

炭素鋼におけるオーステナイトの固溶体硬化と軟化

酒井 拓*・徐 洲*・張 国榕**

Solid Solution Hardening and Softening of Austenite in Plain Carbon Steel

Taku SAKAI, Zhou XU and Guo-Rong ZHANG

Synopsis : Solid solution hardening and softening of austenite, i.e. completely opposite phenomena, have been reported for plain carbon steel. These problems were studied in tension and compression tests for 0.05 to 0.84 mass % carbon steels. The shapes of dynamic recrystallization (DRX) type flow curves are almost independent of carbon content. Peak flow stress as well as steady state flow stress rapidly decrease with increase in carbon content and approach a certain value in high concentration, i.e. solid solution softening takes place in the range of higher strain. On the other hand, flow stresses in the range of initial work hardening rapidly increase and then go to a saturation, i.e. solid solution hardening occurs at lower strains. The solid solution softening for stresses at higher strain can be attributed to the enhanced DRX caused by increased diffusivity of vacancy due to the addition of carbon. In contrast, the solid solution hardening for stresses at lower strain may be caused by the increase of dragging stress for dislocation motion due to carbon atmosphere or excess vacancy.

Key words : plain carbon steel ; austenite ; hot deformation ; solid solution hardening ; solid solution softening ; dynamic recrystallization ; diffusivity ; dragging stress.

1. はじめに

鉄鋼の高温加工工程に対して計算機援用による制御と管理が一般化されることにより、最適加工条件の設定や加工品の寸法、形状等の高精度化だけでなく、近年では加工製品の組織や材質の同時制御に加えてその予測も可能となりつつある^{1)~3)}。高温加工下の変形応力はその際に必要となる最も基本的な材料特性値であり、これまでに多くの研究報告やその集録が出されている⁴⁾⁵⁾。

ところで、普通炭素鋼のオーステナイト(γ)域の変形応力におよぼす炭素量の影響を調査しているこれまでの報告では、固溶体硬化を示すデータ^{5)~7)}と共にこれとは逆の固溶体軟化を示すデータ^{8)~10)}とが存在し、いまだ一つの定まった結論は得られていない。その原因として、変形前の結晶粒径や析出物等の初期組織状態や炭素以外の不純物元素の種類やその含有量が一定に保たれていないこと、また変形応力の測定方法やその定義自身(例えば、ある特定ひずみの変形応力、平均変形応力や定常状態応力等)も必ずしも同じではないことが挙げられる。

本研究は、炭素を0.05から0.84(質量)%含む4種類の普通炭素鋼を用いて、その γ 域の変形特性におよぼす炭素量の影響を引張試験と一部圧縮試験によって調査し、前述の固溶体硬化または軟化現象のどちらが存在するのか、また

その出現原因の検討を目的としたものである。その結果、固溶体硬化または軟化という相反する現象は炭素鋼においては二つとも存在することが明らかとなった。 γ 域の高温変形機構と併せて固溶体硬化と軟化現象の出現原因について検討を加えた。

2. 実験方法

供試材の4種の炭素鋼は、電解鉄をもとにして高周波誘導炉で溶解鋳造した10kgの鋼塊であり、これを1520~1370Kで熱間圧延後数回の焼なましと冷間圧延により厚さ0.6mmの薄板とした。これより、平行部長さ22mm、幅3mmの肩付試験片を圧延方向に切り出した。また、一部行なった圧縮試験のために、厚さ10mmの熱間圧延板より直径8mm、長さ12mmの円柱状試験片を圧延方向に切り出した。これらの4供試鋼の化学成分をTable 1に示す。炭素量以外の例え

Table 1. Chemical composition of plain carbon steels tested (mass %).

| Designation | C | Si | Mn | P | S | Sol. Al | T.N |
|-------------|-------|------|------|-------|--------|---------|--------|
| 0.05C steel | 0.051 | 0.26 | 1.46 | 0.004 | 0.0028 | 0.028 | 0.0060 |
| 0.15C steel | 0.15 | 0.30 | 1.48 | 0.004 | 0.0034 | 0.015 | 0.0077 |
| 0.41C steel | 0.41 | 0.31 | 1.49 | 0.004 | 0.0043 | 0.019 | 0.0090 |
| 0.84C steel | 0.84 | 0.34 | 1.51 | 0.004 | 0.0061 | 0.027 | 0.0103 |

平成5年11月25日受付 平成6年4月8日受理 (Received on Nov. 25, 1993; Accepted on Apr. 8, 1994)

* 電気通信大学 (The University of Electro-Communications, 1-5-1 Chofugaoka Chofu 182)

* 2 電気通信大学大学院生 (現:日本ビクター(株)) (Graduate Student, The University of Electro-Communications, now Victor Company of Japan, Ltd.)

ばSi量は平均0.30%, Mn量は平均1.49%, その他の不純物元素量も可能な限り同じレベルに調整した。

引張試験直前の組織状態を4鋼種間で同じとするため, 0.05C鋼では1173Kで1.2ks, 0.15C鋼と0.41C鋼では1273Kで1.8ks, 0.84C鋼では1103Kで1.8ksの真空焼なましを前もって施して実験に供した。次に, 試験機の真空炉内でこのように処理した4供試鋼を同じ一つの温度1233Kで0.9ksオーステナイト化処理することにより, それらの初期粒径を $16.5 \pm 1\mu\text{m}$ に調整すると同時に不純物原子またはそれらの析出物の存在状態を可能な限り同じになるよう配慮した。

実験に用いた高温引張試験機は, 試験片を約10mPaの真空中で変形後水素ガスを噴射させ急冷できる装置を備えている。実験装置と実験方法は他で詳しく述べている⁹⁾。各試験片は前述の1233Kで0.9ks再加熱後試験温度の1133Kまで炉冷され, そこで0.6ks保持してから初期ひずみ速度 $2 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ で引張試験された。一方, 圧縮試験には真ひずみ速度を一定に制御できる計算機援用の試験機¹¹⁾を用いた。試験温度は1133K, 真ひずみ速度は $2 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ であり, 潤滑剤にはガラス粉末を用いた。尚, 変形前の組織状態を同じにする目的で引張試験片に対して施した熱処理は, 圧縮試験片に対しては考慮しなかった¹⁰⁾。

3. 実験結果と検討

3・1 高温変形曲線

1133K, $2 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ における4供試鋼の代表的真応力-真ひずみ(σ - ϵ)曲線をFig.1に示す。これらの σ - ϵ 曲線は低ひずみ域の加工硬化からピーク応力に達し, その後加工軟化と再硬化が続く応力振動型の形状を示す。これは $16.5\mu\text{m}$ の初期微細粒組織が動的再結晶によって粗粒化する際に現れる典型的な挙動と考えられる¹²⁾。 σ - ϵ 曲線は炭素量によって敏感に変化することがFig.1より分かる。すなわち、(1)ピーク応力に達するひずみ(ピークひずみ) ϵ_p は炭素量と共に減少し, (2)高ひずみ域の変形応力特に ϵ_p 以後のそれは炭素量の増加に伴い減少し, そこでは固溶体軟化が現れること, これに対してFig.1(b)の σ - ϵ 曲線の拡大図でより明瞭に分かるように, (3)降伏以後の低ひずみ域の変形応力は炭素量の増加に伴い増加し, そこでは固溶体硬化が現れることは, 特に注目される。

著者らは先に炭素を0.036%から1.09%まで含む6種類の普通炭素鋼を用いて γ 域の変形特性を詳細に調査し, 広範囲な温度とひずみ速度下で固溶体軟化現象が現れること, すなわち上述の結果の(2)だけを実証しているが, その他の結果(1)と(3)はそこでは見出されていない⁹⁾。その原因

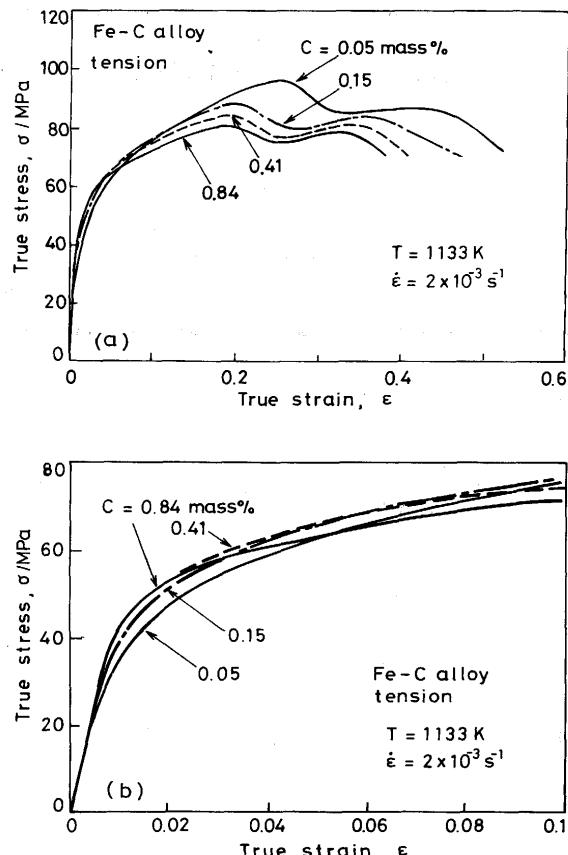


Fig.1. (a) A series of typical stress vs. strain curves derived from tensile tests for plain carbon steels containing from 0.05 to 0.84 mass % carbon at a temperature of 1133K and at an initial strain rate of $2 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$. Austenitization was carried out at 1233K for 0.9ks in the test chamber before testing of each sample, leading to the initial grain size of $16.5 \pm 1\mu\text{m}$. (b) The flow curves in the range of lower strain are shown. Note that solid solution hardening takes place at lower strains and, in contrast, solid solution softening at higher strains.

として, 前回の実験では炭素以外の不純物原子の含有量を同じレベルに調整していないことと各炭素鋼の初期粒径を $42.3 \sim 62\mu\text{m}$ の範囲で変化させていること等が挙げられよう。

引張試験ではネッキング形成による不安定変形が生じるため, 高ひずみ域の変形特性の詳細な解析はできない。そこで, 0.05C鋼と0.84C鋼についてだけFig. 1と同じ条件で真ひずみ速度一定の圧縮試験を行なった。その結果をFig. 2に示す。Fig. 1から導かれる3つの結果はすべてFig. 2でも実証されており, 更に高ひずみ域で応力がほぼ一定となる定常状態変形応力が炭素量と共に明瞭に減少していることが分かる。これより, 炭素鋼の γ 域における少なくともピークひずみ以後の変形応力に関しては固溶体軟化現象が現れることが結論される。

尚, Fig. 1, Fig. 2 より, 多重ピーク型 σ - ϵ 曲線の応力振動は炭素量の増加に伴い明瞭に現れることが分かる。動的再結晶に対する相対的粒径モデル¹²⁾によれば, 初期粒径 d_0 と

[†]圧縮試験片の変形前の γ 粒径は炭素量によって変化する可能性があるが, 高ひずみの定常状態変形応力は温度とひずみ速度によって大きく支配され, それに対する変形前の組織の影響は極めて小さいことが分かっている¹⁵⁾¹⁶⁾。

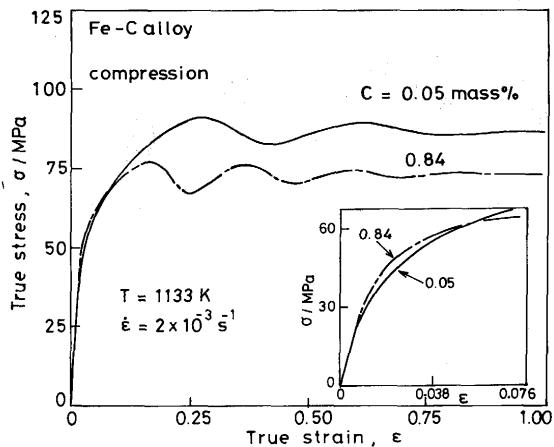


Fig. 2. Typical stress vs. strain curves derived from compression tests at a constant true strain rate of $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and at 1133 K for 0.05% and 0.84% carbon steels.

高ひずみで生じる動的再結晶粒径 d_s の間に成立する次の臨界条件式、

$$d_0 = 2d_s \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

を境にして動的再結晶特性が単一ピーク型から多重ピーク型へ変化すること、そして後者の場合 d_0 と d_s との差が増加するほど多重ピーク型変形が明瞭化することを予測させる¹³⁾。炭素鋼における高ひずみの変形応力と d_s とは温度やひずみ速度によらず一義的な関数関係を示し、それは炭素添加によってはほとんど変化しないことが報告されている^{12)~14)}。これより、同じ試験条件($T, \dot{\epsilon}$)下の高ひずみの変形応力が炭素添加に伴って減少すれば、高ひずみで生じる d_s は炭素量に伴い増加するはずである。その結果、鋼種によらず一定とした $d_0 (= 16.5 \mu\text{m})$ と d_s との差が炭素量と共に増加することにより、多重ピーク型変形はそれに伴い顕在化することが説明できる。

3・2 高温変形における炭素含有量の影響

0.001, 0.01と0.08の各塑性ひずみにおける変形応力とピーク応力 σ_p の炭素含有量に伴う変化をピークひずみ ε_p のそれと共にFig. 3に示す。Fig. 3の各測定点は少なくとも10点以上の実験点の平均値を示している。低ひずみ域における変形応力は炭素量と共に増加しながら高炭素側である一定値に近づき、そこでは固溶体硬化現象が現れることが確認される。しかし、ひずみ0.08の応力 $\sigma_{0.08}$ における固溶体硬化量は小さく、0.4%以上の高炭素側では逆に固溶体軟化が生じるようになる。これが ε_p に対応して現れる σ_p の炭素量依存性においては、低炭素側から顕著な固溶体軟化が起こり、高炭素域ではそれが飽和しある一定の σ_p に近づいている。高ひずみの定常状態変形応力においても σ_p の挙動と酷似する現象が現れることはFig. 2より分かる。また、動的再結晶が急速に起こり出すと考えられるひずみ ε_p は¹⁶⁾、低炭素側で大きく減少後0.4%C以上である一定値に近づいているが、

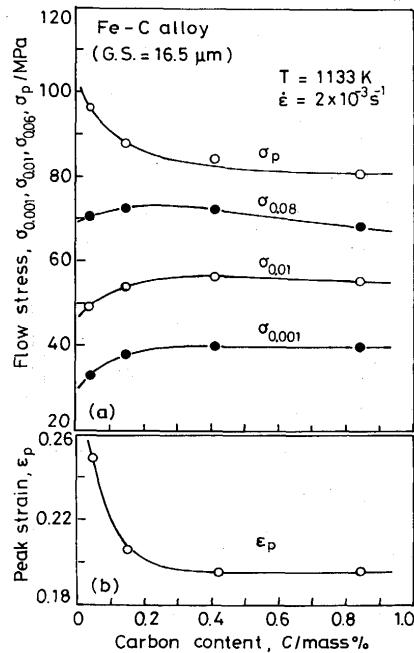


Fig. 3. Effect of carbon content (a) on several flow stresses and (b) on peak strain ε_p . $\sigma_{0.001}$, $\sigma_{0.01}$, $\sigma_{0.05}$ and σ_p are the stresses at plastic strains of 0.001, 0.01, 0.08 and ε_p , respectively. These data are the average of over 10 experimental values.

これは σ_p の挙動と類似するようで興味深い。

炭素鋼の変形応力の炭素量依存性に対して固溶体硬化を結論しているこれまでの報告^{5)~7)}を調べると、そこで対象としている変形応力は $10 \sim 150 \text{ s}^{-1}$ という高速変形下で生じるある特定ひずみ例えば $\varepsilon = 0.2$ における応力やそこまでの平均変形応力であり、いずれも加工硬化段階の比較的低ひずみ域の応力であることが多い。このことは低ひずみ域の変形応力では固溶体硬化が現れることを示す今回のFig. 3の結果と一致している。Fig. 3で問題としている $\varepsilon = 0.08$ は従来の例え $\varepsilon = 0.2$ と比較して小さい。今回用いた $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ という低速変形下の σ - ε 曲線を例え $10 \sim 150 \text{ s}^{-1}$ という高速変形下のそれと比較すれば、これらの二つのひずみの各ピークひずみに対する比 $\varepsilon / \varepsilon_p$ は大体同じ値であり⁹⁾、いずれも低ひずみ域の加工硬化段階のひずみに対する変形応力を対象としている点でほぼ同じと考えられる。

一方、炭素鋼で固溶体軟化を結論している報告^{8)~10)}を調べると、いずれも加工硬化以後に生じる σ_p または ε_p 以後の高ひずみ域の変形応力を対象としているものが多い。このことは σ_p または定常状態応力に対しては明瞭な固溶体軟化が現れている今回のFig. 3の結果と一致する。

以上の検討結果をまとめると、(1)炭素鋼についてこれまで報告されている固溶体硬化または固溶体軟化という相反する現象はどちらも正しく存在すること、(2)動的再結晶が開始する前の加工硬化段階の変形応力を対象とすれば固溶体硬化が現れること、(3)動的再結晶の影響を大きく受けるピーク応力またはそれ以後の変形応力を対象とすれ

ば、固溶体軟化が現れることが結論される。

3・3 オーステナイト領域における高温変形機構

炭素鋼の γ 域の σ - ϵ 曲線は炭素量によらず動的再結晶に伴う単一ピークまたは多重ピーク後にある一定応力を生じるようになり、それと対応して高ひずみでは変形条件($T, \dot{\epsilon}$)によって決まる安定な粒径 d_s を有する動的再結晶粒組織が生じることはほぼ確定している^{9)10)12)~16)}。著者らは先に6種の普通炭素鋼(約0.5%Mnを含む)について広範囲な温度と $10^{-5} \sim 18\text{s}^{-1}$ に渡るひずみ速度下で γ 域の変形特性を系統的に調査し、ピーク応力については今回のFig. 3と酷似する固溶体軟化現象が出現することを指摘している⁹⁾。また、これらの炭素鋼の変形方程式は、 $\sigma_p < 110\text{MPa}$ の領域では次式で記述できることを明らかにしている。

$$\dot{\epsilon} = A \sigma_p^m \exp(-Q/RT) \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

ここで、A, m, Qは材料定数、Rはガス定数である。変形のための見かけの活性化エネルギーQは炭素量に伴い減少し高炭素側で飽和するが、 σ_p に対して弾性係数の温度依存性による補正を施して得られる値はオーステナイト中のFe原子の自己拡散のための活性化エネルギー Q_{sd} とほぼ一致する(Fig. 4 参照)⁹⁾。

ところで、Meadら¹⁷⁾は炭素鋼の γ 域におけるFe原子の自己拡散速度を系統的に調べている。拡散係数Dは振動数因子 D_0 と Q_{sd} を用いて次式で表される。

$$D = D_0 \cdot \exp(-Q_{sd}/RT) \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

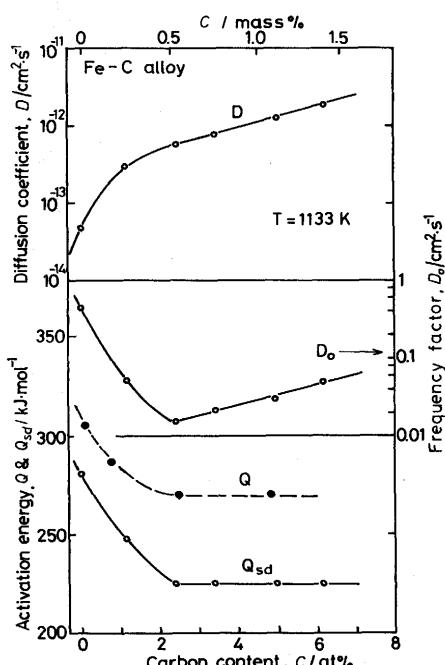


Fig.4. Effect of carbon content on the diffusion coefficient D at 1133K, frequency factor D_0 and activation energy Q_{sd} derived from the data measured by Mead et al¹⁷⁾. This figure shows also the apparent activation energy for hot deformation Q for plain carbon steels⁹⁾.

今回の試験温度1133Kにおける拡散係数DをMeadらの D_0 と Q_{sd} の測定値を式(3)に入れて計算した。Dの炭素量依存性を D_0 と前述のQ、 Q_{sd} のそれらと共にFig. 4に示す。Qと Q_{sd} の炭素量依存性は σ_p のそれとほとんど同じである。これより、高ひずみの変形応力が炭素量の増加と共に減少するのは、炭素添加に伴うDの増加に基因して現れること、さらにこの現象は D_0 ではなく Q_{sd} によって主に支配され生じることが推察される。したがって、高ひずみの変形応力における固溶体軟化の出現は、動的再結晶によって引き起こされる見かけ上の現象と考えられる¹²⁾。動的再結晶はピークひずみ ϵ_p の約 $1/2$ から粒界近傍で開始し、 ϵ_p 附近では全結晶粒内で顕著に起り出すことによってピーク応力が出現することから^{14)~16)}、 ϵ_p は動的再結晶の起り易さの目盛りを与えると考えてよい。したがって、 ϵ_p の炭素添加に伴う減少(Fig. 3 (b))は、高温変形における動的再結晶の働きが炭素量と共に促進されることを強く示唆している。

以上の検討をまとめると、動的再結晶により律速される炭素鋼の γ 域の変形は、炭素添加に伴う空格子の拡散速度の増加によって動的再結晶過程が促進され容易に起きるようになり、それに起因して ϵ_p および σ_p が減少する結果、見かけ上固溶体軟化現象が現れるものと結論される。

次に、低転位密度状態にある低ひずみ域の変形応力について検討することにする。さて、前述の自己拡散のための活性化エネルギー Q_{sd} は空格子の形成エネルギー Q_f とその移動エネルギー Q_m の和として表される。 Q_{sd} の炭素添加に伴う減少が Q_f と Q_m の変化のいずれに大きく起因するかは不明である。Meadら¹⁷⁾は炭素を含む局部領域の結晶格子はかなりひずんでいることから Q_{sd} の減少のかなりの部分は Q_m によると推察している。一方、空格子と炭素原子とは原子価効果や寸法効果によって互いに引き合って存在する可能性があり、その結果空格子は安定に存在して熱平衡濃度以上に過剰に存在する可能性も彼らは指摘している。この過剰空格子が転位線上に集まって多数のジョグを形成すれば、転位のジョグ引きずりに伴い変形応力は炭素添加によって増加することになり、その結果固溶体硬化が現れる可能性が考えられる。

一方、 γ 相中の炭素の拡散速度は α 相中のそれに比べて約2桁程小さく¹⁸⁾、また原子寸法因子の大きな炭素原子を最大で4原子%程含む今回のオーステナイトでは、焼なまし状態の低密度転位の周囲には炭素原子の雰囲気が形成される可能性が考えられる。堀内ら¹⁹⁾は、このような条件下の固溶体合金の高温変形は転位の溶質原子雰囲気の引きずりに基づく粘性抵抗により支配されること、この粘性抵抗は溶質

†2 固溶体硬化(軟化)を材料強度の観点から検討する場合、厳密には溶質原子濃度以外の材料構造因子(結晶粒径や転位密度など)を一定として変形応力の増加(減少)を比較しなければならない。炭素鋼の高ひずみの応力は、動的再結晶に基づく構造因子の変化によってその大部分が支配されると考えられる。

原子と共に増加し固溶体硬化が現れることを実験と理論によって検討している。低ひずみ域の変形応力における固溶体硬化がこの転位の炭素原子雲団気の引きずり運動によるか、または前述の過剰空格子によって生じるジョグの引きずりによるかを判定するには、降伏応力の温度、ひずみ速度依存性に関する系統的試験等の追加実験が必要であろう。

以上の検討をまとめると、低ひずみ域の低転位密度下における変形は、炭素添加に伴って転位の運動に対する粘性抵抗が生じることで支配され、それが炭素量と共に増加するため固溶体硬化が現れる。これに対し、高ひずみで高転位密度下における変形は、転位を消滅させるように働く動的再結晶によって支配され、これが炭素添加に伴って促進され容易に生じるために見かけ上固溶体軟化が現れるものと結論される。

4. 結論

炭素鋼におけるオーステナイトの固溶体硬化または軟化という相反する現象に関して、引張と圧縮の両試験によって調査検討した今回の結果は、次のようにまとめられる。

1) 動的再結晶により生じる典型的な多重ピーク型 σ - ϵ 曲線の形状は、炭素添加に伴って応力振動が顕在化する以外はほとんど同じである。ピーク応力と定常状態応力は炭素添加に伴い減少し、高ひずみ域の変形下では固溶体軟化現象が顕著に現れる。

2) 降伏応力を含む低ひずみ域の加工硬化段階における応力は炭素量に伴い増加し、そこでは固溶体硬化現象が現れる。

すなわち、炭素鋼についてこれまで報告されているオーステナイトの固溶体硬化または軟化現象は、どちらも正しく存在する。

3) 高ひずみ域の高転位密度下における変形は、転位を消滅するように働く動的再結晶によって主に支配される。炭素添加に伴い空格子の拡散速度の増加に基づき、動的再結晶過程が促進され容易に起こる結果、変形応力は減少し、

見かけ上固溶体軟化現象が現れる。

4) 低ひずみ域の低転位密度下における変形は、炭素添加に伴って転位の運動に対する粘性抵抗が生じることで支配される可能性があり、それが炭素量と共に増加して固溶体硬化が現れることが考えられる。

本研究は鉄鋼基礎共同研究会の「変形特性の予測と制御」部会における分担研究の1部をなすものであり、九州大学教授吉永日出男部会長をはじめ各委員による有益な討論と助言を賜りましたことを深く感謝致します。また、本研究で用いた4種類の供試鋼は、日本鋼管(株)で作製され化学分析されたものであり、ここに厚くお礼申し上げます。

文 献

- 1) 鋼の熱間加工の金属学(田村今男編), (1982) [鉄鋼基礎共同研究会]
- 2) 第131・132回西山記念技術講座(日本鉄鋼協会編), (1989)
- 3) Recrystallization'92, ed. by M. Fuentes and J. Gil Sevillano, (1993) [Trans. Tech. Pub.]
- 4) 例えば、大内千秋、大北智良: 日本国金属学会会報, 19 (1979), p.432
- 5) 浜渦修一: 板压延の理論と実際, (1984), p.161 [日本鉄鋼協会]
- 6) 志田 茂: 塑性と加工, 9 (1968), p.127; 10 (1969), p.610
- 7) H. Yada, N. Matsuzu, K. Nakajima, K. Watanabe and H. Tokita: Trans. ISIJ, 23 (1983), p.100
- 8) M. J. Stewart: The Hot Deformation of Austenite, ed. by J. B. Ballance, (1977), p.47 [AIME]
- 9) 酒井 拓、大橋正幸: 鉄と鋼, 67 (1981), p.2000
- 10) P. J. Wray: Metall. Trans., 13A (1982), p.125
- 11) 井上栄治、酒井 拓: 日本国金属学会誌, 55 (1991), p.286
- 12) T. Sakai and J. J. Jonas: Acta Metall., 32 (1984), p.189
- 13) T. Sakai, M. G. Akben and J. J. Jonas: Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite, ed. by A. J. DeArdo et al., (1982), p.237 [AIME]
- 14) T. Maki, K. Akasaka and I. Tamura: Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite, ed. by A. J. DeArdo et al., (1982), p.217 [AIME]
- 15) S. Sakai, T. Sakai and K. Takeishi: Trans. ISIJ, 17 (1977), p.718
- 16) 大橋正幸、遠藤孝雄、酒井 拓: 日本国金属学会誌, 54 (1990), p.435
- 17) H. W. Mead and C. E. Birchenall: Trans. AIME, 206 (1956), p.1336
- 18) C. Wells, W. Batz and R. E. Mehl: Trans. AIME, 188 (1950), p.553
- 19) 堀内 良、吉永日出男: 日本国金属学会誌, 29 (1965), p.351