

論 文

UDC 620.192.43 : 539.56 : 669.14-412 : 620.18

偏析部組成相当材の組織と靱性*

山 中 和 夫**

The Microstructure and Toughness of Steels Corresponding to the Chemical Composition of the Segregated Zone of the Plate

Kazuo YAMANAKA

Synopsis:

The microstructure and toughness of steels corresponding to the chemical composition of the segregated zone in the plate by continuous casting process or in the ingot by non-continuous process were investigated by means of microstructural observations and notch tensile tests to clarify the degree of embrittlement of the segregated zone.

The nil-ductility transition temperature (NDTT) in notch tensile tests of the martensite-bainite duplex structure due to the high manganese and high phosphorus contents is above $+200^{\circ}\text{C}$, while that of the ferrite-pearlite structure containing low manganese contents with even high phosphorus contents is below -100°C . Therefore, the embrittlement caused by the independent increase of phosphorus content is comparatively small, whereas the one caused by the formation of low-temperature transformed structure due to the increase of both manganese and phosphorus contents is large. Here the embrittlement becomes small by tempering at 650°C even when the low-temperature transformed structure is formed. The fracture mode is transferred from cleavage to intergranular with the increase of phosphorus content, which bring about lower fracture strength.

1. 緒 言

連続铸造材中心部や鋼塊材の逆V偏析部に相当する位置には P, Mn, Si などが偏析することはよく知られておりその生成機構や対策についても広く研究されている^{1)~5)}。合金元素のなかでとくに Mn および P が高濃度に偏析している部分では焼入性が高まり局部的にマルテンサイトやベイナイトなどの低温変態組織が生成する場合があります⁵⁾。引張破面にセパレーションが現れたり水素誘起割れ⁶⁾を起こす原因になることはすでに報告されている。しかし偏析部の脆化度に関する報告はこれまで数少ない。一方脆化の程度を測る方法としてシャルピー衝撃試験が一般的であるが P 濃度が高すぎると吸収エネルギーに差がみられず靱性の評価には使えない。したがって高強度材料の靱性の評価に用いられる切欠引張試験の方が高荷重速度下で破壊する切欠き衝撃試験に比べ偏析部の脆化度を評価するのに有効な手段であろう。そこで本研究では連続铸造材中心偏析部や鋼塊材の逆V偏析部の Mn および P の濃度に相当する鋼を溶製し、 -196°C ~

$+200^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で切欠引張試験を行い偏析部の脆化度の評価を行った。

なお偏析部には Mn, P 以外に S や C も偏析しているが S は主として Mn から成る硫化物介在物として地に固溶せず存在しているため低温変態組織の生成への影響は小さいものと思われ、また C については C の偏析は低く低温変態組織生成への影響は小さく C 量の差は低温変態組織の面積に効いている⁸⁾ことから本研究では Mn, P の二元素に着目して実験を行った。

2. 実 験 方 法

2.1 供試鋼

供試鋼の化学成分を Table 1 に示す。いずれも 50 kg 大気高周波溶解炉で溶製した。これらの鋼塊は 1200°C で 1 h 加熱した後 30 mm 厚に鍛造しつづいて 900°C 以上の温度で 13 mm 厚まで熱間圧延した。

2.2 実験内容と熱処理

調査項目は 1) 光学顕微鏡を用いた組織観察, 2) 切欠引張試験, 3) 走査型電子顕微鏡 (SEM) による引張

* 昭和 54 年 5 月 30 日受付 (Received May 30, 1979)

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

Table 1. Chemical compositions of the steels (wt%)

Steels	C	Si	Mn	P	S	SolAl	N
1	0.18	0.35	1.39	0.019	0.014	0.045	0.0066
2	0.18	0.34	1.38	0.10	0.014	0.044	0.0060
3	0.17	0.33	1.36	0.27	0.014	0.044	0.0073
4	0.18	0.33	2.37	0.022	0.011	0.048	0.0069
5	0.17	0.35	2.37	0.09	0.011	0.047	0.0080
6	0.20	0.32	2.41	0.30	0.011	0.045	0.0073

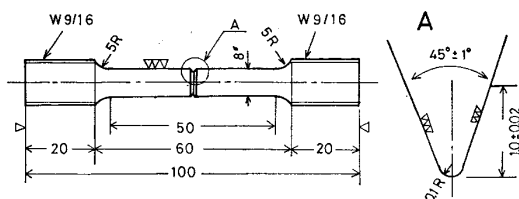


Fig. 1. The shape of the notch tensile specimens.

破面観察などである。熱処理はアルゴン雰囲気中 900°C で 1 h オーステナイト化後空冷 (符号 A), 炉冷 (F), および水冷後 650°C で 1 h 焼もどし (QT) 処理を施しその後空冷した。

光学顕微鏡観察は 2% 硝酸アルコールで腐食して行つた。状態図調査用試料は $13 \times 15 \times 15 \text{ mm}$ に切り出し $1350 \sim 700^{\circ}\text{C}$ の温度域で 50°C 間隔で 30 min 等温保持後水冷し組織観察によつて生成相 (γ , $\gamma + \alpha$, α) を決定した。切欠引張試験に用いた試験片は丸棒試験片の中央部に 1 mm 深さの V 切欠を入れたもので Fig. 1 にその形状を示す。引張試験はインストロン引張試験機を用いてクロスヘッド速度 2 mm/min で $-196^{\circ}\text{C} \sim +200^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で行い降伏強度, 破断強度および脆性破面率を測定し 50% 延性破面の遷移温度 (FATT), 無延性破面遷移温度 (NDTT) を求めた。

3. 実験結果

3.1 組織観察

組織観察結果を切欠引張試験結果と共に Table 2 に示す。また代表的な光学顕微鏡組織を Photo. 1 に示す。Photo. 1 にも認められるように Mn および P 含有量のちがいにより組織が異なっており, $1.36 \sim 1.39\% \text{ Mn}$ を含む低 Mn 鋼では P 量によらず空冷材, 炉冷材いずれもフェライト+パーライト組織であるが, $2.37 \sim 2.41\% \text{ Mn}$ を含む高 Mn 鋼はオーステナイト域からの冷却速度や P 量のちがいにより組織が大きく変化する。すなわち高 Mn 鋼で P 量の低い空冷材 (符号 4A) はフェライト+パーライト+ベイナイト組織であるのに対し, P 量の高い空冷材 (符号 6A) ではフェライト+ベイナイト+マルテンサイトの混合組織である。P 量の低い炉冷

Table 2. The results of the notch tensile tests and the metallurgical observations.

Steels	Heat treatment	Micro-structure	Notch tensile test	
			NDTT ($^{\circ}\text{C}$)	FATT ($^{\circ}\text{C}$)
1A	$900^{\circ}\text{C} \times 1 \text{ h A.C}$	F + P	~ -200	- 55
2A	"	"	-175	+ 40
3A	"	"	-125	+110
4A	"	F + P + B	-110	+ 80
5A	"	F + B	- 15	+195
6A	"	F + B + M	$> +200$	$> +200$
1F	$900^{\circ}\text{C} \times 1 \text{ h F.C}^*$	F + P	-120	- 20
2F	"	"	-130	+ 60
3F	"	"	-100	+120
4F	"	F + P + B	-155	- 10
5F	"	"	- 90	+ 75
6F	"	F + B	+ 85	$> +200$
10T	$900^{\circ}\text{C} \times 1 \text{ h W.Q.} + 650^{\circ}\text{C} \times 1 \text{ h A.C}$	Tempered-B	< -200	-100
20T	"	"	-155	- 10
30T	"	"	-105	+ 95
40T	"	Tempered-M	-180	-105
50T	"	"	-130	+ 15
60T	"	"	- 20	+135

* The average cooling rate between 900 and 600°C is about 50°C/h .

F : Ferrite B : Bainite
P : Pearlite M : Martensite

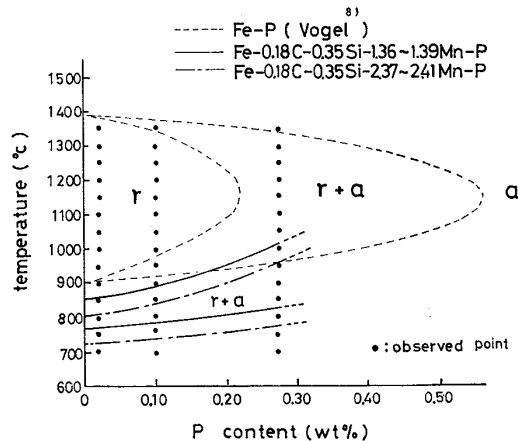


Fig. 2. The phase diagram of Fe-P binary alloy.

材はフェライト+パーライト+ベイナイト組織で P 量の増加と共にベイナイト組織の割合が増加している。焼入れ-焼もどし材では低 Mn 鋼が焼もどしベイナイト組織となるのに対し, 高 Mn 鋼は焼もどしマルテンサイト組織となる。このように Mn, P 濃度が高くなるほど, またオーステナイト域からの冷却速度が大きいほどベイナイトやマルテンサイトなどの低温変態組織の生成が著しい。

3.2 状態図の検討

Fe-P 二元系の状態図は VOGEL⁸⁾ 等により詳細に調

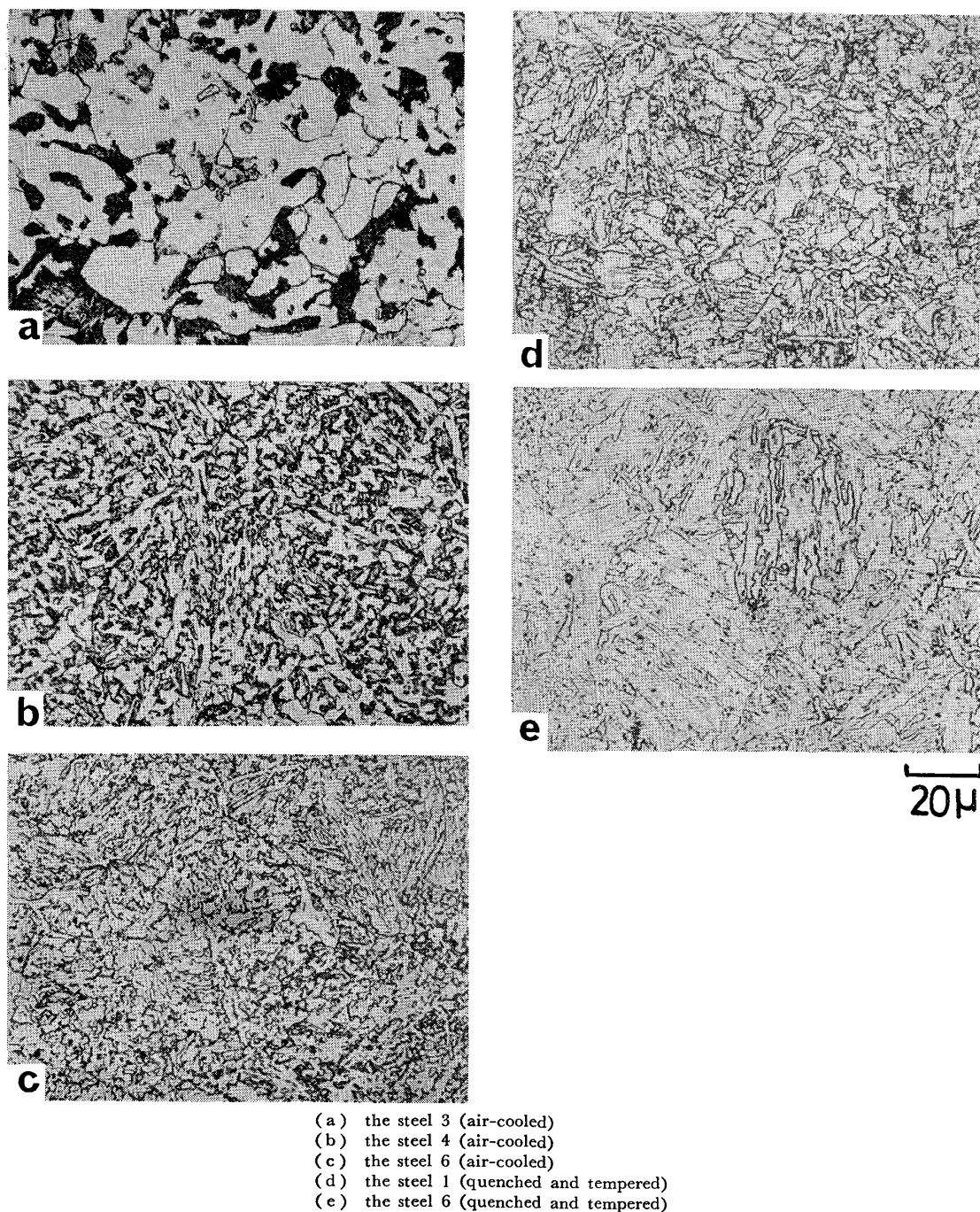


Photo. 1. Typical optical micrographs of the steels containing various Mn and P contents.

べられているが Mn を含む実用鋼に近い成分系でのデータは少ない。Fig. 2 は符号 1～6 の試料について 1350～700°C の範囲で組織観察を行い生成相を決定した結果を示す。Fig. 2 から供試材は C や Si 添加の効果とともに Mn 量が増すにつれて γ 化開始温度が Fe-P 二元系の場合に比べてかなり低温側へずれていることがわかる。すなわち P 濃度が 0% の位置でみると低 Mn 鋼の γ は約 850°C から、高 Mn 鋼の γ は約 810°C からそれぞれ始まつており Fe-P 二元合金に比べると前者で約 50°C、後者で約 90°C 低温側までずれている。

3.3 切欠引張試験

Fig. 3 に切欠引張試験測定の一例として P 量の異なる低 Mn 鋼炉冷材 (符号 1～3 F) の結果を示す。まず全般的にいえることは切欠降伏強度は温度が低くなると共に単調な増加を示すのに対し、破断強度の温度変化はある一定の温度まで温度低下につれて上昇するがマクロ的に破面が延性から脆性に転移する 50% 脆性破面遷移温度 (FATT) 以下では一定となり、さらに降伏強度に一致する温度—NDT 温度—(破断強度曲線が降伏強度曲線と交わる温度) 以下では急激な低下がみられる。

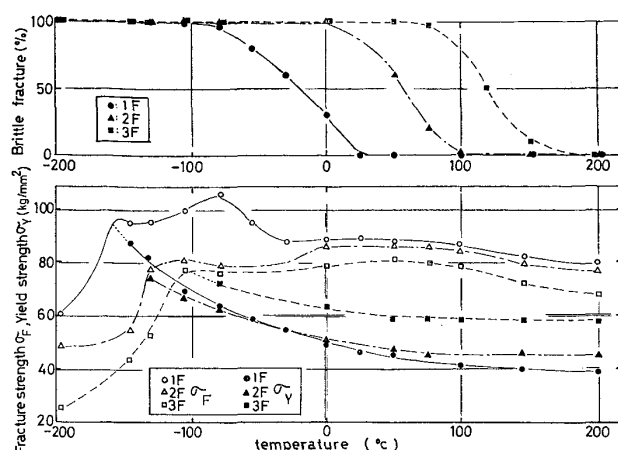


Fig. 3. The results of the notch tensile tests.

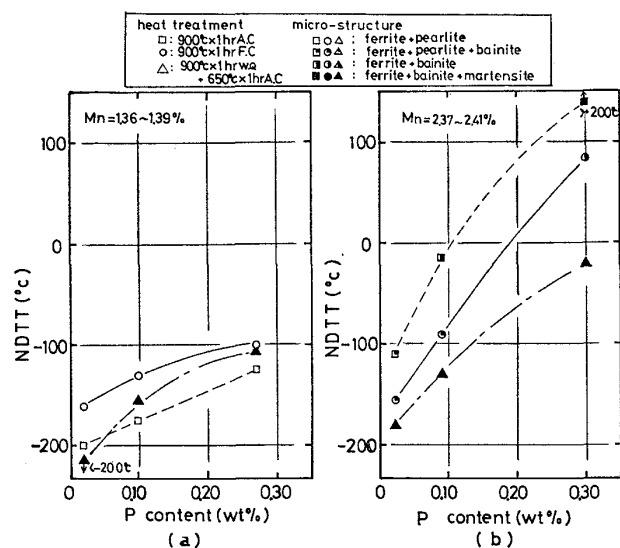
(a) low Mn steels (1.36~1.39 wt%Mn)
(b) high Mn steels (2.37~2.41 wt%Mn)

Fig. 4. The measured NDTT.

NDT 温度, FATT の測定結果を Table 2 および Fig. 4, 5 にそれぞれ示す. NDT 温度は Fig. 4 のように Mn 量による差が顕著にみられ低 Mn 鋼では空冷, 炉冷, 焼入れ-焼もどし材いずれも P 量の増加と共にゆるやかな上昇を示すのに対し高 Mn 鋼では P 量の増加と共に急激な上昇を示しており, とくに空冷材でそれが著しい. すなわち空冷材の NDT 温度は低 Mn 鋼の場合 0.019%P で約 -200°C , 0.10%P で -175°C , 0.27%P で -125°C と上昇度は小さいのに対し高 Mn 鋼では 0.022%P で -110°C , 0.09%P で -15°C , 0.30%P で $+200^{\circ}\text{C}$ 以上と急激な上昇を示している.

FATT も Fig. 5 のように NDT 温度と同様な変化がみられ, 空冷した高 Mn 鋼が P 量の増加と共に著しい上昇を示している. FATT は NDT 温度より常に数 10~150 度高温側にあるが, NDT 温度の平行移動というような単純な関係では表されないようである.

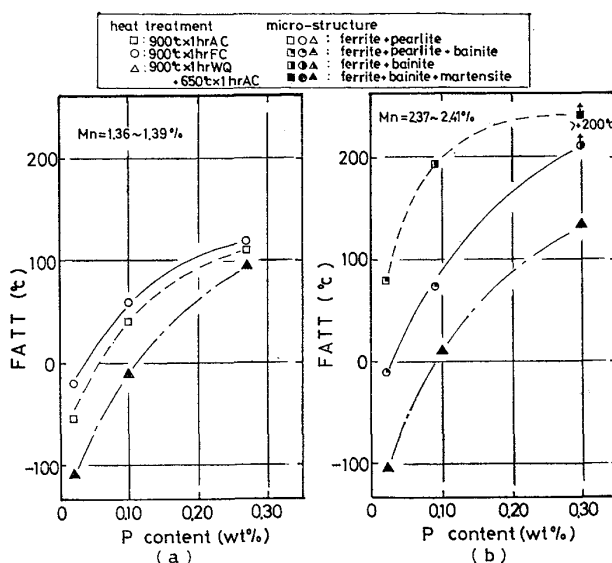
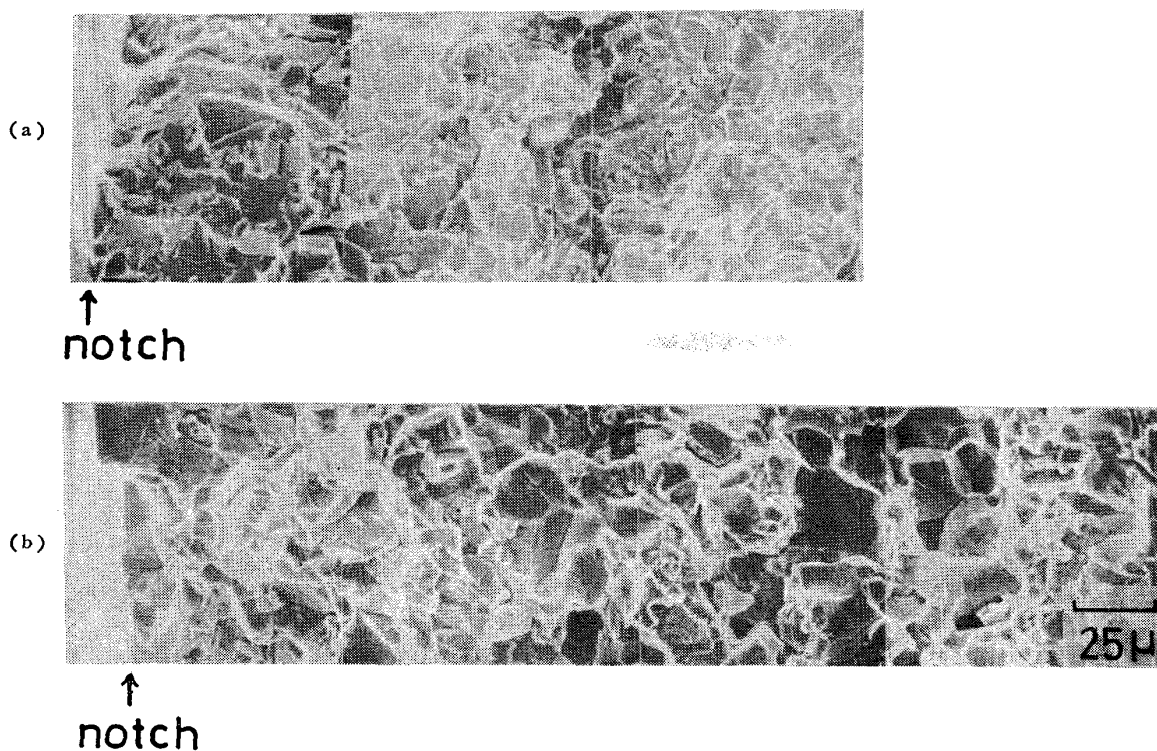
(a) low Mn steels (1.36~1.39 wt%Mn)
(b) high Mn steels (2.37~2.41 wt%Mn)

Fig. 5. The measured FATT.

3.4 引張破面観察

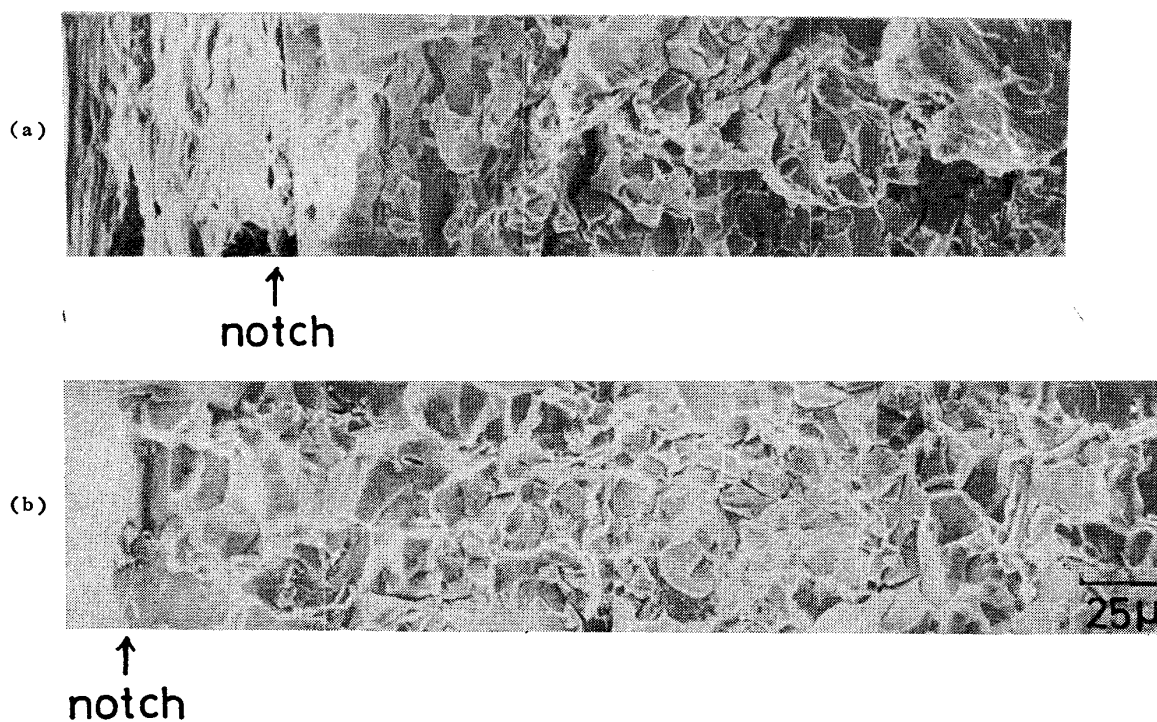
低 Mn 鋼はいずれもフェライト+パーライト組織であるが P 量のちがいに破壊形態に違いがみられる. すなわち NDT 温度以下の温度では Photo. 2 に示すように低 P (0.019%P) 鋼の破壊形態はへき開であるのに対し高 P (0.27%P) 鋼は切欠底でまずへき開破壊が発生し, これがフェライト粒界破壊に転移する. NDT 温度以上で FATT 以下でも Photo. 3 のように P 量の差により破面様相が異なり低 P 鋼は切欠底でストレッチゾーンを生じわずかな延性破壊の領域を経てへき開破壊領域となるのに対し, 高 P 鋼は切欠底で同様にストレッチゾーンを形成したのちフェライト粒界で破壊している. FATT より高い温度では低 P 鋼は切欠底でストレッチゾーンを形成し, 次いでディンプルパターンを示す延性破壊が発達したのちへき開破壊に変化しているが, 高 P 鋼は切欠底でストレッチゾーンを形成し 50~100 μ 程度の延性破壊が発生した後フェライト粒界破壊に転移している. このように同じフェライト+パーライト組織でも P 量が高くなるとへき開破壊からフェライト粒界破壊に変化しており, このような破壊形態の違いが低温における破壊強度の差に現れているものと思われる.

一方高 Mn 鋼については Photo. 4 に示すようにフェライト+パーライト+ベイナイト組織を有する低 P (0.022%P) 鋼は NDT 温度以下の温度で切欠底からへき開破壊を示しているのに対し, マルテンサイト+ベイナイト混合組織を有する高 P (0.30%P) 鋼は切欠底からオーステナイト粒界破壊を示しており高 Mn 鋼についても P 量の差により破壊様相が異なっている.



(a) the steel 1 (tensiled at -196°C)
(b) the steel 3 (tensiled at -145°C)

Photo. 2. Scanning electron micrograph of the fracture surface of the furnace-cooled steels.



(a) the steel 1 (tensiled at -105°C)
(b) the steel 3 (tensiled at -80°C)

Photo. 3. Scanning electron micrograph of the fracture surface of the furnace-cooled steels.

4. 考 察

4.1 切欠破壊挙動

切欠強度の温度依存性を模式的に Fig. 6 に示す.

Pは破壊強度に与える影響が大きくP量が増すと共に破壊強度が低下すると共に破壊挙動も異なっている. 破壊形態の温度変化を Fig. 7 に要約して示す. 低P鋼は不安定破壊が開始する温度 (NDT 温度) 以下では延性破

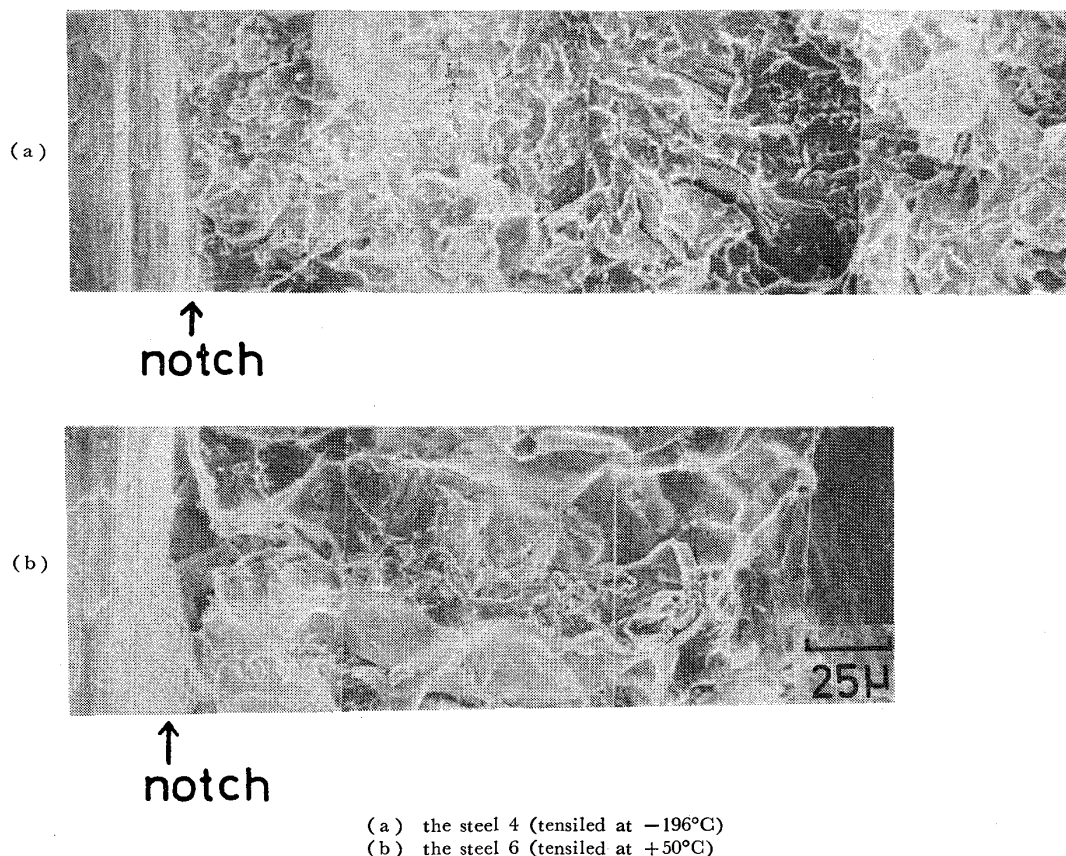


Photo. 4. Scanning electron micrograph of the fracture surface of the air-cooled steels.

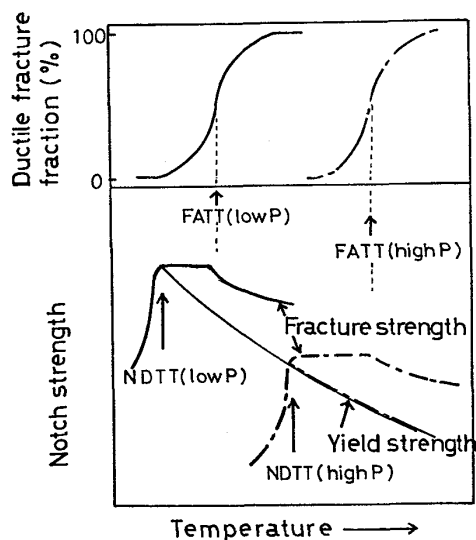


Fig. 6. Schematic illustration of temperature dependence of fracture strength.

壊は全く認められずへき開破壊のみが観察される。これは切欠先端での局所的な応力集中が大きくなると塑性変形することなく容易にへき開き裂が発生し、それがGRIFFITH条件⁹⁾を満たすと低応力で不安定破壊をするものと考えられる。NDT温度以上では切欠底で塑性域を形成したのち延性破壊領域を経てへき開破壊へ遷移す

る。このNDT以上でまず塑性変形が起こるのは破壊応力に比べ降伏応力が低いため破壊に先立ち裂先端における応力レベルを破壊応力に上げるためいくらかの歪み硬化が必要なためであろう。

一方高P鋼はNDT温度以下では切欠底からほとんど塑性域を形成することなく粒界破壊が発生する。これはHONDROS¹⁰⁾らにより指摘されているようにPが粒界に偏析して粒界の界面エネルギーを低下させ粒界の結合力を弱くする結果切欠先端部の応力により粒界が容易に口を開き、この口開きがGRIFFITH条件を満たすと破壊は試料全般にわたり伝播するものと考えられる。NDT温度以上ではいったん降伏したのち切欠先端部で延性破壊が発生しその先端の応力集中部の強度が粒界強度に達した時点で粒界破壊に遷移する。このようにP量で破壊強度や破面形態にちがいがみられるのはPが粒界の結合力に大きな影響を与えているためであろうと思われる。

4.2 偏析部の脆化

偏析部の脆化の程度を評価するために偏析部のMn, P組成に着目しこれと組織変化、脆化との関係について検討を行った。Fig. 8にMn・P組成と組織、NDT温度との関係を示す。この図からNDT温度と組織との間に良好な対応関係がみられることがわかる。すなわちフ

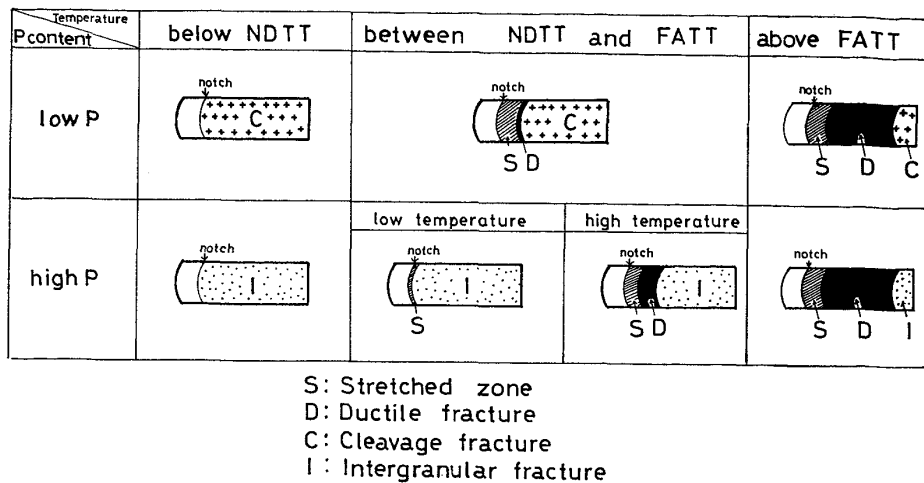


Fig. 7. Schematic illustration of temperature dependence of fracture morphology.

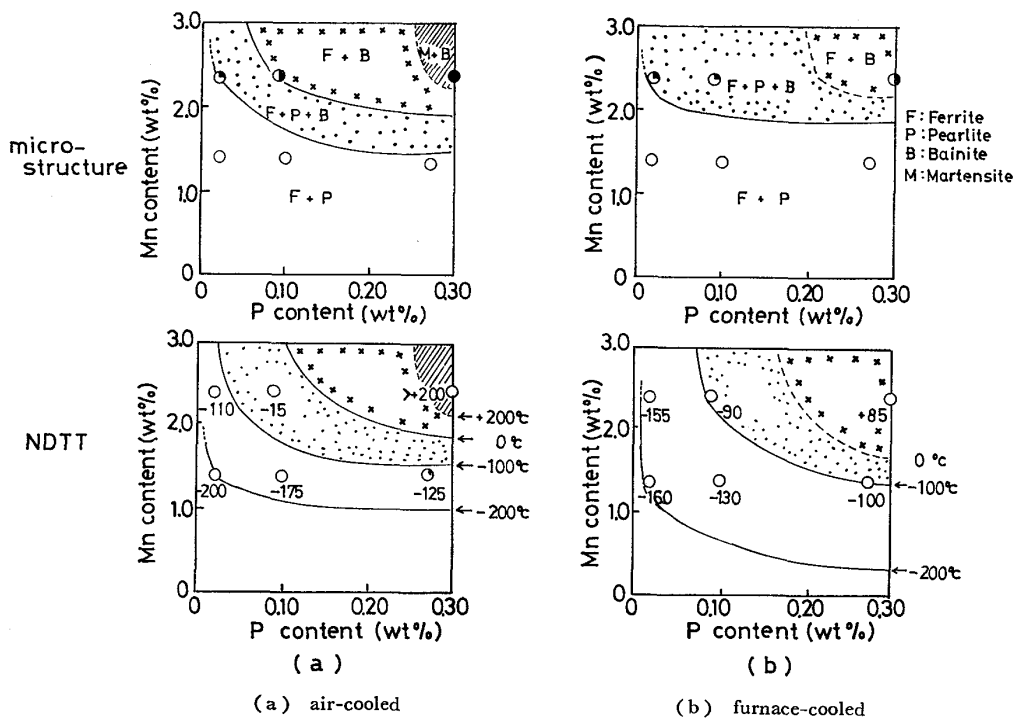


Fig. 8 Schematic diagrams of the relationship between the concentration of Mn, P and microstructure, and NDTT.

フェライト+パーライト組織を有する鋼のNDT温度は -100°C 以下であるのに対しフェライト+パーライト+ベイナイト組織は $-100^{\circ}\sim 0^{\circ}\text{C}$ 、フェライト+ベイナイト組織は $0^{\circ}\sim +200^{\circ}\text{C}$ 、マルテンサイト+ベイナイト組織は $+200^{\circ}\text{C}$ 以上でありPのみが増加してもフェライト+パーライト組織ではNDT温度の上昇度は比較的小さいのに対し、Mnの増加によるマルテンサイトやベイナイト低温変態組織の生成によりNDT温度の上昇が著しく大きいことを示している。このことはMnの高い実用鋼においてオーステナイトからの冷却速度の早い空冷材の方が炉冷材に比べて偏析部の靱性の劣化が大きい経

験事実とも合致している。Pの作用については高P材では粒界破壊がみられるため、おそらく粒界に偏析して粒界を脆弱にする働きを通して脆化に関与しているものと思われる。

鋼中にミクロ偏析によつて生じたこのような低温変態組織が存在するとこの部分は水素誘起割れ感受性が高くなる⁷⁾。低温変態組織の分布状態が異なる連続鋳造法によつて製造した 50 kg/mm^2 級高張力鋼圧延材について硫化水素を飽和させた人工海水中で水素誘起割れ試験を行った結果、低温変態組織がほとんどない場合は水素誘起割れ感受性が低いに変態組織が板面に平行に存在する

と変態組織部に沿って割れが生じ、とくに板面に平行に変態組織が層状に連続して存在する場合割れ長さ率が極めて高い値を示しており¹³⁾、水素誘起割れ感受性が偏析に起因する低温変態組織の有無・分布状態に大きな影響を受ける。また鋼中に化学成分や構造的な不均一性があると靱性劣化の要因となりうる。この場合分布状態が重要であり不均一部が板面に平行に分布していると板面に直角方向の靱性が劣る。Si, Mn の偏析バンドの存在する低合金鋼圧延材の板厚方向の靱性の低下¹⁴⁾や P 偏析層の存在によるホットコイルのセパレーション¹²⁾などもこのような不均一性が原因となつて生じている。

以上の結果より均質なすぐれた性能の鋼板を製造するには偏析の低減が第一であるが、次いで偏析にともなう成分元素の局部的濃化を考慮しても十分な性能が得られるよう鋼の成分設計を行う必要がある。

5. 結 論

鋼材中の偏析部に相当する化学成分の鋼を溶製しその組織、靱性を調査した。

(1) 高 Mn-高 P 鋼を空冷した場合に現れるマルテンサイト+ベイナイト混合組織の NDT 温度は +200°C 以上であり脆化が著しく大きいのにに対し、フェライト+パーライト組織を有する低 Mn-低 P および低 Mn-高 P 鋼の NDT 温度は -100°C 以下であつた。したがって P のみの増加による NDT 温度の上昇度は比較的小さく、低温変態組織の生成による脆化が大きい。

(2) 高 Mn-高 P の偏析部の靱性は熱処理により大きな差を示し空冷材の NDT 温度は炉冷材に比べて著く高い。この事実も組織感受性を示すものである。また低温変態組織が生成してもこれを焼もどすと靱性の劣化は軽減される。

(3) フェライト+パーライト組織を有する低 P 鋼は NDT 温度以下においてへき開破壊を示すが、P 量の増加にともない破壊形式はへき開からフェライト粒界破壊

に移行し破壊強度の低下がみられる。マルテンサイト+ベイナイト混合組織を有する高 Mn-高 P 鋼もオーステナイト粒界破壊を示し高 Mn-低 P 鋼の擬へき開破壊と異なる。

このように両組織共 P 量の増加にともない破壊様式がへき開から粒界破壊に移行し破壊強度の低下を示す。

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取締役小田尚輝博士、同研究所副所長西岡邦夫博士、同研究所次長邦武立郎博士ならびに本研究をまとめるにあたり有益な御助言をいただいた大森靖也博士に感謝いたします。

文 献

- 1) 川和高穂, 佐藤秀樹, 宮原 忍, 小谷野敬之, 根本秀太郎: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 486
- 2) 高石昭吾, 小舞忠信, 野呂克彦, 秋田靖博: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 915
- 3) 森 久, 田中伸晶, 佐藤憲夫, 平居正純: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 263
- 4) 浅野鋼一, 広本 健, 大橋徹郎: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 82
- 5) 竹内英磨, 池原康允, 柳井隆司, 松村省吾: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 1287
- 6) 白岩俊男, 藤野允克, 杉谷泰夫, 石村 進, 山中和夫, 原田武男: 鉄と鋼, 64 (1978), p. 411
- 7) E. MIYOSHI, T. TANAKA, F. TERASAKI, and A. IKEDA: Trans. ASME, Paper No. 75-Pet-2 (1975)
- 8) R. VOGEL: Arch. Eishüttenw, 3 (1930), p. 369
- 9) A. A. GRIFFITH: Proc. Int. Congr. Appl. Mech, (1924), p. 55
- 10) E. D. HONDROS: Proc. Roy. Soc, 286A (1965), p. 479
- 11) L. L. PYATAKOVA: Met. Sci. and Heat Treatment, 15 (1973), p. 1067
- 11) 福田 実, 国重和俊, 杉沢精一: 鉄と鋼, 64 (1978), p. 740
- 13) 寺崎富久長, 池田昭夫, 山中和夫: 鉄と鋼, 投稿予定