

# フェライト・パーライト鋼の中・常温降伏強度に およぼす結晶粒度の影響

論文

鹿内 伸夫\*・田川 寿俊\*・田中 淳一\*<sup>2</sup>

Influence of Grain Size on Yield Stress at Moderate Temperatures  
in Ferrite-Pearlite Steel

Nobuo SHIKANAI, Hisatoshi TAGAWA and Junichi TANAKA

## Synopsis :

The influence of grain size on the yield strength at moderate temperature in ferrite-pearlite steels was studied with paying attention to the  $k_y$  value in the Petch equation. The lower yield stress of a ferrite-pearlite steel has been considered to depend on the grain size, and is estimated by the Petch equation. The  $k_y$  value in the Petch equation is considered as the value which relates with the dislocation mobility and the Pierce-force. The  $k_y$  value is reported to be constant as  $2.2 \text{ kgf/mm}^2/\text{mm}^{-1/2}$  below the room temperature. On the other hand, the investigation on  $k_y$  above the room temperature has not been reported. The authors have verified that the  $k_y$  value decreased with the increase in temperature above the room temperature. The temperature dependence of  $k_y$  is classified to four ranges between  $25^\circ\text{C}$  and  $550^\circ\text{C}$ . The dependence can be explained by the decrease in pinning force of dislocations by carbon and nitrogen, the active multiplication of dislocations, and I.S. (Interstitial-Substitutional) effect.

The  $k_y$  value becomes negative, when the grain boundary sliding occurs because of the creep phenomenon under the lower strain rate at relatively high temperatures. The  $k_y$  value can not become negative without the creep phenomenon, but the  $k_y$  value approaches to zero.

**Key words:** carbon steel; ferrite-pearlite steel; yield stress; moderate temperature; grain size; Petch equation;  $k_y$  value; creep.

## 1. 緒 言

多結晶体の降伏強度（下降伏応力）は、平均結晶粒径  $d$  に依存し、Petch の関係式  $\sigma_{ys} = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$  ( $\sigma_{ys}$ : 下降伏応力,  $\sigma_0, k_y$ : 定数) によって表されることが良く知られている<sup>8)</sup>。この関係式の意味は、次のように理解することができる。多結晶体に外力が、加わつた時、まず初めに外力に対して、もつとも変形しやすい方位にある結晶粒の中で、わずかのすべり変形がおきる。この時、もともと存在していた可動転位あるいは、転位源から発生した転位は、移動しはじめる。しかし、転位は、結晶粒界を通過することができないため、その前面に堆積する。つまり、この結晶粒界には応力集中が生じ、この応力集中によつて隣接結晶粒内の転位源を活動させるか、隣接結晶粒内の可動転位を動かすことにより、変形が伝播していく。したがつて、転位の移動の障害となる結晶

粒界が多いものほど、応力が分散され巨視的な降伏を生じるためには、大きな外力を必要とすることになる。そのため細粒の方が、高い降伏強度を示す。

一方、Petch の関係式における傾き（定数： $k_y$ ）は、軟鋼では、FISHER らによると  $-183^\circ\text{C} \sim 27^\circ\text{C}$  の温度範囲で、約  $2.2 \text{ kgf/mm}^2/\text{mm}^{-1/2}$  で一定であるとされている<sup>1)</sup>。 $k_y$  は転位の易動度、パイエルス応力等に関与する値であると考えられるが<sup>3)7)</sup>、これまでの研究では、主に常温以下の検討が行われてきた<sup>2)10)</sup>。しかし、常温以上の  $k_y$  に関する詳細な研究は、これまで行われていない。

そこで、筆者らは、フェライト・パーライト鋼の中常温（常温～ $450^\circ\text{C}$  程度）降伏強度におよぼす結晶粒度の影響、とくに  $k_y$  の温度依存性を調査し、 $k_y$  が温度上昇に伴つて低下することを確認した。本稿では、この  $k_y$  の温度依存のメカニズムに関して検討した結果を報告す

昭和 52 年 10 月・57 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 61 年 5 月 12 日受付 (Received May 12, 1986)

\* 日本钢管(株)中央研究所 (Technical Research Center, Nippon Kokan K. K., 1-1 Minamiwatarida-cho Kawasaki-ku Kawasaki 210)

\*<sup>2</sup> 日本钢管(株)中央研究所 (現: International Light Metals Co.) (Technical Research Center, Nippon Kokan K. K., Now International Light Metals Co.)

る。また、これらの研究を行うに当たつて、とくに 500°C 程度以上では、クリープ現象も関与してくるためクリープ特性についても、併せて調査検討した。

## 2. 供 試 材

供試材は、Table 1 に示すような中C-低Mn-低Al系成分のボイラ用炭素鋼(JIS, SB鋼)である。供試材は、転炉-造塊-厚板圧延で製造した板厚 33 mm の厚鋼板である。

## 3. 実験方法

フェライト粒径を変えるために、Fig. 1 に示す熱処理を実施した。820°C~1200°C に加熱後、空冷あるいは炉冷した。また高温強度、クリープ強度に大きな影響を与える固溶Nの効果についても検討するため、結晶粒径を変える熱処理を行ったあとで、溶接後熱処理(PWHT, 640°C×4h)を実施し固溶NをAlNとして固定する処理を行つた。

高温引張試験は、Fig. 2 に示す平行部の径 6 mmφ, ゲージ長 30 mm のつば付引張試験片により、常温~550°C の温度範囲で実施した。また、歪み速度の影響についても検討するため、550°C では、歪み速度を 3×

Table 1. Chemical composition of steel tested.

(wt%)

C	Si	Mn	P	S	sol. Al	T.N
0.28	0.23	0.78	0.014	0.009	0.005	0.0052

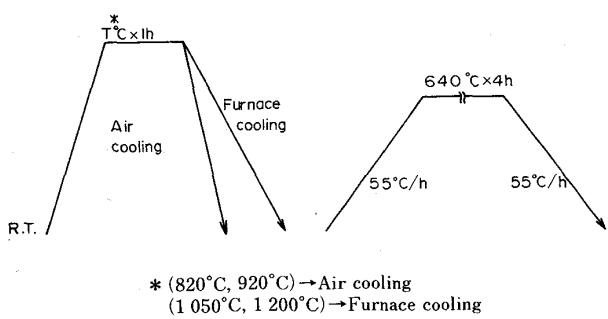


Fig. 1. Heat treatment for steels tested.

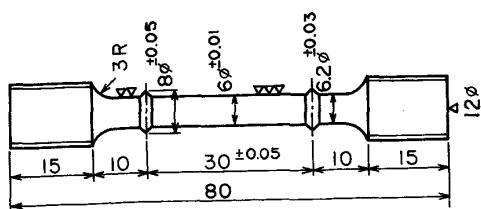


Fig. 2. Tensile test specimen for elevated temperatures (25-550°C).

$10^{-6} \sim 5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  の 3 水準に変えて高温引張試験を行つた。クリープ試験は、PWHT 材でフェライト粒径を 3 水準に変えて、450°C~550°C の温度範囲で実施した。

これらの実験と並行して、透過電顕による転位の観察および加工フォーマスターによる粒界すべり現象の確認等も併せて実施した。

## 4. 実験結果

### 4.1 顕微鏡組織

Photo. 1 に、圧延まま材および加熱温度を変えて空冷または炉冷した鋼の顕微鏡組織を示す。組織は、どの状態においてもフェライト・パラライト混合組織である。高温加熱炉冷材は、明らかに粗大粒となつてゐる。Table 2 にフェライト粒径を示す。熱処理条件を変えることにより 5 水準 (10~55 μm) の結晶粒径が得られている。またパラライト体積分率は、すべての熱処理材

Table 2. Ferritic grain sizes after various heat treatments. (μm)

Heat treatment	820°C ↓ A.C.	925°C ↓ A.C.	As rolled	1050°C ↓ F.C.	1200°C ↓ F.C.
	12.5	15.7		51.7	53.6
Non PWHT	10.4	13.8	18.7	53.2	55.9
PWHT					

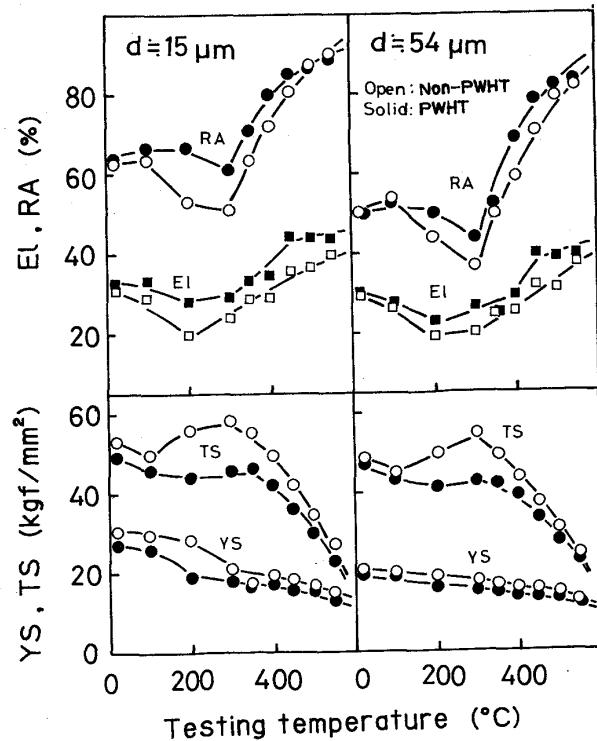


Fig. 3. Influence of testing temperature on mechanical properties of steels after heat treated at 925 and 1200°C.

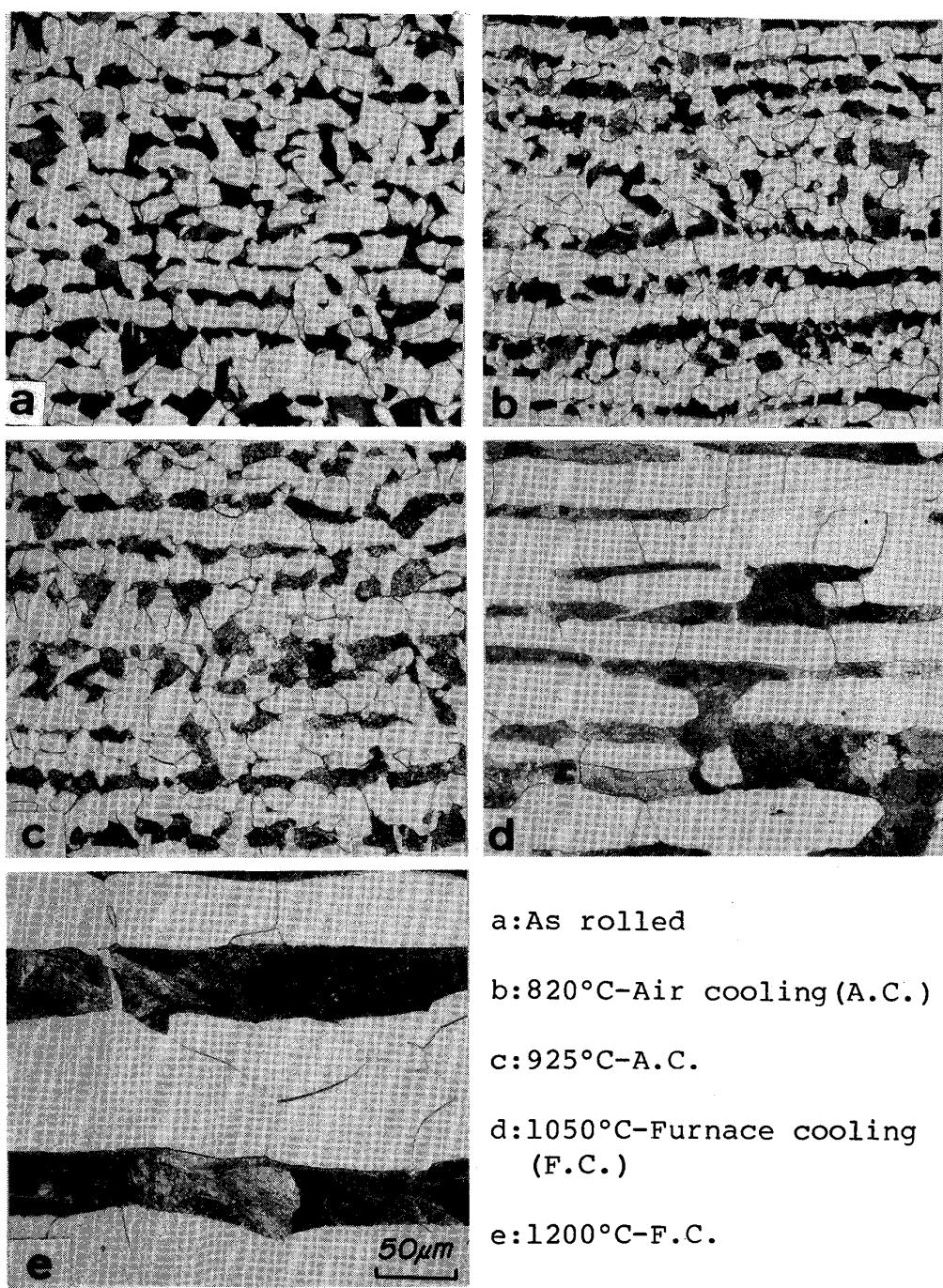


Photo. 1. Microstructures of steels after various heat treatments for changing the ferritic grain sizes.

で約30%と一定であった。

#### 4・2 高温引張特性

##### 4・2・1 高温引張特性

Fig. 3に高温引張試験結果を示す。試験温度が、100°Cでは常温の場合に比較して、強度は若干低下するが、延性はほとんど変化しない。300°C付近で、引張強度の上昇と延性の低下が明確に示される。この現象は、青熱脆性に起因するもので、この温度域では、固溶C,

Nが転位上に拡散して、COTTRELL雰囲気を形成するため、引張強度が上昇し延性が低下する。このような300°C付近での青熱脆性は、PWHTを行わなかつた鋼において顕著である。PWHTによって鋼中NがAlNとして析出し、転位を固着するNが減少するため、PWHT材の方が青熱脆性は軽減される。

青熱脆性温度域以上では、引張強度、降伏強度が単調に低下し、伸び、絞りは増加する。また、約300°C以

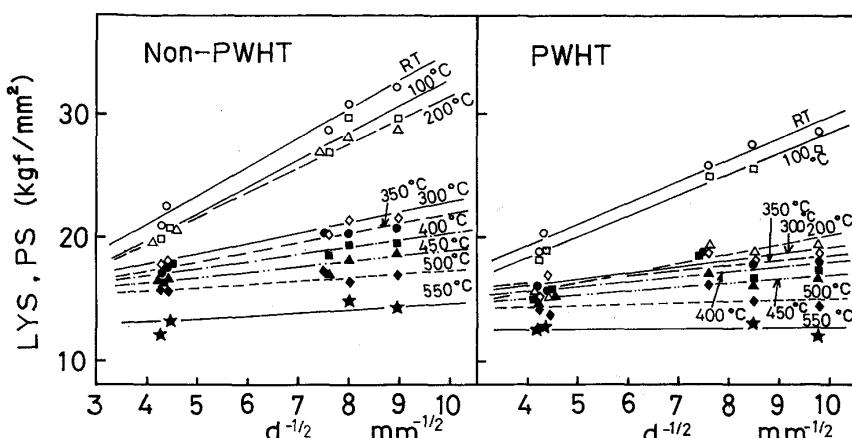


Fig. 4. Influence of  $d^{-1/2}$  ( $d$ : Ferritic grain size) on lower yield stress or 0.2% proof stress at 25°C (RT) to 550°C in PWHT and non-PWHT steels.

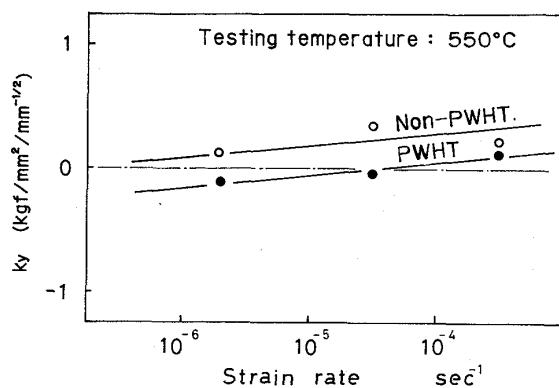


Fig. 5. Influence of strain rate on  $k_y$  at 550°C for PWHT and non-PWHT steels.

下では、明瞭な降伏点が認められるが、300°C以上での応力-歪み線図は、弾性限が低下し降伏点が不明瞭になつてくる。そのため、降伏点が現れない温度域では、降伏強度はすべて0.2%耐力表示とした。

#### 4・2・2 結晶粒度と降伏強度

Fig. 4に結晶粒度と中常温での降伏強度の関係を示す。前述のように、これまで、-183°C~27°Cでは、結晶粒度と降伏強度は直線関係が成立し、Petchの式で整理され、しかもその傾き  $k_y$  は、 $2.2 \text{ kgf/mm}^2/\text{mm}^{-1/2}$  でほぼ一定であるとされている<sup>1)</sup>。

今回の実験においても、常温~550°Cまでは結晶粒度と降伏強度は、ほぼ直線関係が成立している。しかし、傾き  $k_y$  は、試験温度の上昇に伴つて小さくなる傾向を示す。PWHT材では、試験温度 550°Cの場合、 $k_y$  はわずかに負の値になつてゐる。PWHT未処理材の場合には、試験温度 550°Cまでの温度域では、 $k_y$  は温度上昇に伴つて小さくなるが負にはなつてない。

#### 4・2・3 $k_y$ におよぼす歪み速度の影響

Fig. 5に、PWHT未処理材とPWHT材を試験温度

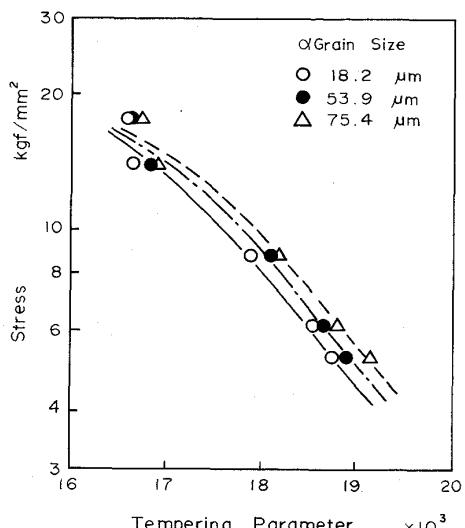


Fig. 6. Influence of ferritic grain size on creep rupture strengths (Testing temperature: 450 to 500°C).

550°Cで歪み速度を変えて引張試験を行つた時の歪み速度と  $k_y$  の関係を示す。PWHT材では歪み速度が  $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  以下において、 $k_y$  は負の値になつてゐる。

Fig. 6には、結晶粒度を変えた鋼のクリープ試験結果を示す。明らかに粗粒鋼の方が細粒鋼よりも高いクリープ強度を示してゐる。このように、比較的高温で歪み速度が遅い場合、つまりクリープ現象が関与する場合には、粗粒鋼の方が良好な高温特性を有してゐる。

## 5. 考察

### 5・1 中常温降伏強度におよぼすNの影響

炭素鋼においては、鋼中NはAIN等の析出物として存在するか、固溶N(転位、粒界等でトラップされている場合も含む)として存在している。固溶N量の増加は、中常温降伏強度を上昇させることが報告されてい

る<sup>6)11)</sup>。したがつて、中常温降伏強度におよぼす結晶粒度の影響を検討する上で、固溶Nによる効果を明らかにしておく必要がある。

PWHT 後の固溶N量は、Al と N の溶解度積からの計算によると 0.0024 wt% である。このとき、鋼中 sol. Al のほとんどが、AlN として析出していることになる。つまり、今回の実験において、PWHT 材では結晶粒度によらず固溶N量は、一定である。そこで、固溶N量の影響は、相対的に無視できると考えられる。PWHT 未処理材では、Fig. 3 に示したように青熱脆性に起因する引張特性の変化が明瞭であり、PWHT 材よりも固溶Nが多く存在している。したがつて、初期の加熱温度が一定であれば、PWHT の有無によって固溶N量の影響を相対的に明確にできる。ただし、詳細には SiN 等の存在も考えられ、また、初期の加熱温度の相違により、Al, N の固溶状態が異なるため、これらについても今後検討する必要がある。

## 5・2 結晶粒度と降伏強度の関係

Fig. 4 に示したように、結晶粒度と降伏強度の関係は、常温から 550°C の範囲において、ほぼ直線関係が成立し試験温度の上昇に伴つて、その傾きは小さくなる傾向を示す。

一般に結晶粒度と降伏強度の関係は、Petch の式 (1) 式で良く整理され、その傾き  $k_y$  は軟鋼では、ほぼ 2.2 kgf/mm<sup>2</sup>/mm<sup>-1/2</sup> である。FISHER らによると、この傾き  $k_y$  は、-183°C~27°C の範囲では一定であるとされている。

$$\sigma_{ys} = \sigma_0 + k_y \cdot d^{-1/2} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

ここで、 $\sigma_{ys}$ : 降伏強度

$\sigma_0, k_y$ : 定数 ( $\sigma_0$  は単結晶の降伏強度)

$d$ : 結晶粒径

Fig. 7 に、試験温度と Petch の式における傾き  $k_y$  の関係を示す。PWHT 未処理材では 200°C~300°C, PWHT 材では 100°C~200°C の間で、 $k_y$  は著しく低下する。450°C 付近では、PWHT 材で  $k_y < 0.4$ , PWHT 未処理材で  $k_y < 0.5$  である。PWHT 材の 550°C では、 $k_y$  は負の値になつてている。 $k_y < 0$  は、粗粒鋼の方が高い強度であることを示す。

降伏強度の結晶粒度依存性が、温度上昇に伴つて低下する理由を、以下に説明する。

### 5・2・1 温度上昇に伴う $k_y$ の低下に関する考察

COTTRELL は、結晶粒界における転位の堆積による応力集中が、隣接した粒内の C, N 雰囲気によつて固着されている転位を解放することによつて、降伏が始まるという考え方から (2) 式を導いている<sup>3)</sup>。

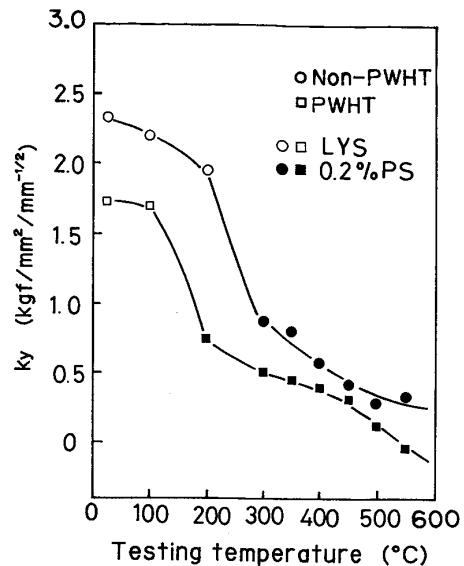


Fig. 7. Testing temperature dependence of  $k_y$  in 0.28C-0.78Mn steel.

$$k_y = \sigma_p (2l_s)^{1/2} \dots \dots \dots \quad (2)$$

ここで、 $\sigma_p$ : 転位を動かすのに要する応力

$l_s$ : 粒界から転位までの距離

一方  $k_y$  の著しい低下と降伏点が明瞭に現れにくくなる温度域は、対応している。上降伏点は、C, N 等によつて固着されていた転位が解放される時の応力に相当しているか、あるいは、他の可動転位の転位源が活動しあじめる応力に相当する<sup>9)</sup>。したがつて (2) 式を考慮した上で、 $k_y$  の低下は、C, N 等による転位の固着力の低下、可動転位の増殖の活発化、および、転位の易動度の上昇等の現象に起因していると考えられる。これらの現象が生じているとすれば、比較的低応力下においても、変形の伝播に必要な可動転位が存在もしくは、増殖されると考えられる。そのため、結晶粒径が小さい場合でも、転位は容易に粒界に堆積し、隣接結晶粒に変形を伝播させることができる。

この現象を模式的に Fig. 8 に示す。低温、高温でも細粒の方が、粒界での転位の臨界密度（ここでの転位の臨界密度とは、隣接結晶粒内の転位源を活動させるか、あるいは、可動転位を動かすための応力集中に必要な最少限の転位密度として定義する）に達するためには、大きな外力を要するが、高温側ほどこの差は小さくなり、結晶粒度依存性は低下する。さらに隣接結晶粒に変形を伝播させるために要する臨界の転位密度は、高温側の方が低下すると考えられ、結晶粒度依存性の低下はより明確になる。

これらの  $k_y$  の低下に関する現象は、中常温の全温度

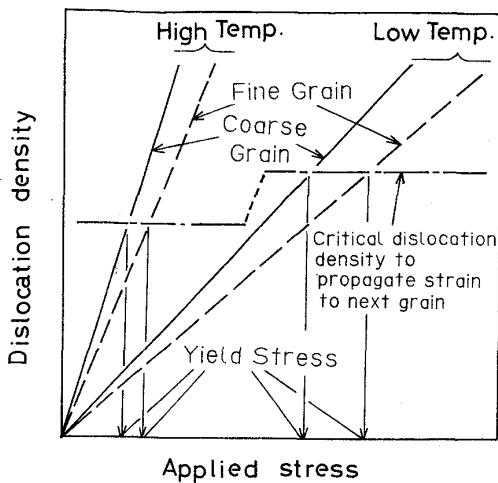


Fig. 8. Schematic presentation with respect to yield stress in fine and coarse grain steels at high and low temperatures.

域で同様に生じているわけではなく、以下に示すように温度領域ごとに異なる主律速因子が支配していると考えられる。

#### (1) 常温～200°C (青熱脆性温度域以下)

この温度域ではすでに報告されているように、結晶粒度と降伏強度の関係は Petch の式にしたがい、 $k_y = 2.2 \text{ kg f/mm}^2/\text{mm}^{-1/2}$  である。また固溶 N の拡散速度も遅く転位は N により固着された状態にあると考えられる。

#### (2) 200～300°C (青熱脆性温度域)

この温度域では、N の拡散が十分活発であり、しかも転位と N の固着力は (1) の温度域に比較して小さくなっていると考えられる。そのため転位は、雰囲気を形成している N を引きずつた状態で移動し、また、新しく増殖された転位も N により弱く固着されながら移動する。これが、引張試験における応力-歪み線図でセレーションが現れる領域に相当する。

$k_y$  は、この領域で著しい低下を示す。これは、転位と N の固着力が低下し、比較的小さな応力でも転位は動くことが可能であるため、結晶粒界での転位の堆積量が少なくとも、隣接結晶粒内の転位は活性化され、容易に動くことができる。

#### (3) 300～500°C (I.S. 効果の顕著な領域)

転位と N の固着状況は、(2) で述べた現象がより進んでおり N による転位の固着力は、さらに低下している。一方では、I.S. 効果<sup>4)5)</sup> (Interstitial-Substitutional 効果: 転位近傍の N と Mn 等が、化学的相互作用により引き付け合い、転位は N, Mn の雰囲気を引きずつた形で移動しなければならないため、強度は上昇する) が現れ

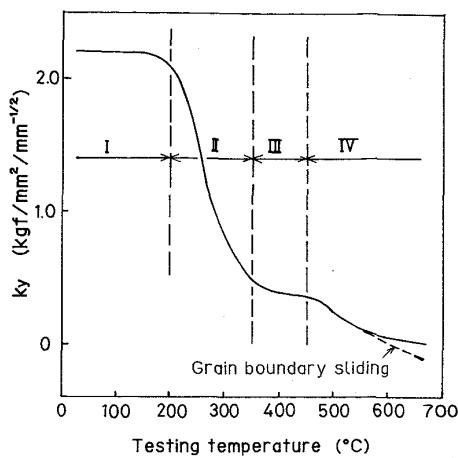


Fig. 9. Schematic presentation with respect to testing temperature dependence of  $k_y$ .

てくるため、転位の移動に対する抵抗は大きくなる。供試材の場合には Mn-N が、I.S. 効果を示すと考えられる。そのため、転位の移動に要する応力は、I.S. 効果の分だけ大きくなり  $k_y$  は、(2) の領域のような著しい低下を示さない。

#### (4) 500°C 以上 (I.S. 効果が低下する領域)

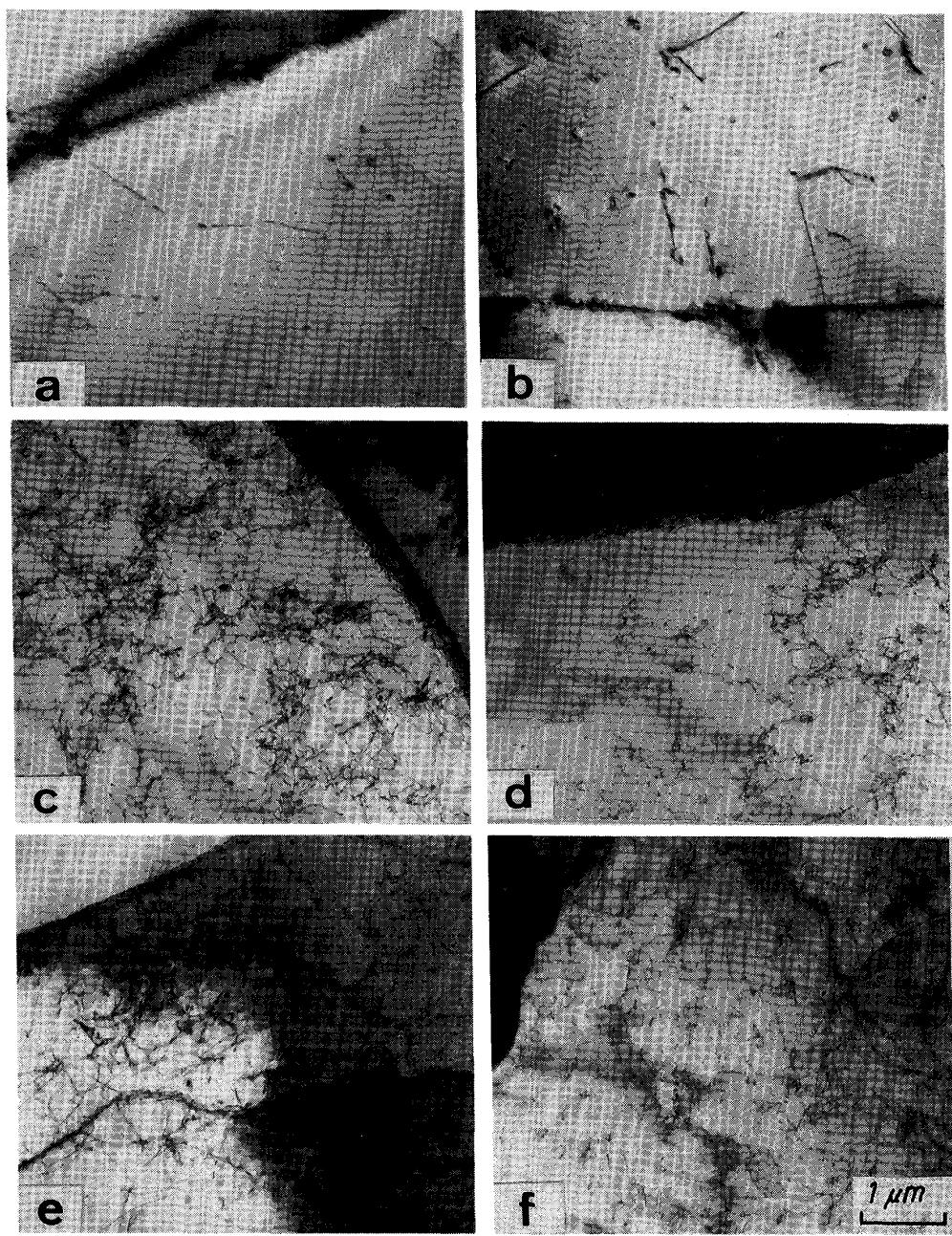
I.S. 効果を示す元素の種類によつては、この温度域は高温側、あるいは、低温側に移行することが考えられる。この領域では、Mn, N 等の拡散は十分速い。そのため転位は、I.S. 効果がないので移動しやすい状態になつていて、したがつて、 $k_y$  は再び低下する。このようなメカニズムを前提とした場合には、 $k_y$  は負の値にはならず、漸近的に 0 に近づくものと考えられる。

しかし、実際には Fig. 7 で示したように、 $k_y$  は約 500°C 以上で負になる場合がある。詳細は後述するが、 $k_y$  が負になる現象は粒界すべりが関与しているためである。つまり、比較的高温でクリープ現象が生じる領域では  $k_y$  は負になる。

これら (1)～(4) の領域を模式的に Fig. 9 に示す。このように  $k_y$  の温度依存性は、4段階に分けて考えることができ、それぞれに関与する現象としては、N, C 等による転位の固着力の低下、転位の増殖の活発化、I.S. 効果等が考えられる。

PWHT の有無により  $k_y$  の温度依存性が異なるのは、固溶 N 量の差によるものと考えられる。領域 II～IVにおいては、固溶 N 量の多い鋼 (PWHT を行つていない鋼) の方が、転位の固着力、I.S. 効果が大きいため、 $k_y$  は、PWHT 材に比較して高い値となつている。

Photo. 2 には、Fig. 9 で示した領域 I～IV のうち I, II, III の各温度域で 0.2% 歪みを付与した鋼の透過



a, b: at 25°C c, d: at 250°C e, f: at 400°C  
 Photo. 2. Transmission electron micrographs of specimens with 14  $\mu\text{m}$  ferritic grains after tensile deformation (Strain: 0.2%) at various temperatures.

電顕観察結果を示す。常温での転位密度は、相対的に低く、 $k_y$  の著しい低下が認められる領域Ⅱ（250°C）では転位密度が増大している。400°Cにおいても常温の場合に比較して、転位密度は高くなっている。

つまり、 $k_y$  の低下する温度域以上の温度では、常温の場合よりも転位の発生、増殖が容易になつてゐると言えられる。これは、すでに述べたように降伏強度の結晶粒度依存性の低下に関与する現象の一つである転位増殖

の活発化を示している。

#### 5・2・2 中温域以上での $k_y$ の歪み速度依存性

$k_y$  は、試験温度の上昇に伴つて低下し Fig. 7 に示したように高温では、負になる場合がある。これは、粒界すべりの影響が存在していることを示唆する。つまり、クリープ現象が存在しうる低歪み速度の場合には、粒界すべりが変形に関与する可能性が高い。Fig. 5 に示したように、 $k_y$  は歪み速度の低下とともに小さくなり、

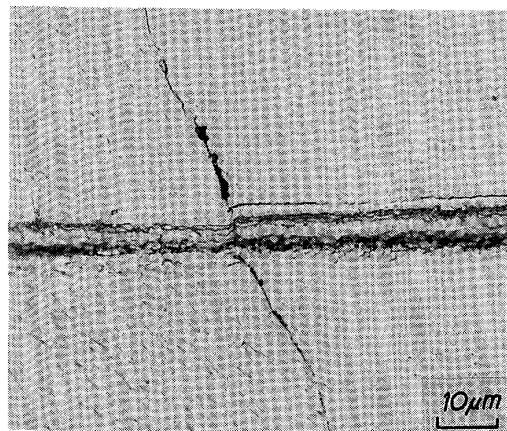


Photo. 3. Grain boundary sliding of steel with 54 μm ferritic grains after deformation at 550°C (strain rate:  $4.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ).

歪み速度が  $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  以下では負になる。Fig. 6 に示したクリープ試験結果からも、結晶粒界の少ない粗粒鋼の方が高強度になることは明らかである。そこで、あらかじめ、けがき線を入れた試料を用いて加工フォーマスターにより圧縮歪みを加えて粒界すべりの状況を観察した。試験温度は、550°C、歪み速度は  $4.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 、試験片の結晶粒径は、53.6 μm である。

Photo. 3 に示すように、部分的に粒界すべりが生じているのが認められる。結晶粒径 53.6 μm において粒界すべりが確認されたことにより、細粒鋼においても粒界すべりが生じているものと考えられる。

したがつて、中常温における  $k_y$  の温度依存性は、Fig. 9 に示したように粒界すべり現象も同時に考慮する必要がある。粒界すべりが変形に関与しない限りは、 $k_y$  は負にはならず 0 に近づく。粒界すべりが関与することによつて  $k_y$  は負になる。

## 6. 結 言

中常温での降伏強度におよぼす結晶粒度の影響について調査した結果、次のことが明らかとなつた。

(1) 固溶N量が一定のもとでは、結晶粒度と降伏強度の関係は常温～550°C の範囲で、ほぼ直線関係が成立する。

(2) その傾き  $k_y$  は、試験温度の上昇に伴つて小さくなる傾向を示す。

(3) 温度上昇に伴う  $k_y$  の低下は、クリープ現象が変形に関与しない場合、常温～550°C の温度範囲で、四つの領域に区分できる。これは、C,N による転位の固着力の低下、転位の増殖のしやすさ、I.S. 効果等によつて説明可能である。

(4) 透過電顕による転位密度の状況を観察した結果、 $k_y$  の著しい低下を示す 250°C 以上で明らかに転位密度の増加が認められた。つまり、約 250°C 以上の温度域では、常温に比較して転位の発生、増殖が容易になつてゐると思われる。

(5) 比較的高温で歪み速度が遅い場合、つまり、クリープ現象が関与する場合には、粒界すべりが生じるため  $k_y$  は負の値になる。クリープ現象が関与しない場合には、 $k_y$  は、漸近的に 0 に近づくが負にはならないと考えられる。

## 文 献

- 1) R. M. FISHER: Deformation of Iron, Ph.D. Dissertation, University of Cambridge (1962)
- 2) 大庭幸夫: 日本金属学会誌, 30 (1966), p. 958
- 3) A. H. COTTRELL: Relation between Structure and Strength in Metals and Alloys (1963), p. 455
- 4) 門間改三, 須藤一, 早乙女和己, 根本正: 日本金属学会誌, 29 (1965), p. 191
- 5) 門間改三, 須藤一, 小北英夫: 日本金属学会誌, 29 (1965), p. 941
- 6) J. GLEN, R. F. JOHNSON, M. J. MAY and D. SWEETMAN: High Temperature Properties of Steel (1966), p. 159 [The British Iron and Steel Research Association and the Iron and Steel Institute]
- 7) 鈴木秀次: 鉄と鋼, 53 (1967), p. 1442
- 8) N. J. PETCH: JISI (1953) May, p. 25
- 9) H. CONRAD and G. SCHOECK: Acta Metall., 8 (1960), p. 791
- 10) A. KRABIELL and W. A. DAHL: Arch. Eisenhüttenwes., 52 (1981), p. 429
- 11) 天明玄之輔, 田中淳一, 田川寿俊: 鉄と鋼, 63 (1977), S766