

上・下降伏を示さない超微細粒フェライト鋼

松岡 三郎*・古谷 佳之*・花村 年裕*・鳥塚 史郎*

Fine-grained Ferritic Steels without Upper/Lower Yielding

Saburo MATSUOKA, Yoshiyuki FURUYA, Toshihiro HANAMURA and Shiro TORIZUKA

Synopsis : Fine-grained ferritic steels without upper and lower yielding were created under caliber rolling in the range of C=0.05~0.44 mass% and N=0.001 mass%. The grain size of steels created was about 1 μm . Upper and lower yielding disappeared by adding the amount of Ti given by $\text{Ti} > 4\text{C} + 3.43\text{N}$, because C and N are fixed as TiC and TiN. Here, Ti, C and N are mass%. On the other hand, upper and lower yielding existed, when $\text{Ti} < 4\text{C} + 3.43\text{N}$. The difference in strength between fine-grained steels with and without yielding *i.e.* the solid solution strength due to C was estimated to be 100 MPa with the yield stress and 70 MPa with the tensile strength. TiC particles smaller than 10 nm precipitated, adjusting the thermo-mechanical process of creating fine-grained steels. The precipitate dispersion strength due to TiC was estimated to be 300 MPa at C=0.05 mass% and Ti=0.2 mass%. This strength is equivalent to 1500 MPa per 1 mass% Ti. As the results, the maximum tensile strength reached about 900 MPa at C=0.075 mass% and Ti=0.3 mass% in 2- μm fine-grained steels. Fine-grained steels with and without yielding also showed high toughness and high fatigue strength.

Key words : fine-grained ferritic steels; upper/lower yielding; tensile strength; Charpy impact energy; fatigue strength.

1. 緒言

物質・材料研究機構が進められている超鉄鋼プロジェクトにおいては、フェライト粒径が1 μm 以下の超微細粒鋼の創製技術を確立し、主にFe-C-Mn-Si系の単純組成の鋼について実用化を進めている¹⁻³⁾。超微細粒鋼は高強度化のために高価な微量元素を使用しなくてもよく、かつ現行の溶接技術がそのまま使用できる利点を持つ。しかし、フェライト細粒化により高強度化を図ると、上降伏応力/引張強度の比あるいは下降伏応力/引張強度の比すなわちYRが高くなる。建築設計においては、地震で中・高層建築物が倒壊することを防ぐため、地震エネルギーを柱と梁の塑性変形で吸収する方式を採用している。そのため、柱や梁に使われる建築鋼材のYRは低く抑えられている。最近の建築設計では、地震エネルギーはダンパー機能を持つブレースで吸収し、柱と梁には高強度材を使用し、それらは塑性変形させず、建物の強度を持たせる開発が行われている。一部ではすでにダンパー機能付きブレースが実用されている。この場合、柱と梁に使用される建築鋼材では、YRを高くし、弾性範囲を広げるほうが有利となる。そこで、超微細粒フェライト鋼において、上・下降伏を消滅させたり、残留させたりできるようになると、その利用範囲が広がる。

極低炭素IF (Interstitial Free) 鋼は低強度を実現している^{4,5)}。その方法として、①C量を0.01 mass%以下に押さえ、②TiとNbを単独あるいは複合添加し、CとNをTiCやTiN

等で固定し、上・下降伏現象を消すことを採用している。Ti添加の場合、上・下降伏を消す条件として、次式が与えられている。

$$\text{Ti} > 4\text{C} + 3.43\text{N} \dots\dots\dots (1)$$

ここで、Ti, C, Nの単位はmass%である。

本研究では、高強度を示す超微細粒フェライト鋼においても、Tiを添加することにより、上・下降伏が消滅したり、残留したりすることを調べることを第一目的としている。さらに、C量を増やし、フェライト細粒化の加工熱処理法を工夫することにより、TiCを数多く微細に析出させ、いっそうの高強度化が図れることの可能性を探る。また、引張試験の他に、シャルピー衝撃試験と疲労試験を行い、構造材料として必要な強度、韌性、疲労の3大特性を調べる。

2. 実験方法

2.1 供試材の創製

超微細粒フェライト鋼¹⁻³⁾は3回に分けて創製した。Table 1に供試材の化学成分、Table 2に加工熱処理条件を示す。

Case 1では、極低炭素IF鋼に比べ、C量を0.05 mass%と高くした。A材では、Tiは添加していないが、a材では、CとNを固定するため、(1)式に従い、0.21 mass%のTiを添加した。加工熱処理条件については、前処理として、溶解

Table 1. Chemical composition (mass%).

(a) Case 1						
Material	C	Si	Mn	Ti	O	N
A	0.050	0.31	1.50	—	0.03	0.001
a	0.050	0.31	1.47	0.21	0.02	0.001

(b) Case 2						
Material	C	Si	Mn	Ti	O	N
B	0.050	0.31	1.50	0.13	0.03	0.001
b	0.050	0.31	1.47	0.24	0.02	0.001
D	0.15	0.32	1.51	0.41	0.04	0.001
d	0.15	0.31	1.49	0.77	0.02	0.001
E	0.44	0.30	1.47	1.37	0.02	0.001
e	0.43	0.30	1.46	2.51	0.02	0.001

(c) Case 3						
Material	C	Si	Mn	Ti	O	N
F	0.046	0.30	1.46	0.19	0.03	0.001
f	0.046	0.31	1.51	0.23	0.02	0.001
G	0.075	0.29	1.49	0.30	0.02	0.001
g	0.075	0.29	1.49	0.31	0.02	0.001

Table 2. Thermo-mechanical process conditions.

(a) Case 1		
	Forging	Caliber rolling
I	①1100°Cx1hr → Forge → Air cool → RT	900°Cx1hr → Air cool → 550°Cx93% area reduction, Caliber roll → Water cool

(b) Case 2		
	Forging	Caliber rolling
II	①1100°Cx1hr → Forge → Air cool → RT ②1200°Cx1hr → Air cool → RT	650°Cx91% area reduction, Caliber roll → Water cool

(c) Case 3		
	Forging	Caliber rolling
III	①1200°Cx1hr → Forge → Air cool → RT	900°Cx1hr → Air cool → 650°Cx91% area reduction, Caliber roll → Water cool
IV		650°Cx91% area reduction, Caliber roll → Water cool
V		1200°Cx1hr → Air cool → 650°Cx91% area reduction, Caliber roll → Water cool

した原材料を1100°Cで1時間保持後に鍛造を加え、室温まで空冷した。次に、900°Cで1時間保持後に空冷し、550°Cになった時点で減面率93%の溝ロール加工し、水冷し、14 mm角の超微細粒鋼棒を作成した。鋼棒寸法の14 mm角はCase 2と3においても同じである。

Case 2では、C量は0.05, 0.15, 0.44 mass%とした。Tiはすべての供試材に添加したが、B, D, E材では、(1)式を満足させず、上・下降伏現象を示すようにした。b, d, e材では、(1)式を満足させ、上・下降伏現象を示さないようにした。加工熱処理条件については、前処理に1200°Cで1時間保持後に室温まで空冷する工程を追加した。溝ロール圧延では、900°Cで1時間保持する過程を取り除き、650°Cになった時点で減面率91%の溝ロール圧延を行った。

Case 3では、C量は0.046と0.075 mass%とした。Tiはすべての供試材に添加し、FとG材では(1)式を満足させず、fとg材では満足させた。加工熱処理条件については、前処理として、Case 1と同様に、1200°Cで1時間保持後に鍛造し、室温まで空冷した。溝ロール圧延条件は3種類を採用した。III条件はCase 1のI条件とほぼ同じであり、IV条件はCase 2のII条件と同じにした。V条件は新規で、1200°Cで1時間保持後に空冷し、650°Cになった時点で減面率91%の溝ロール圧延を行った。

2.2 材料試験

引張試験は、JIS Z 2201の14A号試験（試験部直径3.5 mm、平行部長さ24.5 mm）を用い、クロスヘッド速度2 mm/minで行った。シャルピー衝撃試験は、JIS Z 2202の4号試験片（10 mm角、V切欠き深さ2 mm）を用い、試験温度が-194°Cの液体窒素温度から100°Cの間で行った。

回転曲げ疲労試験は、砂時計型試験片（試験部最小直径4 mm、曲率半径45 mm）を用い、120 Hzで行った。引張試験とシャルピー衝撃試験はすべての供試材を対象としたが、回転曲げ疲労試験はA材とa材のみを対象とした。

2.3 組織観察

組織観察は走査型電子顕微鏡SEMと透過型電子顕微鏡TEMを用いて行った。SEM観察はすべての供試材を対象とし、電解研磨面で行った。電解研磨は、8%過塩素酸、10%ブトキシエタノール、70%エタノール、12%蒸留水から成る溶液中において、40 V×10 s条件で行った。TEM観察はf材にIII条件、g材にV条件の溝ロール圧延を施して作成した材料（f-III材とg-V材）から薄膜と抽出レプリカを作成して行った。抽出レプリカではTiC粒径を調べることに加え、TiC同定をSAD（制限視野電子線回折：Selected Area Diffraction）とEBSD（エネルギー分散型特性X線分析：Electron Beam Spectroscopic Dispersion）によって行った。

3. 実験結果と考察

3.1 引張試験

実験結果を示す際に、Table 1の化学成分とTable 2の加工熱処理条件を組み合わせ、材料名（または試験片名）を例えばCase 1ではA-I材、a-I材、Case 3ではF-III材、F-VI材、F-V材、f-III材、f-VI材、f-V材等と表す（Table 3参照）。大文字AやFを含むグループは(1)式を満足しないTi不足グループであり、小文字aやfを含むグループは(1)式を満足するTi充分グループである。

Table 3. Tensile test results. UYS: Upper Yield Stress, LYS: Lower Yield Stress, 0.2YS: 0.2% Proof stress, TS: Tensile Strength, U.EL: Uniform Elongation, T.EL: Total Elongation.

(a) Case 1											
Specimen	Materials	process	UYS (MPa)	LYS (MPa)	0.2YS (MPa)	TS (MPa)	U.EL (%)	T.EL (%)	YR		
									UYS/TS	LYS/TS	0.2YS/TS
A-I	A	I	900	833	—	844	3.0	14.7	1.07	0.99	—
a-I	a		—	—	630	718	4.2	15.5	—	—	0.877

(b) Case 2											
Specimen	Materials	process	UYS (MPa)	LYS (MPa)	0.2YS (MPa)	TS (MPa)	U.EL (%)	T.EL (%)	YR		
									UYS/TS	LYS/TS	0.2YS/TS
B-II	B	II	684	684	—	736	10.3	22.3	0.93	0.93	—
b-II	b		—	—	591	668	7.9	21.6	—	—	0.88
D-II	D		752	715	—	751	9.0	21.2	1.00	0.95	—
d-II	d		—	—	488	567	8.1	23.5	—	—	0.86
E-II	E		727	674	—	717	8.9	19.6	1.01	0.94	—
e-II	e		—	—	576	655	7.3	19.3	—	—	0.88

(c) Case 3											
Specimen	Materials	process	UYS (MPa)	LYS (MPa)	0.2YS (MPa)	TS (MPa)	U.EL (%)	T.EL (%)	YR		
									UYS/TS	LYS/TS	0.2YS/TS
F-III	F	III	558	556	—	612	7.6	21.0	0.91	0.91	—
F-IV		IV	—	647	—	725	6.0	17.4	—	0.89	—
F-V		V	—	821	—	893	5.7	15.0	—	0.92	—
f-III	f	III	—	—	445	524	8.1	21.9	—	—	0.85
f-IV		IV	—	—	577	655	7.0	19.6	—	—	0.88
f-V		V	—	—	655	752	5.3	6.1	—	—	0.87
G-III	G	III	686	607	—	642	7.2	18.9	1.07	0.95	—
G-IV		IV	—	706	—	761	6.5	17.5	—	0.93	—
G-V		V	—	827	—	899	6.1	15.4	—	0.92	—
g-III	g	III	—	—	570	623	6.8	19.2	—	—	0.91
g-IV		IV	—	—	678	759	5.5	9.4	—	—	0.89
g-V		V	—	—	760	861	9.1	17.9	—	—	0.88

Fig. 1にCase 1で製造されたA-I材とa-I材の応力-ひずみ曲線を示す。Tiを添加していないA-I材は上・下降伏現象を示し、引張強度が800MPaを超える高強度となった。一方、Tiを充分添加したa-I材では、上・下降伏現象が消滅し、応力-ひずみ曲線はA-I材に比べて全体的に低強度側となった。

Table 3にはすべての材料の引張特性を示す。A-I材のように、上・下降伏を示す場合には、上降伏応力UYS、下降伏応力LYS、引張強度UTS、一様伸びU.ELと全伸びT.ELに加え、YRとしてUYS/TSとLYS/TSを示す。a-I材のように、上・下降伏を示さない場合には、降伏応力として0.2%耐力0.2YS、YRとして0.2YS/TSを示す。

すべてのCaseにおいて、F-IV、F-V、G-IV、G-V材を除くTi不足グループは上・下降伏を示し、YRは0.9以上となった。F-IV、F-V、G-IV、G-V材は明確な上・下降伏は示さなかったが、YRは0.9以上となった。一方、Ti充分グループはすべて上・下降伏を示さず、YRは0.9以下と小さくなった。降伏応力YSと引張強度TSをTi不足グループとTi充分グループで比較すると、Ti充分グループのほうが小さくなった。

Case 2においては、C量を0.05、0.15、0.44mass%と増やしても、強度は上昇せず、Ti充分グループすなわち上・下降伏を示さないグループでは、強度はむしろ低下する傾向を示した。

Case 3において、溝ロール加工条件がIII、VI、Vになるに従い、強度は上昇した。降伏応力YSと引張強度TSの最高値としては、Ti不足グループにおいてG-V材で827と899MPa、Ti充分グループにおいてg-V材で760と861MPaが得られた。

3.2 微視組織

Fig. 2にA-I材とa-I材の微視組織をSEMで観察した結果を示す。両材料ともにフェライトは微細粒化されている。Ti無添加のA-I材では白い点は Fe_3C 炭化物である。 Fe_3C 粒子の分布は溝ロール加工前のパーライト組織の影響を受け、片寄りが見られる。一方、Ti充分グループに属するa-I材では微細なTiC粒子が均一に分散している。

Fig. 3にF-III材とf-III材のSEM像を示す。両者ともに、同じC量のもとで同程度のTi量が添加されているので、微細なTiC粒子が分散し、フェライトは微細化している。しかし、F-III材では炭素は固溶、f-III材では無固溶である違

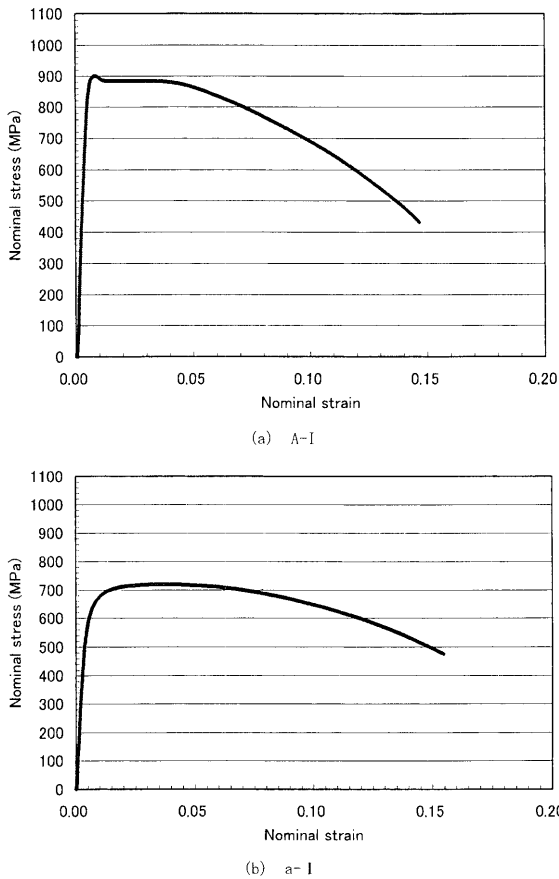


Fig. 1. Stress-strain curves for fine-grained-steels A-I and a-I.

いがある。

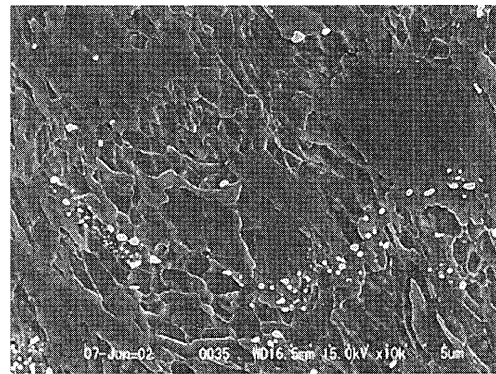
Fig. 4にf-III材とg-V材の薄膜をTEMで観察した結果を示す。抽出レプリカのTEM観察によると、Case 3において最も強度が低かったf-III材ではTiCの粒径は10~150nm、最も強度が高かったg-V材では10nm以下であった。TiCであることはSADとEBSDで確認した。また、f-III材と化学成分、溝ロール圧延条件がほぼ同じであるa-I材並びにF-III材とf-III材のSEM像をFig. 2(b), 3(a)と3(b)に示したが、TiC粒子(白点)の直径が約50nmであることを示している。この観点から見ると、Fig. 4(a)に示したf-III材のTEM像において、直径50nm程度のTiC粒子(黒点)を判別することができる。これらのTiC粒子の分散距離を求め、それぞれの図の見出しに示した。一方、Fig. 4(b)のg-V材のTEM像においては、10nm以下のTiC粒子は判別できない。

3.3 強度と組織パラメータ

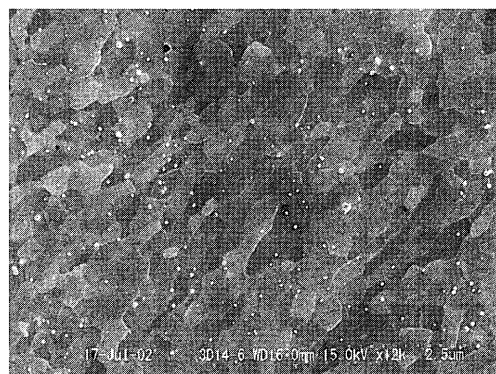
3.3.1 フェライト粒径

Pickeringの教科書⁶⁾によると、低炭素フェライト・パーライト鋼の降伏応力YSと引張強度TSは組織パラメータを用いて次の実験式で表され、材料開発の基礎として使われている^{7,8)}。

$$YS = 15.4[3.5 + 2.1(\text{Mn}) + 5.4(\text{Si}) + 23(\text{N}) + 1.13d^{-1/2}] \dots (2)$$



(a) A-I



(b) a-I

Fig. 2. SEM images of microstructures for fine-grained steels A-I and a-I. TiC precipitates spacing is 0.58 μm for a-I steel.

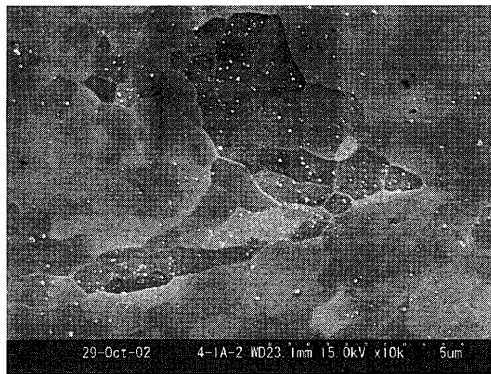
$$TS = 15.4[19.1 + 1.8(\text{Mn}) + 5.4(\text{Si}) + 0.5d^{-1/2}] \dots (3)$$

ここで、()内はそれぞれの元素のmass%, Nは固溶窒素量、dはフェライト粒径(mm)である。(3)式にはパーライト強化の $15.4 \times 0.25 \times f_{\beta}$ の項が含まれているが、超微細粒フェライト鋼では、パーライトが存在しないので、その項は省略した。ここで、 f_{β} はパーライトの体積率(%)である。しかし、創製した超微細粒鋼には、炭化物が分散しているので、その析出分散強化を考慮する必要がある。析出分散強化による応力増加量DS(MPa)は次式で評価できる。

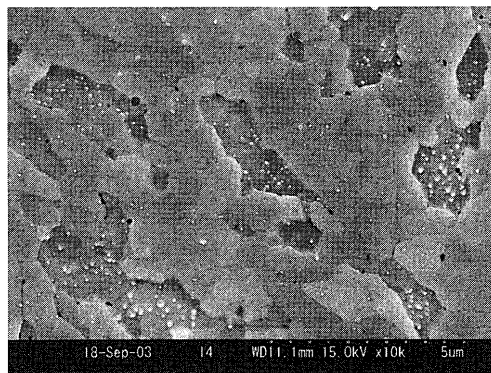
$$DS = 2G|b|/\lambda \dots (4)$$

ここで、G(=80GPa)はせん断弾性係数、|b|(=0.25nm)はバーガースベクトルの絶対値、λは析出粒子分散距離(m)である。

(2)と(3)式は固溶炭素が存在する場合であることから、(2)から(4)式で予測できるYSとTSはTable 3で大文字のアルファベットから始まる試験片の結果と比較できる。最初にA-IとF-III材を対象にする。両材料において、 $d = 1 \mu\text{m}$ と仮定すると、化学成分がほぼ同じであるので、



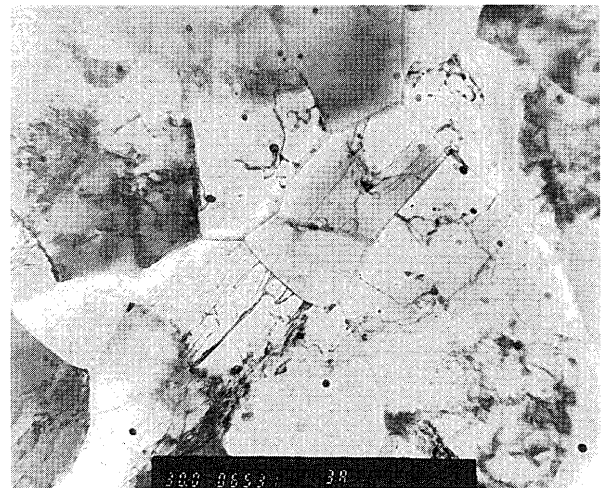
(a) F-III



(b) f-III

Fig. 3. SEM images of microstructures for fine-grained steels F-III and f-III. TiC precipitates spacing is 0.45 and 0.43 μm for F-III and f-III steels.

降伏応力に対し、(2)式から A-I材で $YS=679\text{ MPa}$ 、F-III材で $YS=677\text{ MPa}$ が得られる。Ti添加の F-III材では、TiC粒子が $\lambda=0.5\ \mu\text{m}$ 程度で分散しているため (Fig. 3(a) と 4(a) に加え、Fig. 2(b) と 3(b) の見出しを参照)、(4)式から $DS=80\text{ MPa}$ が得られる。Ti無添加の A-I材では、大きな Fe_3C 粒子が不均一に分散しているため (Fig. 2(a))、分散強化は無視できると見なせる。これらの点を考慮すると、A-I材で $YS=679\text{ MPa}$ 、F-III材で $YS=757\text{ MPa}$ が予測値となる。Table 3の実験結果 (A-I材で $LYS=833\text{ MPa}$ 、F-III材で $LYS=556\text{ MPa}$) と比較すると、予測値は A-Iで低く、F-III材で高い。これは粒径 $d=1\ \mu\text{m}$ としたことが原因である。超微細粒鋼では、フェライトの大角粒界と小角粒界の区別等の問題があり、粒径測定は難しい。そこで、実験値と予測値が一致するように粒径 d を求めると、A-I材で $d=0.61\ \mu\text{m}$ 、F-III材で $d=2.48\ \mu\text{m}$ となる。同様な検討は(3)式を用いて引張強度 TS に対しても行うことができ、結果として A-I材で $d=0.26\ \mu\text{m}$ 、F-III材で $d=1.99\ \mu\text{m}$ が得られる。したがって、フェライト粒径は A-I材で $0.26\ \mu\text{m}\sim 0.61\ \mu\text{m}$ 、F-III材で $1.99\ \mu\text{m}\sim 2.48\ \mu\text{m}$ と見積もられる。この見積りを参考にし、Fig. 2(a) と 3(a) を見ると、フェライト粒



(a) f-III



(b) g-V

Fig. 4. TEM images of microstructures for fine-grained steels f-III and g-V. TiC precipitates spacing is 0.60 μm for f-III steel.

径が A-I材で約 $0.5\ \mu\text{m}$ 、F-III材で約 $2\ \mu\text{m}$ であると確認できる。

本研究のような大ひずみ加工のもとでのフェライト粒径は、加工量に関係なく、加工温度が低く、ひずみ速度が速いほど、小さくなることが報告されている³⁾。Table 2の溝ロール圧延条件を見ると、F-III材より A-I材のほうが低温で加工されている。Fig. 2に示すように、A-I材と同じ溝ロール圧延温度で製造されている a-I材でもフェライト粒径は約 $0.5\ \mu\text{m}$ に見える。Fig. 3と 4には F-III材並びにそれと同じ溝ロール圧延温度 650°C を有する f-III材と g-V材の組織が示すが、フェライト粒径は約 $2\ \mu\text{m}$ に見える。これらの材料においては、溝ロール圧延温度の相違の他に、炭化物分布の相違と固溶炭素の有無もパラメータとして含まれているが、炭化物分布と固溶炭素はフェライト粒径に大

きな影響を及ぼしていない。したがって、本研究で製造した超微細粒鋼のフェライト粒径は溝ロール圧延時の加工温度でほぼ決まっていると結論できる。

3.3.2 TiC粒子分散

Case 3においては、フェライト粒径は約 $2\mu\text{m}$ であるが、Table 3に示すように、溝ロール圧延条件がIII, IV, Vになるに従い、YSとTSは上昇している。この結果にFig. 3のSEM像とFig. 4のTEM像を加えると、Case 3の溝ロール圧延中のTiC析出状態は次のように考えられる。V条件では、 1200°C で1時間保持中に固溶したCとTiが 650°C の溝ロール圧延中に 10nm 以下の微細TiCとして析出し(Fig. 4(b))、その析出分散強化で最高強度が得られたと考えられる。一方、III条件では、 900°C で1時間保持中に固溶したCとTiの大部分は、その温度において直径 50nm 程度の大きなTiCとして析出し(Fig. 3と4(a))、 650°C の溝ロール圧延中には微細なTiCはほとんど析出しなかったと考えられる。VI条件では、 650°C の溝ロール圧延中に微細なTiCは析出したが、 1200°C で1時間保持する工程が無いので、その析出量はV条件ほど多くなかったと考えられる。

加工条件IIIと加工条件Vのもとで、それぞれ 50nm と 10nm のTiCがすべて析出したと仮定すると、粒径 ϕ と分散距離 λ の間には $\lambda_1/\phi_1 = \lambda_2/\phi_2$ の関係がある。さらに、TiCの面積率あるいは体積率がC量に比例すると仮定すると、 $\lambda_1\sqrt{C_1} = \lambda_2\sqrt{C_2}$ の関係がある。F-III材とf-III材では $C=0.046\text{mass}\%$ 、 $\phi=50\text{nm}$ 、 $\lambda_{F-III} = \lambda_{f-III} = 0.5\mu\text{m}$ であることを出発にし、F-V材とf-V材では $C=0.046\text{mass}\%$ 、 $\phi=10\text{nm}$ 、G-IIIとg-III材では $C=0.075\text{mass}\%$ 、 $\phi=50\text{nm}$ 、G-V材とg-V材では $C=0.075\text{mass}\%$ 、 $\phi=10\text{nm}$ であるとすると、 $\lambda_{F-V} = \lambda_{f-V} = 0.1\mu\text{m}$ 、 $\lambda_{G-III} = \lambda_{g-III} = 0.39\mu\text{m}$ 、 $\lambda_{G-V} = \lambda_{g-V} = 0.078\mu\text{m}$ となる。これらの分散距離を(4)式に導入し、それぞれの析出分散強度を求めると、加工条件III, IV, Vの間の強度差の予測値がTable 4と5のようになる。これらのTableには、それぞれの材料間の強度差の実験値として、降伏応力差 ΔYS と引張強度差 ΔTS も示してある。

Table 4に示すように、実験値である ΔYS と ΔTS は共に炭素量と固溶炭素の有無に関係せず、加工条件IIIとIVの間で 100MPa 前後、加工条件IIIとVの間で 200MPa 前後であり、材料に関係なく、それぞれでほぼ一定となっている。この結果から、まず加工条件IVでは溝ロール圧延中に 10nm 以下のTiCは一部しか析出していないことがわかり、上述のTiC析出状態の予測を裏付けている。次に、加工条件IIIとVの間の実験値と予測値を比べると、 $C=0.046\text{mass}\%$ のF材とf材では実験値は予測値に近いが、 $C=0.075\text{mass}\%$ のG材とg材では実験値が下回っている。したがって、加工条件Vにおける 10nm 以下のTiC析出に関しては、F材とf材では化学成分から期待される量のすべてが析出し、G材とg材では一部が析出しなかったと考えられる。Table 5には同じ加工条件のもとでG材とF材、g材

Table 4. Difference in strength among thermo-mechanical conditions III, IV and V in Case 3.

Specimen	C (mass%)	Prediction (MPa)	Experiment (MPa)	
			ΔYS	ΔTS
(F-IV)-(F-III)	0.46	—	91	113
(f-IV)-(f-III)		—	132	131
(F-V)-(F-III)		320	265	281
(f-V)-(f-III)		320	210	228
(G-IV)-(G-III)	0.75	—	99	119
(g-IV)-(g-III)		—	108	136
(G-V)-(G-III)		410	220	257
(g-V)-(g-III)		410	190	238

Table 5. Difference in strength between steels F and G or f and g at the same thermo-mechanical conditions in Case 3.

Specimen	prediction (MPa)	Experiment (MPa)	
		ΔYS	ΔTS
(G-III)-(F-III)	22	51	33
(G-IV)-(F-IV)	—	59	36
(G-V)-(F-V)	112	6	6
(g-III)-(f-III)	22	125	99
(g-IV)-(f-IV)	—	101	104
(g-V)-(f-V)	112	105	109

とf材の強度差を示している。 ΔYS と ΔTS の実験値はばらつき、予測値とも一致しない点があるが、すべての場合で正となり、F材よりG材、f材よりg材のほうが強度は大きい。このことは、 $C=0.046\text{mass}\%$ では 10nm 以下のTiCがすべて析出し、 $C=0.0075\text{mass}\%$ でも多くの割合で析出していることを示唆している。ここで、 10nm 以下のTiCがすべて析出している $C=0.05\text{mass}\%$ 、 $\text{Ti}=0.2\text{mass}\%$ において、 10nm 以下のTiC粒子による析出分散強化を求めると、Table 4の実験値に 50nm のTiC粒子の予測値 80MPa を加えた値は約 300MPa となる。これはTiが $1\text{mass}\%$ あたり 1500MPa に相当する。比較のため、(4)式による $\phi=10\text{nm}$ 、 $\lambda=0.1\mu\text{m}$ のTiCの予測値を示すと、それは 400MPa である。

Case 2では、加工条件IIのもとでC量を 0.05 、 0.15 、 $0.44\text{mass}\%$ と変えて超微細粒鋼を製造している。この条件はCase IIIの加工条件IVに等しいので、 $C=0.05\text{mass}\%$ においても溝ロール圧延中に 10nm 以下のTiCは一部しか析出しない。その結果、Table 3に示すように、C量はYSとTSにほとんど影響を及ぼさなかったと考えられる。

以上の検討から、加工熱処理条件を変え、TiC粒子の析出分散強化を高めることにより、超微細粒鋼の高強度化を図れると結論できる。

3.3.3 固溶炭素

Table 6には、化学成分と加工熱処理条件が同じもとで製造された、上・下降伏を示す材料と示さない材料の強度差 ΔYS と ΔTS を示す。文献(4)によると、 $\text{TS}=320\text{MPa}$ 程度のIF鋼においては、 $C=0.005\text{mass}\%$ で $\Delta\text{YS}=84\text{MPa}$ 、 $\Delta\text{TS}=26\text{MPa}$ 、 $C=0.012\text{mass}\%$ で $\Delta\text{YS}=143\sim 189\text{MPa}$ 、 $\Delta\text{TS}=37\sim 63\text{MPa}$ となっている。Table 6において、A-I材とa-I材で

Table 6. Difference in strength between steels with and without upper/lower yielding at the same thermo-mechanical conditions in Case 1, 2, and 3.

Specimen	C (mass%)	Experiment (MPa)	
		ΔY_s	ΔTS
(A-I)-(a-I)	0.05	203	126
(B-II)-(b-II)	0.05	93	68
(D-II)-(d-II)	0.15	227	184
(E-II)-(e-II)	0.44	98	62
(F-III)-(f-III)	0.046	111	88
(F-IV)-(f-IV)		70	70
(F-V)-(f-V)		166	141
(G-III)-(g-III)	0.075	37	19
(G-IV)-(g-IV)		28	2
(G-V)-(g-V)		67	38

は炭化物の析出状態に違いがあり、D-II材とd-II材並びにE-II材とe-IIでは溝ロール圧延中に析出するTiCに使用されたC量に比べて添加C量が多すぎるので、これらの材料間の強度差から固溶炭素の影響を調べることは無理があると思われる。そこで、これらを除いた結果の内でC=0.05 mass%の結果（B材とb材並びにF材とf材の強度差）と上述のIF鋼の結果を参考にすると、固溶炭素の有無による強度差すなわち炭素による固溶強化はYSで100MPa、TSで70MPa程度と見積もることができる。これらの値に比べ、C=0.075 mass%のG材とg材の強度差 ΔYS と ΔTS は小さい。(1)式から判断して、Table 1のG材のTi量0.3 mass%は際どい値である。Table 3においては、G材のYRは0.9以上であるが、YSとTSはF材に比べて上昇量が少ないように見える。このことはG材ではCまたはNが僅かにしか固溶していなかったとすると理解できる。なお、Table 6の上側3つの結果を除くと、G材の問題点は上述のフェライト粒径とTiC析出分散強化の検討に影響を与えない。

3.4 シャルピー衝撃試験

Fig. 5から8にシャルピー衝撃エネルギーと試験温度の関係を示す。超微細粒フェライト鋼は強度特性に加えて靱性も優れていることが知られている¹⁻³⁾。本研究においても、Case 2で作成したC量=0.15 mass%のB-II材とb-II材、C量=0.44 mass%のD-II材とd-II材を除くと、エネルギー遷移温度は-100°C以上、上部棚エネルギーは100J以上と優れた靱性を示している。一方、B-II材とb-II材、D-II材とd-II材においては、強度は上昇せず、靱性は低下している。したがって、C量が0.15 mass%以上で、かつ(1)式を満足するTi量を添加し、上・下降伏を消滅させることは有意義でないと推測できる。

3.5 高サイクル疲労試験

Fig. 9にA-I材とa-I材の回転曲げ疲労試験結果、Fig.10に10⁷回で決定した疲労限と引張強度の関係を示す。Fig.10には前報で使用した超微細粒フェライト鋼の結果⁹⁾、フェライト・パーライト組織の炭素鋼と焼戻しマルテンサ

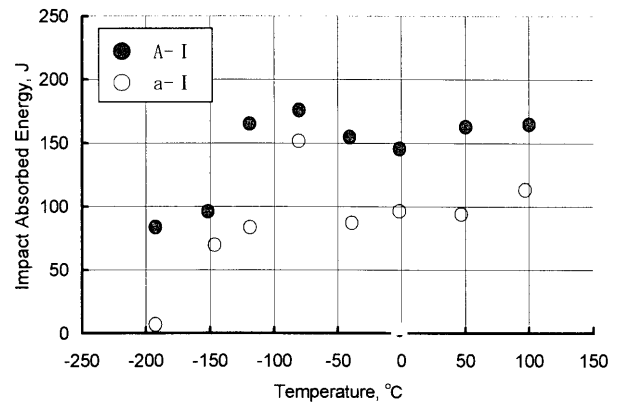


Fig. 5. Charpy impact test results for fine-grained steels A-I and a-I.

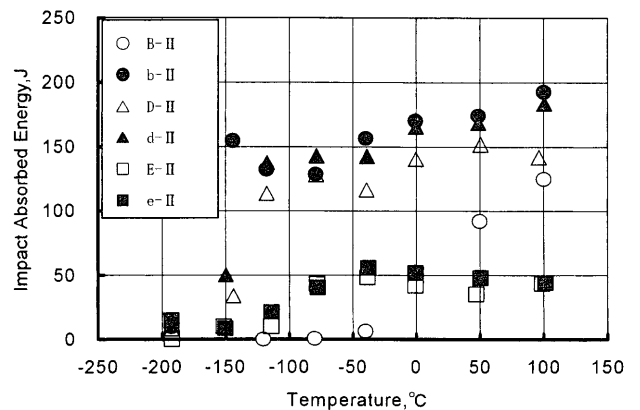


Fig. 6. Charpy impact test results for fine-grained steels B-II, b-II, D-II, d-II, E-II and e-II.

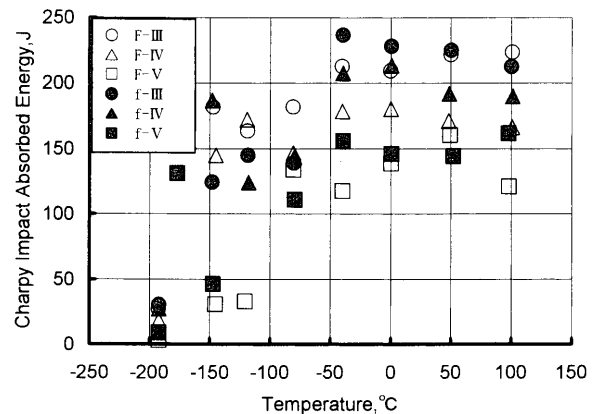


Fig. 7. Charpy impact test results for fine-grained steels F-III, F-IV, F-V, f-III, f-IV and f-V.

イト組織の炭素鋼と低合金鋼の結果¹⁰⁾も示す。前報で求めた超微細粒鋼のC量は0.05と0.15 mass%，Tiは無添加であり、その他の成分はTable 1とほぼ同じである。超微細粒フェライト鋼の疲労限は、同族と見なされるフェライト・パーライト鋼の結果より明らかに高くなり、焼戻しマルテンサイト鋼の結果より少しであるが高くなった。すなわち、Ti添加の有無に拘わらず、超微細粒鋼は優れた疲労特性を示す。

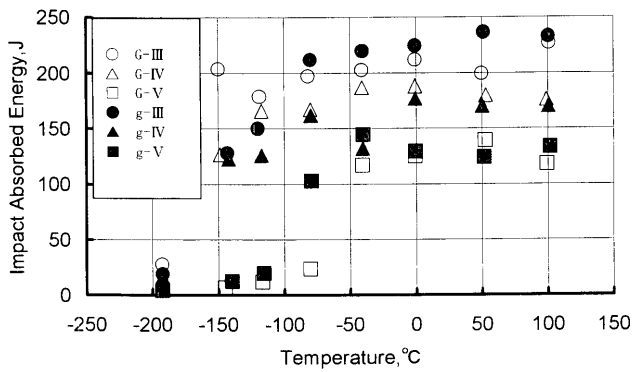


Fig. 8. Charpy impact test results for fine-grained steels G-III, G-IV, G-V, g-III, g-IV and g-V.

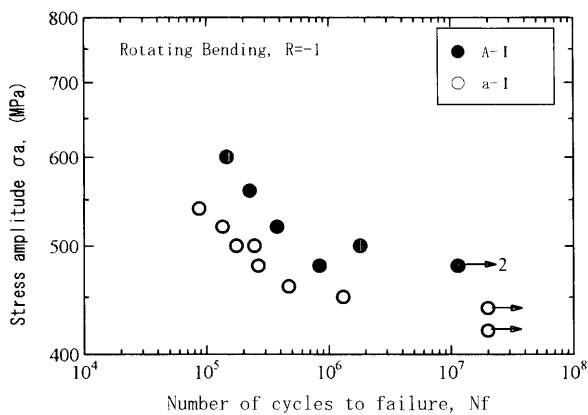


Fig. 9. Rotating bending fatigue test results for fine-grained steels A-I and a-I.

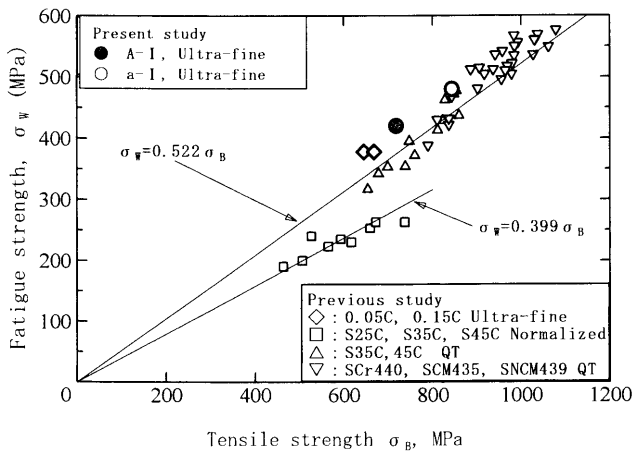


Fig. 10. Relationship between fatigue limit and tensile strength for fine-grained steels A-I and a-I.

4. 結論

Ti添加量を調整することにより、上・下降伏を消滅させたり、残留させたりする超微細粒フェライト鋼を創製することができた。この超微細粒鋼においては、TiC粒子の析出分散強化により、ほぼ900 MPaの高強度が達成でき、さらに韌性と疲労特性も優れていた。すなわち、構造材料として必要である強度、韌性、疲労の3大特性のすべてが優れていた。これ以外で得られた結果を纏めると、次のようになる。

(1) フェライト粒径はほぼ溝ロール圧延時の加工温度で決まり、 Fe_3C とTiC炭化物の分布状態の相違、固溶炭素の有無の影響は少なかった。溝ロール圧延温度550と650°Cにおいて、粒径はそれぞれ約0.5と2 μm であった。

(2) YRは上・下降伏を示さない場合0.8オーダ、示す場合に0.9オーダとなった。

(3) 上・下降伏を示さない場合と示す場合の比較並びにIF鋼⁴⁾の結果から、Cによる固溶強化は降伏応力で約100 MPa、引張強度で70 MPaであると見積もることができた。

(4) 上・下降伏の有無に関係なく、 $C \approx 0.05 \text{ mass\%}$ 、 $Ti \approx 0.2 \text{ mass\%}$ の時、10 nm以下のTiC粒子による析出分散強化は300 MPaで、 $Ti = 1 \text{ mass\%}$ あたり1500 MPaであると見積もることができた。

本研究を纏めるにあたり、審査くださった先生に感謝いたします。ご指摘により本研究の内容を改善することができました。

文 献

- 1) 金属材料技術研究所, 川崎製鉄(株): 微細フェライト主体組織鋼とその製造方法, 特開平11-315342, (1999).
- 2) 金属材料技術研究所, 川崎製鉄(株): 高強度・高韌性棒材とその製造方法, 特開2000-309850, (2000).
- 3) A.Ohmori, S.Torizuka, K.Nagai, N.Koseki and T.Kogo: *Tetsu-to-Hagané*, **89** (2003), 781.
- 4) 八幡製鉄(株): 圧延面に111面が発達した冷間成形用深絞り性冷延鋼板の製造法, 特公昭42-12348, (1967).
- 5) H.Takechi: *ISIJ Int.*, **34** (1994), 1.
- 6) F.B.Pickering: *Physical Metallurgy and The Design of Steels*, Applied Science Publishers LTD., London, (1978).
- 7) T.Abe, T.Sanpei, H.Ohsuzu and K.Kozasu: *Tetsu-to-Hagané*, **70** (1984), 1459.
- 8) M.Kurita and K.Toyama: *Tetsu-to-Hagané*, **80** (1994), 66.
- 9) T.Sawai, S.Matsuoka and K.Tsuzaki: *Tetsu-to-Hagané*, **89** (2003), 726.
- 10) S.Matsuoka, N.Nagashima and S.Nishijima: *NRIM Material Strength Data Sheet Technical Document, No. 17, Index Property for the Fatigue of Engineering Alloys*, National Institute for Metals, Ibaraki, (1997).