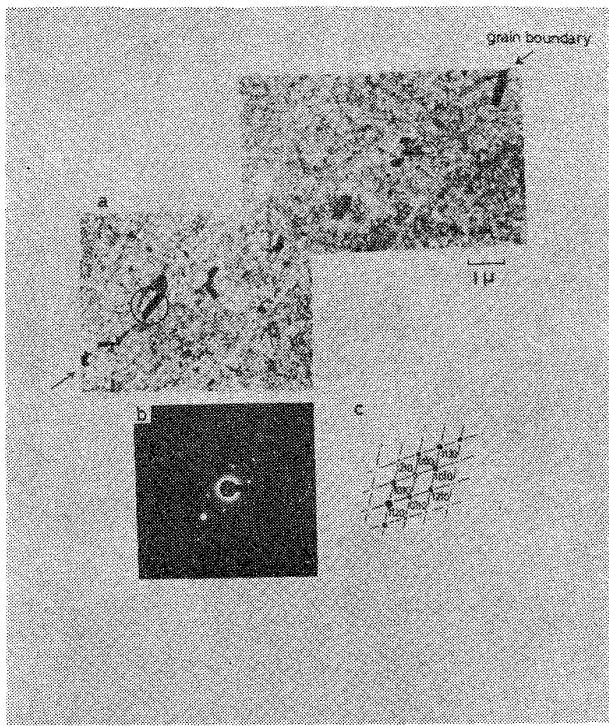


Photo. 4. AlN precipitates extracted from the steel H treated isothermally for 20 min at 900°C after solution-treated at 1350°C.
 a) the bright field image
 b) electron diffraction pattern
 c) its schematic representation

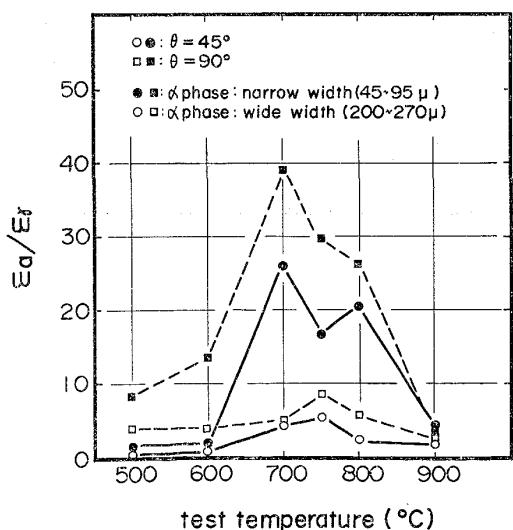


Fig. 6. Temperature variation of the strain ratio of ferrite-austenite two phase $\epsilon_{\alpha}/\epsilon_{\gamma}$, where ferrite phase is pure iron.

を用いた場合の歪の分配比の温度変化を Fig. 6 に示す。 α 相の幅が広幅 (200~270 μ) 狹幅 (45~95 μ) いずれも 600~900°C の温度域にかけて α 相に歪の集中がみられるが狭幅の方が歪の集中度が大きく 700~800°C 付近で

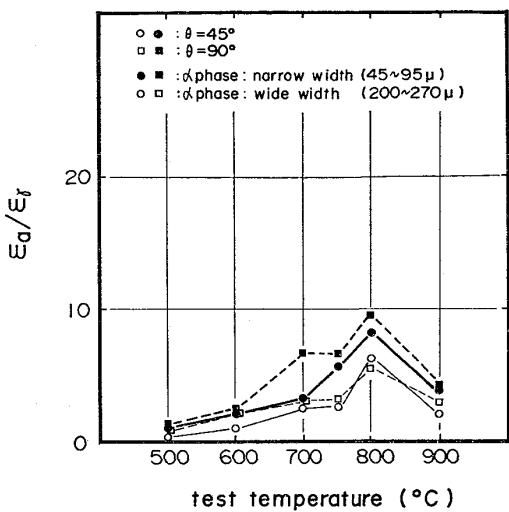


Fig. 7. Temperature variation of the strain ratio of ferrite-austenite two phase $\epsilon_{\alpha}/\epsilon_{\gamma}$, where ferrite phase is 2% alumina doped iron.

30~40 の値を示している。角度別では引張方向に対する α 相の角度が 90° の方が 45° の場合より歪の集中度が大きい。 α 相としてアルミナ入り鉄の場合も Fig. 7 のように純鉄とほぼ同様な温度変化を示すが純鉄の場合に比べ歪の集中度は小さい。

4. 考察

4.1 熱間延性低下機構について

熱間引張試験によると 700~800°C の温度域で破断延性の低下があり、とくに 750~775°C にかけて破断延性の低下が極めて大きい。この低下域で Photo. 2 に示したような粒界延性破壊がみられ粒界破面上には無数の小さなディンプルが存在している。おのおののディンプルの底には第二相粒子 (AlN や MnS) が存在しており、しかもディンプル生成の間隔は粒界第二相粒子の析出間隔とほぼ一致していることが明らかとなつた。したがつてディンプルの生成は Al キルド鋼では主として AlN や MnS が、Si キルド鋼やリムド鋼では主として MnS が粒界析出し破壊の起点となりその周りから空洞を生じその合体によつて生じたものであるといえる。また本供試鋼では 700~800°C の温度域はちょうどオーステナイトから初析フェライトが生成する $\alpha + \gamma$ 二相領域にあたつており、とくに破断延性の低下が著しい 750~775°C の温度で初析フェライトがオーステナイト粒界に薄くフィルム状に生成している。

これらの実験事実から熱間延性低下の主な要因として

- (1) オーステナイト粒界からのフィルム状の初析フェライトの生成

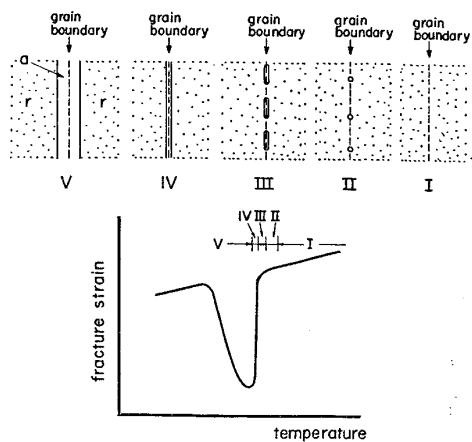


Fig. 8. Schematic diagram of the relation between the formation of the primary ferrite along the austenite grain boundary and the fracture strain.

(2) オーステナイト粒界における第二相粒子の析出の二点があげられこれらが共存した状態になると延性の低下は極めて大きくなる。(1)に関して Fig. 8 はオーステナイト粒界からの初析フェライトの生成状況(I~V)と破断延性の温度変化を模式的に示したものである。I のオーステナイト一相では延性は良好であり、オーステナイト粒界からフェライトがごくわずか生成したIIやIIIのような状態で応力がかかつてもフェライトの周りのオーステナイトによる塑性拘束があるため延性は比較的良好であると考えられる。フェライトがオーステナイト粒界全体にわたつて薄くフィルム状に生成したIVの状態の場合フェライト部に歪の集中が極めて大きくなるため破断延性は著しく低下するであろう。フェライトがオーステナイト粒界に幅広く生成したVのような状態の場合にはフェライト部にかかる歪集中の程度はフェライトの幅の増加と共に緩和されるため延性の低下は次第に小さくなつてくるものと考えられる。このようにオーステナイト粒界からフィルム状に初析フェライトが生成すると延性の低下をきたすが、これに加えてさらに(2)のオーステナイト粒界に第二相粒子が存在すると延性の低下を一層助長する。この場合破断延性の低下は C, Si, Mn の基本成分が同一の場合 sol Al, N, S の量に支配されてその量が多いほど延性の低下が大きくなる。これは延性破壊を起こした場合の破断延性の低下が第二相粒子の体積含有率に支配される⁸⁾ことによるためであると考えられる。Fig. 4 の熱間引張試験結果はこれを裏づけている。

Fig. 9 はキルド鋼の粒界延性破壊機構を模式的に示したものである。オーステナイト粒界にフィルム状にフェライトが生成した状態で引張応力がかかるとフェラ

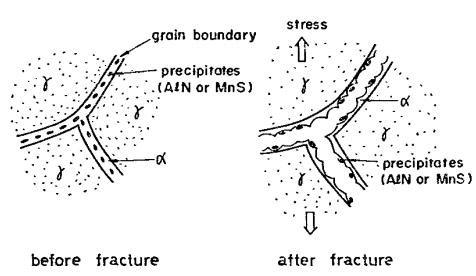


Fig. 9. Schematic diagram of the intergranular ductile fracture mechanism.

イト部に歪が集中し、このフェライト部の中に存在する AlN や MnS などの第二相粒子を起点として空洞が発生し粒界延性破壊をするものであると推論される。鋼塊や連鉄スラブの表面割れがリムド鋼より Al キルド鋼で多くみられる事実はたとえオーステナイト粒界からの初析フェライトの生成状態が同じであつても粒界に析出する第二相粒子の量が多い Al キルド鋼の方が破断延性が低く粒界延性破壊が起こりやすいと考えることによつて説明できる。

4.2 $\alpha+\gamma$ 人工二相鋼を用いた破断延性の検討

鋼塊や連鉄スラブの表面割れの特徴として 1) Al キルド鋼で起り、リムド鋼では起りにくいこと⁹⁾。2) 割れは表面近傍の粗大なオーステナイト粒界に沿つて起つておりその粒界にはフィルム状に初析フェライトの生成がみられることがある¹⁰⁾。3) オーステナイト粒界に沿つて炭窒化物¹⁰⁾や非金属介在物⁴⁾等析出物の存在がみられる。4) 割れ表層部の脱炭、内部酸化の程度から割れは約 1000°C 以下の比較的低い温度域で起つてると推定される¹¹⁾こと。などがあげられ、オーステナイト粒界におけるフィルム状のフェライトの生成とその中の炭窒化物や非金属介在物の析出がオーステナイト粒界を脆弱にし高温変形能が低下することが表面割れと密接に関連しているものと思われる。このことからオーステナイト粒界にフェライトがフィルム状に生成した状態を薄いフェライト相をオーステナイト相ではさんだ人工二相でモデル化し、フェライトの中に AlN や MnS 等の第二相粒子が析出した状態をフェライト相として 2 vol% アルミナを混入した鉄を用いてモデル化した $\alpha+\gamma$ 人工二相鋼を用いてオーステナイト粒界からのフェライトの生成による熱間延性の低下現象を検討した。一般に二相混合組織をもつ応力一歪状態は二相の分布状態、体積率、強度などによつて異なる。いま Fig. 10 のような単純な $\alpha+\gamma$ 二相状態の場合の全歪は α , γ 各相の歪がおのおの独立に寄与すると仮定すると(1)式で表わすことができる。

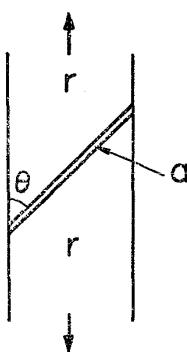


Fig. 10. Simple ferrite-austenite two phase structure.

$$\varepsilon_T = \varepsilon_\alpha V_\alpha + \varepsilon_r V_r \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

ここで ε_α : α 相の歪 ε_r : r 相の歪

V_α : α 相の体積率 V_r : r 相の体積率

$$V_\alpha + V_r = 1$$

(1)式を変形すると

$$\varepsilon_T = \varepsilon_\alpha \{V_\alpha + R_e V_r\} \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

となる。ここで $R_e = \varepsilon_r / \varepsilon_\alpha$. R_e は α 相や r 相の分布状態、体積率、温度、加工度などに依存するパラメータである。破断が r 相では生ぜず α 相でのみ生ずるとして破断時の ε_T を ε_T^F , ε_α を ε_α^F とすると $\varepsilon_\alpha V_\alpha \leq \varepsilon_T$ が成り立つ範囲で

$$\varepsilon_T^F = \varepsilon_\alpha^F \{V_\alpha + R_e V_r\} \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

と表わせる。 ε_α^F は破断延性に相当し α 相内に存在する第二相粒が塊状の場合にはその体積含有率に支配され粒子の種類や大きさに依存しない。破断延性と第二相粒子の体積率との関係は GURLAND and PLATEAU⁹⁾が実験結果によく合う式として k を定数として

$$\varepsilon_\alpha^F = k \frac{1-f}{f} \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

ここで f : 第二相粒子の体積含有率を出している。この式を用いると(3)式は

$$\varepsilon_T^F = k \frac{1-f}{f} \{V_\alpha + R_e V_r\} \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

となる。(5)式は破断時におけるトータル歪は第二相粒子の体積含有率に依存する項 $k \frac{1-f}{f}$ と α 相の体積率および α 相と r 相の歪の分配比 R_e に依存する項の積の形となつており、これはちょうど 4.1 で述べた破断延性がオーステナイト粒界からのフェライトの生成とオーステナイト粒界における第二相粒子の析出に支配されることを示す式を表わしている。

(5)式を使って人工二相鋼の破断延性の温度変化を計算した結果を Fig. 11 に示す。 R_e は Fig. 5 および 6

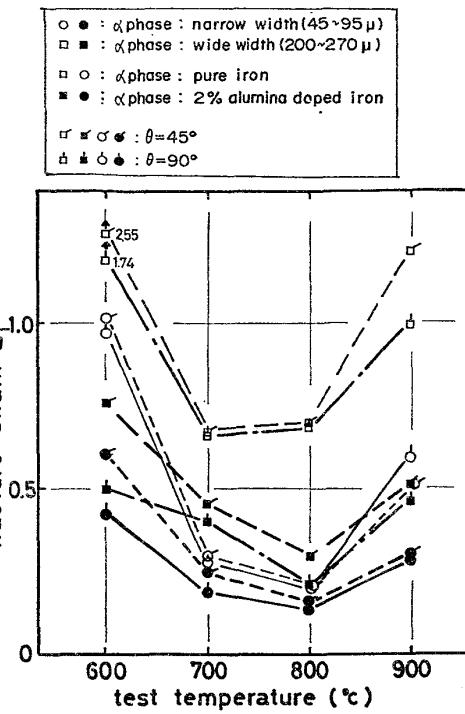


Fig. 11. Temperature variation of the calculated fracture strain.

の歪分配率の測定値を用いた。Fig. 11 から α 相が広幅、狭幅いずれも 700~800°C にかけて破断延性の低下がみられるが α 相の幅が狭い方が破断延性の低下が大きく、また α 相としてアルミナを混入した鉄の方が純鉄よりも破断延性の低下が大きいことがわかる。このことは鋼においてはオーステナイト粒界から生成するフェライトの幅が狭い方が延性の低下が大きく、またフェライト相の中に第二相粒子が析出している状態の方が延性の低下が大きいことを示している。さらに Fig. 11 から引張方向に対する α 相の角度が 90° の方が 45° より破断延性の低下が大きく、鋼に引張応力が作用した場合応力方向に対し 90° に位置する粒界の方が 45° に位置する粒界よりも歪集中が大きく破断しやすいことを示している。次に鋼 H の場合について(5)式を用いて破断延性を計算から求めた。(5)式における V_α , f , R_e は次のようにして求めた。 V_α は鋼 H の組織観察からフェライトの面積率を測定し、 f は抽出レプリカ電子顕微鏡観察から粒界に析出した第二相粒子の体積含有率をおよそ 1% ($f \approx 0.01$) に見積った。 R_e は鋼 H から直接求めることは困難なため人工二相鋼を用いた歪分配率の測定値 (Fig. 5) を用いた。Fig. 12 にその計算結果と実測結果 (Fig. 4) とを重ね合せて示す。700~800°C の $\alpha + \gamma$ 二相温度域で計算結果は実測結果に非常に近い値を示している。しかしながら 800°C 以上では計算結果は実測

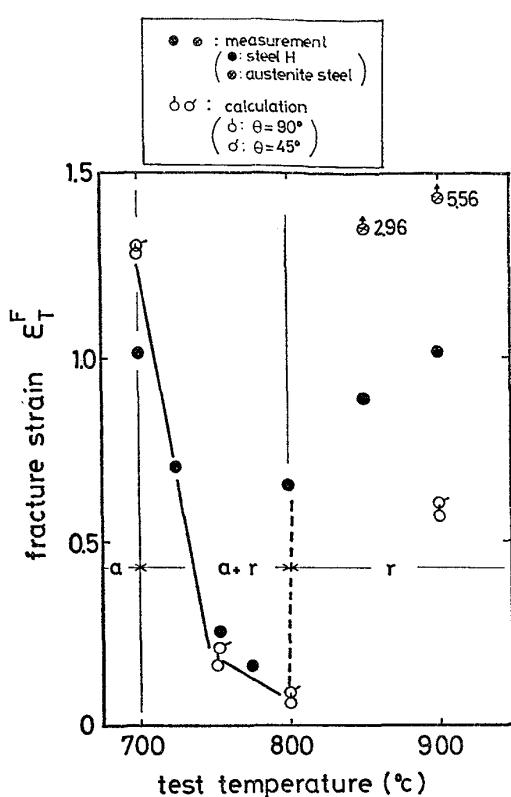


Fig. 12. Comparison of the calculated fracture strain with the experimental value for the steel H.

よりも低い値を示している。このくい違いはH鋼は800°C以上でオーステナイト一相組織になる人工二相鋼は依然として $\alpha + \gamma$ 二相状態のままであるために生じたものであろうと考えられる。事実800°C以上でオーステナイト鋼そのものの破断延性は良好であり鋼Hを大きく上回っている。上回っている理由はオーステナイト相の成分が両者でちがうということと鋼Hでは約1000°C以下のオーステナイト域ですでに粒界にAlNが析出しており(Photo. 4)そのため鋼Hの破断延性が低くなっているためであろう。以上のようにモデル実験結果は700~800°Cの二相温度域で延性が低下する実測結果と良好な一致を示すこと。フェライト相としてアルミナを混入した鉄の方が純鉄の場合よりも破断延性の低下が大きいことなどはオーステナイト粒界からのフェライトの生成と第二相粒子の粒界析出に基づく熱間延性低下現象を証明づけている。

5. 結論

低炭素キルド鋼の熱間延性挙動を調査して次の結果を

得た。

(1) 700~800°Cの二相温度域で破断延性の低下がみられ、とくに750~775°Cにかけて初析フェライトがオーステナイト粒界にフィルム状に生成しており破断延性の低下が大きい。

(2) 破断延性の低下域で粒界延性破壊がみられ粒界破面ディンプルの中にAlNやMnSの存在がみられる。そして粒界延性破壊の割合が増すほど破断延性の低下が大きい。

(3) 破断延性は基本成分が同一の場合solAl, N, Sの量に支配されその量が多いほど二相温度域で低下が大きい。

(4) 热間延性の低下の要因としてはオーステナイト粒界からの初析フェライトの生成とオーステナイト粒界におけるAlNやMnS等第二相粒子の析出がありそれらが共存すると延性の低下を助長するものであり、破壊はオーステナイト粒界にフェライトがフィルム状に生成した状態で引張応力がかかるとフェライト部に歪が集中し、このフェライト部の中に存在する第二相粒子を起点として粒界延性破壊をするものである。

したがつてキルド鋼の熱間延性の低下は粒界への第二相粒子の析出・固溶、粒界でのフェライト相の生成・消失に依存しているといえる。

終わりに本研究の発表を許可された中央技術研究所所長小田尚輝博士、同研究所副所長白岩俊男博士に感謝いたします。

文 献

- 1) 長谷部茂雄: 鉄と鋼, 48 (1962), p. 761
- 2) C. G. CARLSSON: Jernkont. Ann., 148 (1964), p. 152
- 3) L. ERICSON: Scand. J. Met. 6 (1977), p. 116
- 4) L. SCHMIDT and A. JOSEFSSON: Scand. J. Met. 3 (1974), p. 193
- 5) K. J. IRVINE and F. B. PICKERING: Iron Steel, 30 (1957), p. 219
- 6) S. C. DESAI: JISI 191 (1959), p. 250
- 7) 小田光雄, 大谷泰夫, 吉原正裕, 梨和甫, 村田義章, 尾崎孝三郎: 鉄と鋼, 63 (1977), S. 110
- 8) L. ROESCH: Mem. Sci. Rev. Met., 66 (1969), p. 29
- 9) J. GURLAND and J. PLATEAU: Trans. ASM 56 (1963), p. 442
- 10) 松本和明, 大内千秋: 鉄と鋼, 64 (1978), S. 257
- 11) 山中和夫, 寺崎富久長: 私信