

Ti, B添加クロムモリブデン鋼の 超塑性に及ぼす炭素含有量の影響

荒牧 正俊*・中井 修*²・小野寺 龍太*・東田 賢二*

Influence of Carbon Content on Superplastic Behaviour in Ti and B Doped Cr-Mo Steels

Masatoshi ARAMAKI, Osamu NAKAI, Ryuuta ONODERA and Kenji HIGASHIDA

Synopsis : Superplasticity has been investigated in various ferrous alloys and steels. However, in these materials, especially in the hypoeutectoid steel bellow A_1 temperature, the relationship between the content of carbon and elongation to failure is not obvious. In the present investigation, the influence of carbon content on superplastic behaviour is studied using carbon steels based on Cr-Mo steel. In order to obtain the fine grain structure, a small amount of Ti and B were added and the content of carbon was controlled to be in the range of 0.24% to 0.83%. The largest value of elongation to failure was 644% which was obtained by the tensile test of the specimen containing 0.58% carbon. The temperature and strain rate at which the maximum value was obtained were 710°C and $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, respectively. Of all the specimens, this specimen had the minimum grain size. Moreover, the area fraction of carbide took the maximum value at the temperature where the largest elongation value was obtained. These results show that the addition of carbon has an effect on grain refinement by formation of ϵ carbide, but excess amounts of carbons ($>0.6\%$) bring about premature failure because of coarse microstructure and larger carbide.

Key words : superplasticity; carbon steel; content of carbon; grain size; carbide; grain growth.

1. 緒言

超塑性は結晶粒微細化技術の進展によって多くの合金において見いだされており、鉄鋼材料への応用もかなり行わ

れている。鉄系の超塑性合金におけるこれまでの報告例を状態図上に整理したものをFig. 1に示す。炭素含有量と超塑性伸びの関係を見ると、図中①②③では炭素含有量増加とともに超塑性伸びは大きくなっている。しかし $(\alpha + \gamma)$ 領域

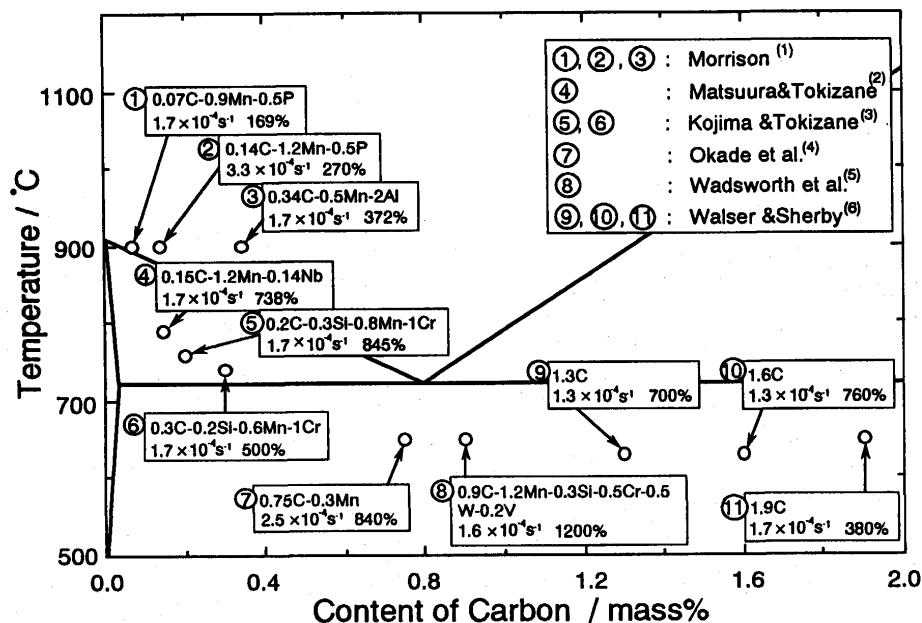


Fig. 1. Superplasticity of ferrous alloy illustrated in Fe-C phase diagram.

平成9年5月7日受付 平成9年8月21日受理 (Received on May 7, 1997; Accepted on Aug. 21, 1997)

* 九州大学工学部 (Faculty of Engineering, Kyushu University, 6-10-1 Hakozaki Higashi-ku Fukuoka 812)

* 2 九州大学大学院生 (現: 住友金属鉱山(株)) (Graduate Student, Kyushu University, now Sumitomo Metal Mining Corp.)

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

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	O	N	Ti	B
C24	0.24	0.28	0.80	0.018	0.002	0.96	0.15	0.0041	0.0027	0.18	0.0046
C37	0.37	0.24	0.73	0.012	0.005	1.02	0.16	0.0027	0.0012	0.16	0.0039
C58	0.58	0.28	0.76	0.017	0.002	0.98	0.15	0.0014	0.0016	0.18	0.0049
C66	0.66	0.29	0.79	0.018	0.002	1.05	0.17	0.0015	0.0005	0.17	0.0045
C83S	0.83	0.28	0.75	0.015	0.004	1.11	0.18	0.0024	0.0002	0.18	0.0056

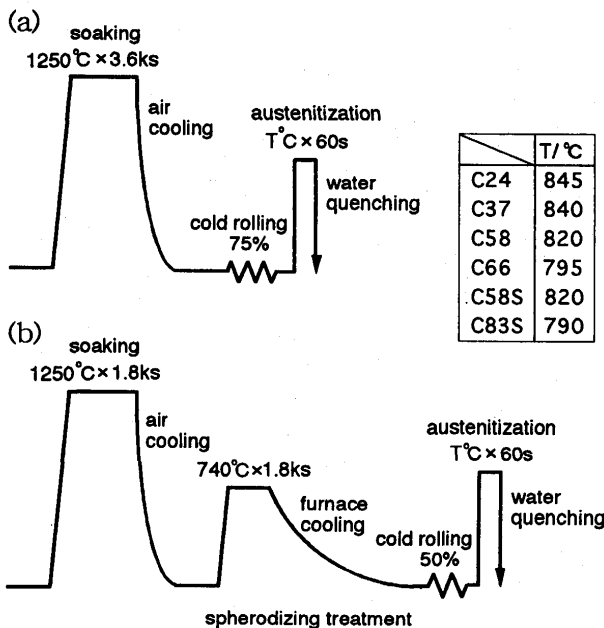


Fig. 2. Schematic diagram of the thermomechanical processing of the steels.
(b) is applied to C58S and C83S.

の研究である④⑤⑥では炭素含有量が増加しても超塑性伸びは増加しておらず、炭素含有量と超塑性伸びとの関係は明かでない。また、 $(\alpha + \text{Fe}_3\text{C})$ 領域での研究はC%が0.8%以上のみで行われていて、亜共析鋼における A_1 点以下の温度域での超塑性の報告はこれまでにない。よって本研究では同一の成分で炭素含有量のみを0.24~0.83mass%と変えた鋼を作製し、超塑性挙動(温度、ひずみ速度依存性)および組織(結晶粒径や炭化物の析出状況)に及ぼす炭素含有量の影響について基礎的な調査を行った。なお著者らは超塑性材料開発として一般構造用鋼であるクロムモリブデン鋼の超塑性向上を試み、チタンとボロンの複合添加が超塑性伸びの向上に有効であることを明らかにしたので、今回も同様のものを用いた。

2. 実験方法

2.1 供試材

真空溶解法によりクロムモリブデン鋼(SCM415, C=0.15 mass%)にチタンとボロンの定量添加および炭素の適宜添加を行った。試料鋼の化学成分をTable 1に示す。炭素含有量は0.24, 0.37, 0.58, 0.66, 0.83mass%であり、それぞれ

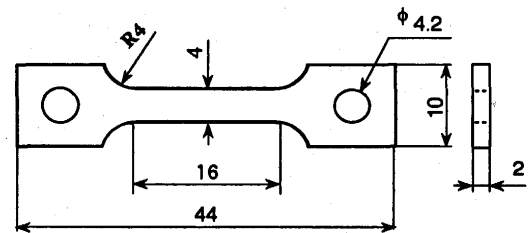


Fig. 3. Size of specimen for tensile test (mm).

C24鋼~C83鋼と呼ぶ。Fig. 2 (a)に示すような加工熱処理を施し、Fig. 3に示すような板状の引張試験片(標点間距離16mm)とした。ここで加工熱処理図中の温度Tは60sでオーステナイト単相となる温度である。この際、炭素含有量が0.58mass%以上の鋼では加工熱処理の熱処理前の圧延段階で割れを生じたため、Fig. 2 (b)に示すような炭化物の球状化処理を導入した加工熱処理を施し、それぞれC58S鋼、C83S鋼とした。球状化処理は740°Cに1.8ks保持後、 $4.1 \times 10^{-3} \text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ で室温まで炉冷とした。なお、いずれの場合も試験片の機械加工は熱処理後は困難となるため、加工熱処理の冷間圧延の後に行った。

2.2 高温引張試験

引張試験はクロスヘッド速度一定とし、 $1 \times 10^{-4} \sim 1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ の初期ひずみ速度および640~800°Cの温度範囲で行い、引張破断伸びを求めた。試験は温度を十分安定させた炉(発熱部長さ1m)に試験片を挿入し、1.2ks保持した後引張を開始した。炉内温度は試験片の中心位置から上下100mmを設定温度から1°C以内に制御した。また、酸化防止のため(Ar+H₂)混合ガス雰囲気中で行った。

2.3 組織観察

破断した試料は直ちに水冷し、そのつかみ部および破断部を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観察した。得られたSEM写真から母相 α の結晶粒径(以下、 α 粒径という)、炭化物径および炭化物面積率を求めた。ここで α 粒径と炭化物径は個々の粒の縦・横方向長さの平均値とした。それぞれのアスペクト比(長径/短径)は α 粒で1.0から1.8、炭化物で1.0から1.6の範囲であった。炭化物面積率の測定には画像解析装置を使用した。

また、720°Cにおいて静的に1.2ks恒温保持した試料について炭化物径の分布(測定数50個)を求めた。

一方、熱膨張試験により各鋼の変態点温度(A_1 点)を測定した。なおこのときの昇温速度は変態にかかる時間を考慮

して $8.3 \times 10^{-2} \text{ } ^\circ\text{C/s}$ とした。

3. 実験結果

3.1 高温引張試験

各鋼の引張破断伸びの温度依存性をFig. 4に示す。図中の破線は変態点温度を測定した結果である。変態点温度はいずれの鋼も $760 \sim 764 \text{ } ^\circ\text{C}$ とほぼ同一であった。

C24鋼では温度 $720 \text{ } ^\circ\text{C}$ 、初期ひずみ速度 $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のとき最大伸び 356% が得られたが、他のひずみ速度では大きな伸びを示さなかった。C37鋼では $700 \text{ } ^\circ\text{C}$ 、 $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のとき最大伸び 469% が得られた。この $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ と $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度では $680 \sim 710 \text{ } ^\circ\text{C}$ の間で目立った伸びのピークを持たず 350% 以上の大きな伸びを示した。C58鋼では $710 \text{ } ^\circ\text{C}$ 、 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のとき最大伸び 644% が得られた。これは今回用いた鋼種の中で最も大きかった。この鋼では伸び値のばらつきは大きい、 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ や $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ といった比較的高速ひずみ速度で 500% 以上の大きな超塑性伸びを示した。C66鋼では $720 \text{ } ^\circ\text{C}$ 、 $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のとき最大伸び 550% が得られたが、この値はC58鋼より小さい。以上のように最大伸びの温度は $700 \sim 720 \text{ } ^\circ\text{C}$ で、C58鋼までは炭素含有量が増加すると最大伸びの絶対値は大きくなり、そのひずみ速度は幾分速くなると言える。

球状化処理を導入したC58S鋼では $680 \text{ } ^\circ\text{C}$ 、 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のとき最大伸び 466% 、C83S鋼では $730 \text{ } ^\circ\text{C}$ 、 $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のとき最大伸び 516% が得られた。C58S鋼、C83S鋼と炭素含有量が増加すると最大伸びは大きくなるものの、その温度は高く、ひずみ速度は遅くなる傾向を示した。炭素含有量の等

しいC58鋼とC58S鋼を比較すると、球状化を導入したC58S鋼の方が最大伸びは小さい。またそのひずみ速度は同じだが、温度は低くなった。

3.2 組織観察

C37鋼を種々の温度で引張破断させた試料のつかみ部と破断部の組織観察結果をFig. 5に示す。ここで白い部分は炭化物である。母相 α 粒はつかみ部と破断部とで比較すると、いずれの温度においても破断部の方が大きく、ひずみ誘起粒成長が見られた。つかみ部の α 粒径は低温の $640 \text{ } ^\circ\text{C}$ では $1.2 \mu\text{m}$ と微細であるが、温度が高くなるほど粗大化していた。炭化物はいずれの温度においても破断部では数の減少と粗大化が認められた。また A_1 点より高い $800 \text{ } ^\circ\text{C}$ では炭化物は母相中に固溶していた。これらのことは他の鋼においても同様であった。

C83S鋼を引張破断させた後の試験片各部の組織観察を行った結果をFig. 6に示す。この引張条件では破断点より 20 mm の場所で最も α 粒が大きくなっている。他の鋼では破断点に近い場所ほど、すなわちひずみを多く受けた所ほど粒径は大きかったが、C83S鋼ではこのように粗大となった所で破断せず、粒径の小さい場所が破断点となる場合があった。また、Fig. 5のつかみ部との比較で分かるように炭化物は他鋼に比べ粗大であった。

各鋼の最大伸びを示した試料のつかみ部と破断部の α 粒径および炭化物径を測定した結果をFig. 7に示す。各鋼とも α 粒径はつかみ部では $1.2 \mu\text{m} \sim 1.5 \mu\text{m}$ と同程度であるが、破断部では $2.0 \mu\text{m} \sim 2.8 \mu\text{m}$ と大きかった。この α 粒粗大化の程度はC24~C58鋼までは炭素含有量とともに小さくなる傾向を示したが、C66鋼では大きくなった。また球状化処理を導入

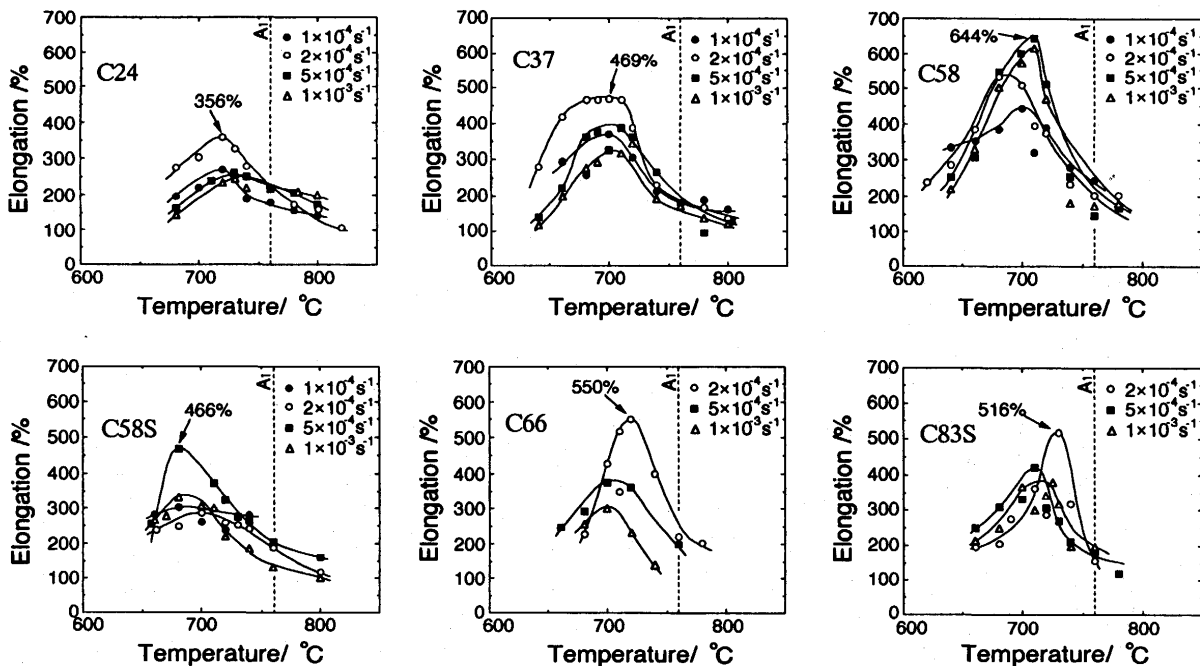


Fig. 4. Relation between tensile test temperature and elongation to failure at various strain rates for each steel. The dashed line shows A_1 temperature.

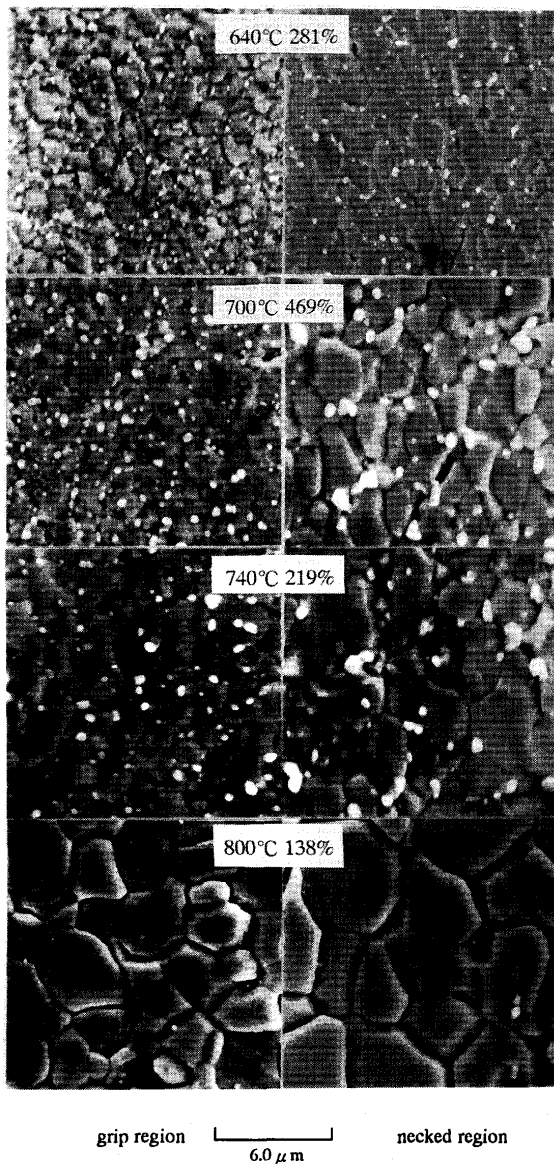


Fig. 5. Microstructures on the longitudinal cross section of C37 after tensile test until failure by scanning electron microscope. Testing temperature and elongation are indicated in the photograph above. Each strain rate $2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$.

入したC58S鋼, C83S鋼のつかみ部の粒径は大きかった。一方, 炭化物径は炭素含有量とともに増加したが, 炭素含有量が0.6mass%以上の鋼において増加の程度が大きかった。例えば, つかみ部においてC58鋼までは $0.3 \mu\text{m}$ 以下であるが, C66鋼で $0.40 \mu\text{m}$, C83S鋼で $0.81 \mu\text{m}$ であった。

次に各鋼の引張破断部の炭化物面積率を測定した結果をFig. 8に示す。図中にはC58鋼を塩浴を用いて7.2ks恒温保持した静的な場合について破線で付加している。いずれの鋼も炭化物面積率は700~720°Cで最大を示し, その絶対値は炭素含有量の多い鋼ほど大きかった。また, C58, C58Sの面積率は静的な場合のC58鋼のそれと炭化物面積率はほぼ一致していた。ここで低温側で炭化物面積率が小さくなったのは, 炭化物分布に小さいものが多いため測定に誤差を

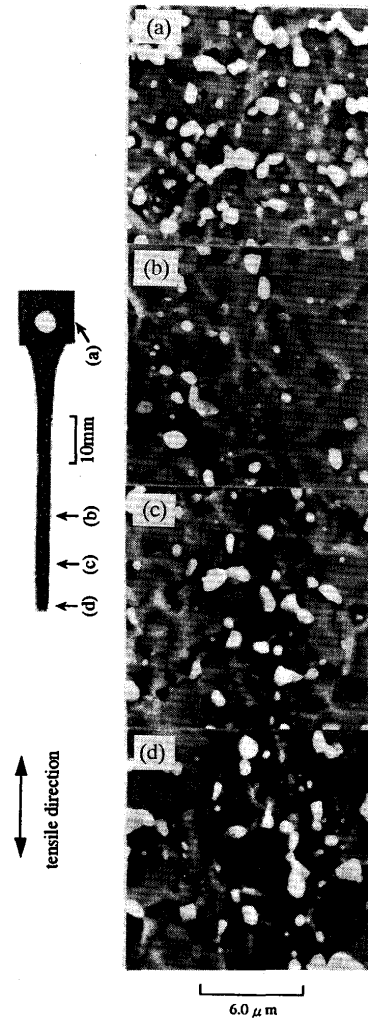


Fig. 6. Microstructures on the longitudinal cross section of C83S after tensile test until failure by scanning electron microscope: (a) grip region; (b)~(d) gage region. The elongation was 516% at which the testing temperature and strain rate were 730°C and $2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, respectively.

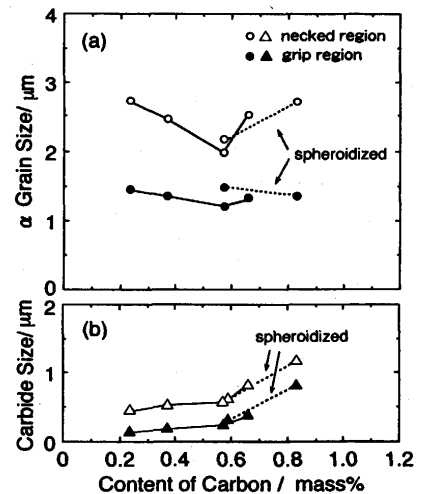


Fig. 7. Effect of content of carbon on (a) α grain size and (b) carbide size of specimens after tensile test.

生じたためであろう(今回の検出限界の炭化物径はおよそ $0.02\mu\text{m}$ である)。

また各鋼を 720°C で 1.2ks 恒温保持した試料の炭化物径分布をFig. 9に示す。組織は高温引張試験開始時と同じである。Fig. 9 (a) (b) (d)で炭素添加の影響が比較でき、Fig. 9 (b) (c)で球状化処理の影響が比較できる。C24鋼では $0.1\sim 0.2\mu\text{m}$ の頻度が最も高く、平均炭化物径は $0.20\mu\text{m}$ である。C58鋼では $0.1\sim 0.4\mu\text{m}$ の範囲に集中しているが、いずれにしてもC24~C58鋼では $0.5\mu\text{m}$ 以上の炭化物は存在しなかった。C66鋼では $0.2\mu\text{m}$ 以下の小さな炭化物数が減少するとともに $0.6\sim 0.8\mu\text{m}$ の炭化物が出現している。C58鋼とC58S鋼を比較して分かるように球状化処理を導入した場合も小さな炭化物の数は相対的に減少する傾向が見られた。さらに、C83S鋼では $0.2\mu\text{m}$ 以下の炭化物数は極めて少なく、 $1\mu\text{m}$ 近い粗大炭化物が出現した。

4. 考察

超塑性の主な変形機構は粒界すべりであり、結晶粒が微細であるほど粒界面も多いため粒界すべりの頻度が増すとされている⁹⁾。したがって、変形中微細組織が保たれる場合に大きい超塑性伸びが発現すると思われる。結晶粒は高温下での変形中、静的にも成長するが、ひずみが付加され

るとその成長が加速されることが知られている⁹⁻¹²⁾。これらの粒成長は時間、温度、ひずみ量に支配されるのは当然として、組織の相構成にも影響されると考えられる。例えば2相鋼の相比(各相の体積割合)や析出物の存在が粒成長に寄与すると報告されている^{13,14)}。

Fig. 4で示した各鋼の最大伸びと炭素含有量との関係は、Fig. 7 (a)で示した α 粒径の大小関係と良い相関を示す。このことは本鋼の超塑性が母相の粒界すべりに起因する事を示唆するものであろう。

本研究で用いた鋼の超塑性は母相 α 粒の粒界すべりによると考えられるが、母相の結晶粒径は炭化物の存在状況に強く影響を受けると言えるだろう。すなわち微細炭化物は変形中の母相の結晶粒成長を抑制する作用(ピン止め効果)があると思われる。また粗大な炭化物あるいは過剰な量の炭化物は粒界すべりを妨害することになろう。このように、本合金系では炭化物の挙動が超塑性にとって重要であると思われるので、炭化物を中心に考察する。

炭化物面積率はFig. 8で示したように、その大きさは炭素含有量が多いものほど大きくなっており、Fig. 7 (a)で示した α 粒径の大小関係とは異なる。すなわち、 α 粒径は炭素含有量 $0.58\text{mass}\%$ で最小を示し、炭素をこれ以上与えても α 粒径は減少しない。また、つかみ部と破断部との α 粒径の差(或いは比)はひずみ誘起粒成長分と見なすことができる^{15,16)}、このひずみ誘起粒成長も炭素含有量が $0.58\text{mass}\%$ の時、最も小さいと言える。そして、炭化物面積率としては、およそ15%が母相の結晶粒成長抑制に最適であることがわかる(Fig. 8)。

炭化物面積率はFig. 8のC58, C58S, C58静的(つかみ部の粒径と同じ)の場合を見て分かるように、ひずみの影響を受けず、炭化物面積率は炭素含有量で決まると言える。一方、炭化物径はFig. 7 (b)で示したように、特に $0.6\text{mass}\%$ 以上の鋼において大きくなった。この原因はFig. 9で示したように $0.6\text{mass}\%$ 以上の鋼ではピン止め効果に有効な微細炭化物が相対的に少なくなるためであると考えられる。C58鋼と球状化処理を施したC58S鋼とを比較すると後者の方が最大伸びは小さく、引張破断後の粒径も大きくなった(Fig. 7 (a))のも球状化処理により微小な炭化物量が減少したためであると言える。しかしながら、 $0.6\text{mass}\%$ を境に炭化物径

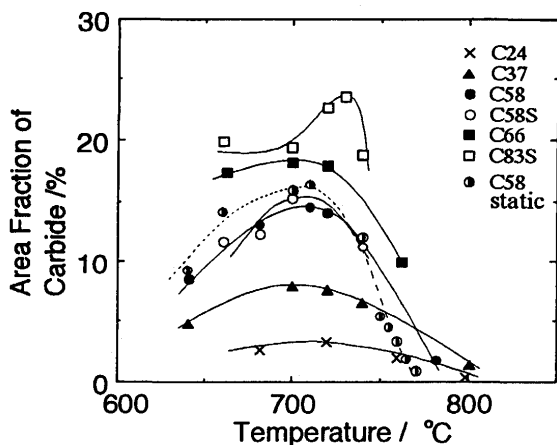


Fig. 8. Dependence of area fraction of carbide at necked region on tensile test temperature.

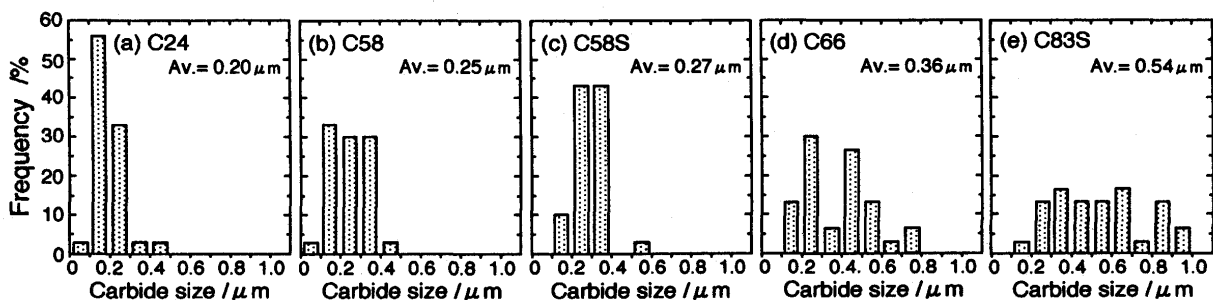


Fig. 9. Distributions of carbide size in specimens annealed at 720°C for 1.2ks .

の粗大化の程度が増すことの原因は分からない。

さらにC83SにおいてはFig. 6で示したように、母相の粗大化が生じていないところで破断する場合があった。またFig. 4で示した引張破断伸びの結果において、ばらつきも他鋼に比べ大きいようである。これはピン止め効果をもたらしている炭化物が変形中に粗大化したため動的再結晶が起こり急な結晶粒の粗大化を起こしたのであろう。変形途中で組織が大きく変化するのはAl-LiにZrを添加した合金において報告例がある¹⁷⁾。そして、このことが破断伸びにおけるばらつきの原因となると思われるが、詳細は不明である。

以上のように、炭化物の球状化を行うことや過度の炭素の添加は結晶粒成長抑制効果を消失させるだけでなく、粗大炭化物の形成により粒界すべり機構の妨害となり早期破断をもたらすと考えられる。

5. 結言

結晶粒微細化元素としてTiとBを複合添加した鋼において炭素含有量を0.24~0.83mass%に変えた場合の超塑性挙動を調査するため、引張試験および組織観察を行い以下の結論を得た。

(1) 最大伸びはいずれの鋼も(α +炭化物)の温度域で得られ、炭素含有量を0.58mass%とした鋼において最大の伸び644%($T=710^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon}=5 \times 10^{-4}\text{s}^{-1}$)を示した。

(2) 最大伸びの温度付近で炭化物面積率は最大を示した

ことから、炭化物は変形中の母相 α 粒の結晶粒成長に対しピン止め効果を示し、伸びの向上に有利に作用すると考えられる。

(3) 炭素含有量が0.58mass%以上の鋼では加工熱処理において炭化物の球状化を施した。しかし、これ以上炭素を添加しても超塑性伸びは増加せず、そのひずみ速度も遅くなった。現段階では超塑性伸びに最適な炭素含有量は約0.6mass%と言える。

文 献

- 1) W.B.Morrison: Trans. Am.Soc.Met., **61** (1968), 423.
- 2) 松村直己, 時実正治: 鉄と鋼, **71** (1985), 228.
- 3) 児島澄人, 時実正治: 塑性と加工, **27** (1986), 409.
- 4) 岡出元宏, 時実正浩, O.D.Sherby: 鉄と鋼, **67** (1981), 140.
- 5) J.Wadsworth, J.H.Lin and O.D.Sherby: Met. Technol., **8** (1980), 190.
- 6) B.Walser and O.D.Sherby: Metall. Trans.A, **10A** (1979), 1461.
- 7) 津島健次, 荒牧正俊, 小野寺龍太: 塑性と加工, **31** (1990), 652.
- 8) 前原泰裕: 鉄と鋼, **75** (1989), 11.
- 9) B.M.Watt and M.J.Stowell: J. Master. Sci., **6** (1971), 228.
- 10) A.K.Ghosh and C.H.Hamilton: Metall. Trans.A, **10A** (1979), 699.
- 11) O.N.Senkov and M.M.Myshlyaev: Acta. Metall., **34** (1986), 97.
- 12) 佐藤英一, 板谷一弘, 栗林一彦, 堀内 良: 軽金属, **39** (1989), 437.
- 13) G.R.Yoder and V.Weiss: Metall. Trans., **3** (1972), 675.
- 14) H.W.Shadler: Trans. AIME., **342** (1968), 1281.
- 15) M.A.Clark and T.H.Alden: Acta Metall., **21** (1973), 1195.
- 16) 佐藤英一, 栗林一彦, 堀内 良: 日本金属学会誌, **52** (1988), 1043.
- 17) 東 健司: 材料, **38** (1989), 373.