

パーライト鋼の塑性変形挙動に及ぼす 階層的不均一変形と集合組織の影響

諸岡 聡*・鈴木 徹也*²・友田 陽*・塩田 佳徳*³・神山 崇*⁴

Multi-scaled Heterogeneity and Influence of Texture on Plastic Flow of Pearlite Steels

Satoshi MOROOKA, Tetsuya SUZUKI, Yo TOMOTA, Yoshinori SHIOTA and Takashi KAMIYAMA

Synopsis : Pearlite is composed of ferrite and cementite with different strengths. Even in the ferrite matrix, stress must be different from grain to grain depending on the crystal orientation which is called block stress. The ferrite block stress and phase stress in two pearlite steels with a strong $\langle 110 \rangle$ fiber texture or a weak texture were studied by using a time of flight method of in situ neutron diffraction during tensile deformation. It is found that the texture influences the block stress particularly in the transverse direction.

Key words : neutron diffraction; pearlite steel; block stress; texture; residual lattice plane strain.

1. 緒言

パーライト鋼の塑性変形では、組織を構成する様々な階層的因子に留意する必要がある。まず、相については異なる強さを持つフェライト(α)とセメンタイト(θ)の2相から構成されている。パーライト鋼に塑性変形を与えた時、強度の低いフェライトが先に降伏することによりセメンタイトの弾性ひずみは急激に大きくなる応力分配挙動が見られる¹⁻³⁾。降伏強度はラメラ間隔によってほぼ決定されるが、その後の加工硬化はセメンタイト体積率と形状に依存する²⁾。さらに旧 γ 粒はフェライト方位が同一なブロックに分割され、変形応力の方位依存性に起因して、ブロック応力が発生する⁴⁾。ブロックは同じラメラ方位を有するいくつかのコロニーにより成り立っているが、コロニーの配向により、変形応力が異なると予想される。ここで、ブロック応力は集合組織の影響を受けると考えられる。先にKanieら⁵⁾は、パーライト鋼中のセメンタイトの最大強度を実測する目的でパテンティング処理後にスエージングによってラメラ間隔を小さくしラメラの配向性を高めた後に焼鈍して残留応力を除去した試料を用いて、引張中のその場中性子回折を飛行時間(Time Of Flight: TOF)法により行い応力分配挙動を調べた。その結果、フェライトとセメンタイト間の応力分配(相応力)のみではなく、ブロック応力の存在を見出した。しかし、(110)回折から求めた引張に対して垂直な方向のひずみは硬質粒の振る舞い(引張変

形後に除荷するとセメンタイトと同じ圧縮のひずみが残留した)であり疑問が残った。この疑問を解くために、パテンティング状態の試料で同様の実験を行った。その結果、先の特異なブロック応力の挙動は集合組織によるものと判明した。そこで、本論文では集合組織がほとんど見られない場合のブロック単位の不均一塑性変形とそれが生むブロック応力の特徴を示し、先の報告の特徴が $\langle 110 \rangle$ 繊維集合組織に起因することを明らかにする。

2. 実験方法

実験に用いた材料の化学組成は0.82C, 0.23Si, 0.72Mn, 0.008P, 0.009S (mass%)の過共析鋼である。1273K, 0.6 ksにてオーステナイト化した後に823K, 1.2 ksのパテンティング処理を行った(以後パテント材と呼ぶ)。本論文では、 $\phi 11$ mmから $\phi 6$ mmまでスエージング加工し、673K, 1.8 ksの焼鈍を施し残留応力を除去した試料(以後スエージング材と呼ぶ)の結果を比較に用いるが、その詳細は先に報告した⁵⁾。また、焼鈍による残留応力除去についても伸線材の焼鈍での同様な例を先に報告した²⁾。中性子回折測定は高エネルギー加速器研究機構の高分解粉末解析装置(Sirius)を使用し、TOF法で行った。中性子回折測定装置内にFig. 1(a)に示すような引張試験装置をセットした。引張試験装置は片方が可動で、動いた量の1/2が全体として逆方向に移動する機構にしてある。すなわち、試験片が変形しても

平成17年3月28日受付 平成17年6月2日受理 (Received on Mar. 28, 2005; Accepted on June 2, 2005)

* 茨城大学大学院理工学研究科応用粒子線科学専攻 (Institute of Applied Beam Science, Graduate School of Science and Engineering, Ibaraki University, 4-12-1 Nakanarusawa Hitachi 316-8511)

* 2 茨城大学工学部物質工学科 (Faculty of Engineering, Ibaraki University)

* 3 茨城大学理工学研究科物質工学専攻 (Graduate School of Science and Engineering, Ibaraki University)

* 4 高エネルギー加速器研究機構物質構造科学研究所 (High Energy Accelerator Research Organization, Institute of Materials Structure Science)

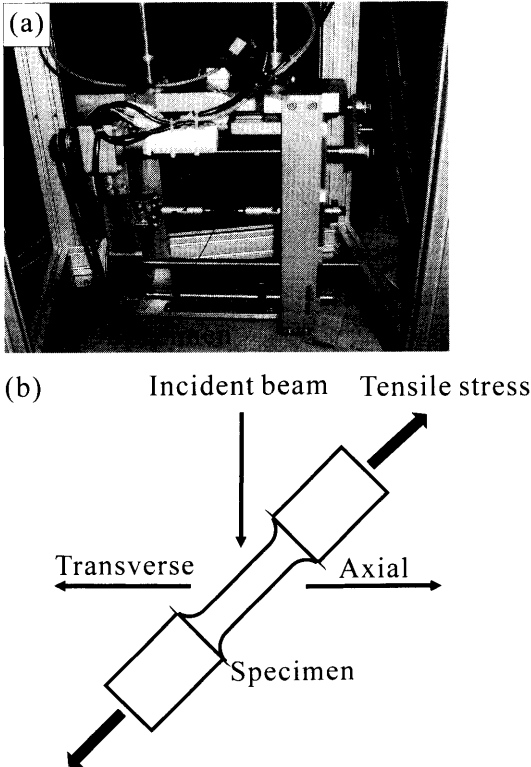


Fig. 1. A tensile jig for the TOF neutron diffraction (a) and the geometrical arrangement for the strain measurement during tensile testing (b).

中性子回折測定部は移動しないような工夫がしてある。Fig. 1(b)に中性子線の入射方向と検出器の位置関係を示す。入射ビームに対して45°方向を引張軸とすることで、引張方向に垂直な面(Axial)の面間隔測定、および引張方向に平行な面(Transverse)の面間隔測定を同時に行った。引張試験片の寸法は平行部3mm、ゲージ長さ25mmの円柱状である。目標の荷重に達した状態でクリープモードにして荷重を一定に保持しながら、測定時間3時間中性子回折測定を繰り返した。長時間測定を行ったのは、セメントタイト回折ピークの統計を上げるためである。

3. 実験結果および考察

3.1 ミクロ組織

パテント材とスエージング材の断面のSEM組織をFig. 2に示す。いずれも、全面がパーライト組織となっている。旧オーステナイト粒は、同じ結晶方位の領域であるブロックで分割され、ブロックは数個のコロニーから構成される。(b)のスエージング材ではラメラがほぼ一方向に配向している。

3.2 応力-ひずみ曲線

Fig. 3はパテント材とスエージング材の応力-ひずみ曲線である。0.2%耐力、引張強さおよび均一伸びはパテント材で808 MPa、1206 MPa、6.5%であるのに対してスエー

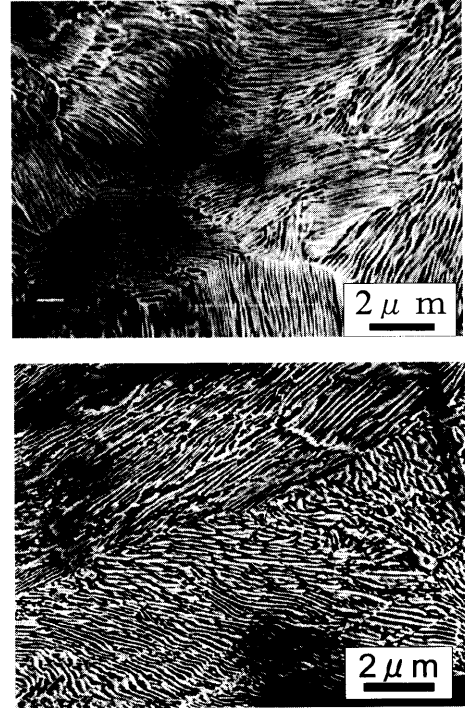


Fig. 2. SEM microstructures of the specimens used (a) as-patented, and (b) swaged-annealed.

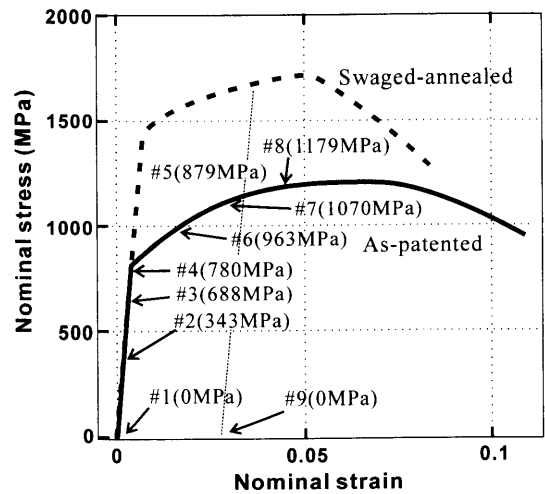


Fig. 3. Tensile stress-strain curves for the as-patented and the swaged-annealed specimens, in which the applied stress kept constant during the neutron diffraction measurements are indicated.

ジング材はそれぞれ1423 MPa、1698 MPa、4.4%である。スエージングにより、ラメラ間隔が小さくなりコロニーの配向性が増し、高強度化したと考えられる。また、後に述べる中性子回折測定はFig. 2中に示す#1から#9の応力になるよう引張試験を中断し荷重を制御して行った。

3.3 引張変形中その場中性子回折によって得られた回折プロファイル

Fig. 4にTOF法により得られた中性子回折結果の一例を示す。セメントタイトのピーク強度はフェライトに比べて非常に弱い。先に報告したスエージング材のプロファイル⁵⁾

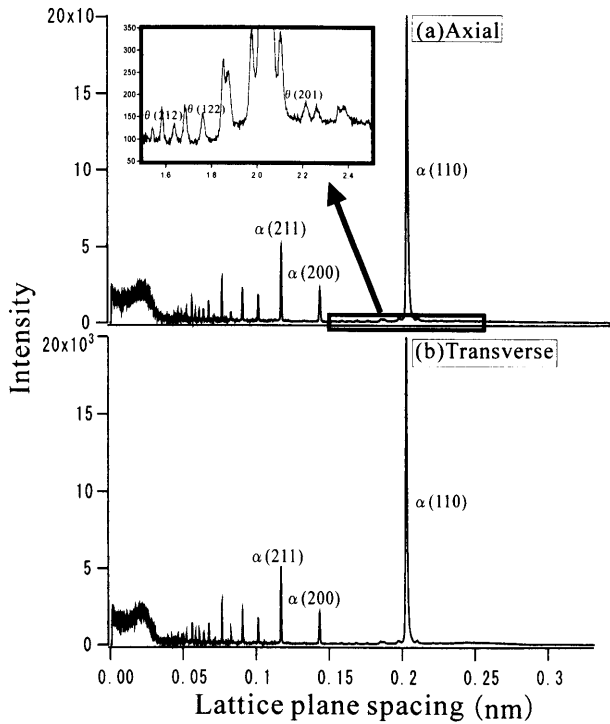


Fig. 4. Diffraction profiles in the axial and transverse directions obtained by the TOF method before tensile testing.

Table 1. Relative diffraction intensity in the axial and transverse directions obtained by TOF method before tension test, where intensity of (110), Axial, patented is used for normalizing.

Direction	Axial				Transverse			
	(110)	(200)	(211)	(310)	(110)	(200)	(211)	(310)
As-patented	1.0	0.1	0.25	0.11	0.99	0.1	0.25	0.1
Swaged-annealed	2.24	0.02	0.12	0.08	0.64	0.2	0.36	0.07

では $\alpha(110)$ 回折は Axial 方向でパテント材の約2倍の強度になっていた。また、セメンタイトのピーク強度はスエージング材の方が低かった。これは、スエージング材においては加工によりセメンタイトが分断されサイズが小さくなったことや厚みが薄くなったことにより、回折プロファイルの幅が広がったためと推測される。Transverse 方向に関してはパテント材とスエージング材のピーク強度比に大きな違いは認められない。Table 1 は Axial 方向で測定した $\alpha(110)$ 面の回折ピーク強度に対する他の (hkl) 回折強度の比をまとめたものである。パテント材では Axial, Transverse 方向ともに強度比はほとんど変わらない。一方、スエージング材では、Axial 方向の (110) の強度が著しく高い、すなわち、 $\langle 110 \rangle$ 繊維集合組織が発達している。Fig. 5 に外力の増加に伴う $\alpha(110)$ 回折プロファイルの変化を示す。回折ピークは Axial 方向では外力の増加に伴い面間隔が広がる方向へ移動している。Transverse 方向では逆に外力の増加に伴い面間隔が狭くなる方向に移動している。面間隔は Axial, Transverse 方向ともに #1 から #4 までは外力増加に

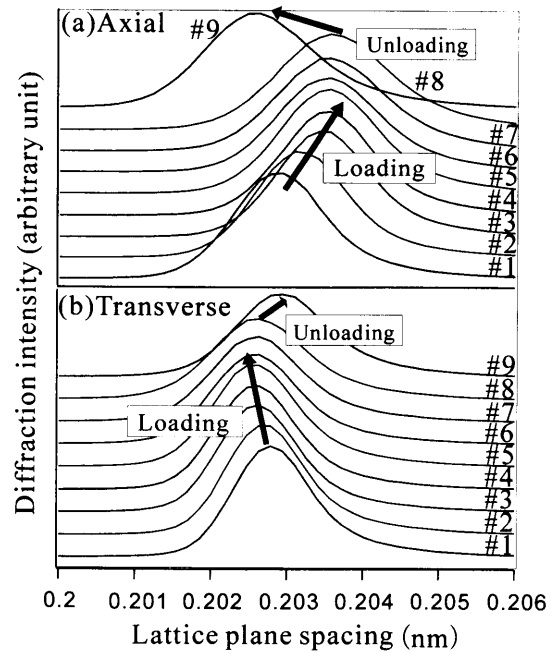


Fig. 5. Change in diffraction profiles with the applied stress obtained from the ferrite matrix: (a) the axial and (b) the transverse direction.

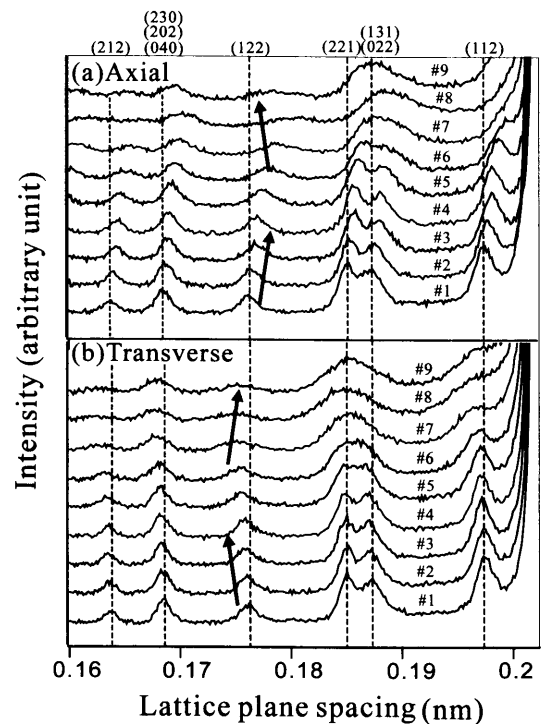


Fig. 6. Change in diffraction profiles with the applied stress obtained from cementite: (a) the axial and (b) the transverse directions.

対して直線的に増加し、それ以降は変化が小さい。#9は除荷後のプロファイルである。Fig. 6 にセメンタイトの外力に伴う回折ピーク変化を示す。Axial 方向においては #1 から #8 まで外力の増加とともに面間隔は広がっている。また、その傾向は #1 から #4 までよりも #5 から #8 までのほうが著しい。また、Transverse 方向においては外力の増加

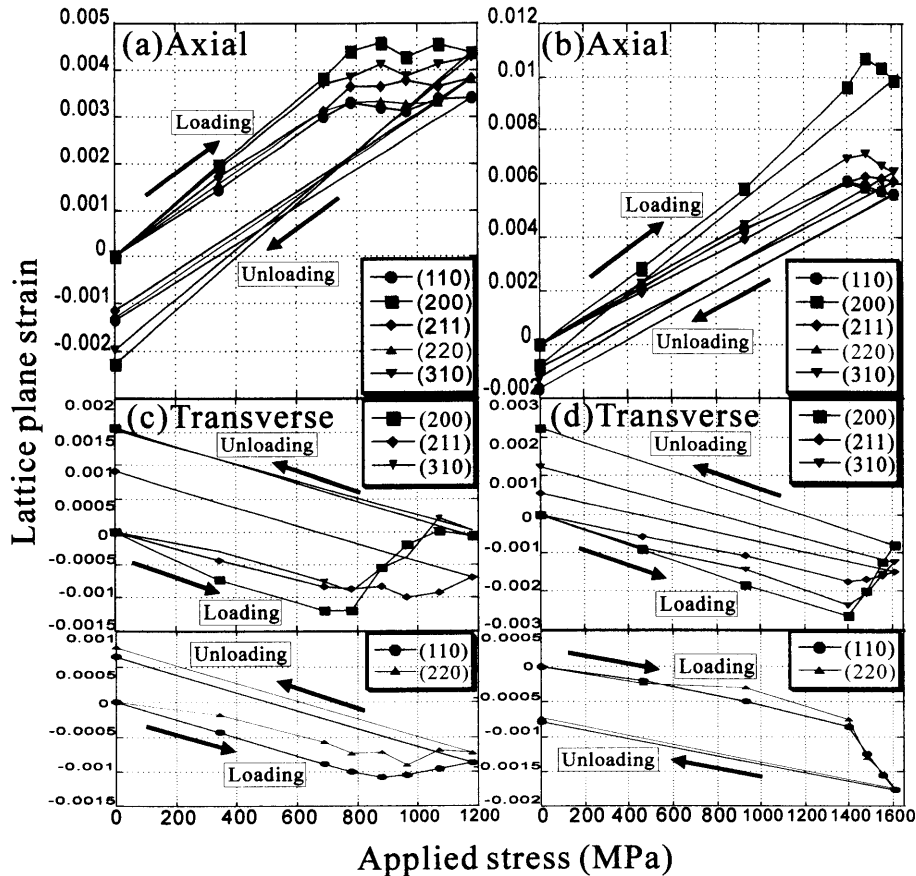


Fig. 7. Lattice plane strains in the ferrite matrix as a function of the applied stress: (a) axial direction for the patente dspecimen, (b) axial, swaged-annealed, (c) transverse, patented and (d) transverse, swaged-annealed.

とともに面間隔は狭くなっている。また、塑性変形が進んだ#5以降はピーク形状がブロードになり、 $\theta(211)$ と $\theta(022)$ あるいは $\alpha(110)$ と $\theta(112)$ 、 $\theta(211)$ はピークの分離が難しい。

3.4 変形に伴うフェライト格子面ひずみの変化

外力に伴うフェライト格子面ひずみの変化を Fig. 7 に示す。(a)において Axial 方向では格子面ひずみは外力の増加とともに700 MPa 程度までは直線的に増加する。直線の傾きは(hkl)面によってそれぞれ異なる。降伏後、格子面ひずみはほぼ一定となる。これらの中で(200)面は降伏強さが最も大きく、加工硬化も大きい方位であることがうかがえる。一方、Fig. 7(c)の Transverse 方向では、外力の増加とともに格子面ひずみの絶対値は最初は増加する(圧縮ひずみなので以後増減は絶対値で表す)。降伏後は(hkl)により異なる挙動を示している。(110)、(211)および(220)においてはほぼ一定の格子面ひずみになるのに対して、(200)および(310)においては800 MPa 以降に急激な格子面ひずみの減少が見られる。除荷後、格子面ひずみは初期の状態には戻らず、Axial 方向では圧縮、Transverse 方向では引張の残留応力が認められた。一般に強い相と弱い相が混在する組織を有する材料を引張変形した場合には弱い相が先に塑性変形し、強い相はそれを補うために外力増加に応じて弾性変形量が増加する。除荷した場合には、強い相には Axial 方

向に引張応力、弱い相には圧縮応力が残る。Transverse 方向ではその逆の挙動を示す。本研究では強い相としてセメントタイト、弱い相としてフェライトが存在するので Fig. 7 のパテント材における残留応力の挙動は一般的傾向として解釈できる。

一方、スエージング材における格子面ひずみの変化では、Axial 方向において外力の増加とともに増加し、降伏後には格子面ひずみはわずかに減少した(Fig. 7(b))。スエージング材の Transverse 方向では、Fig. 7(d)に示すように(200)および(310)ではパテント材と同様の傾向が見られ、降伏後、格子面ひずみ絶対値の著しい減少が見られる。しかし、(110)および(220)は降伏後、格子面ひずみの増加が見られた。先に述べた相応力の概念のみでは、この(110)、(220)における挙動を説明することができない。そこで集合組織、弾性異方性およびブロック応力に着目して、次節でこの点について検討を加える。

3.5 引張後のブロック応力に及ぼす集合組織の影響

残留格子面ひずみを整理した結果を Fig. 8 に示す。パテント材の Axial 方向ではフェライトには圧縮ひずみ、セメントタイトには引張ひずみが残留している((a))。Fig. 8(c)のように Transverse 方向ではフェライト、セメントタイトともに Axial 方向の場合に比べてひずみの符号が逆になっている。Fig. 8(b)に示すように、スエージング材の Axial 方向で

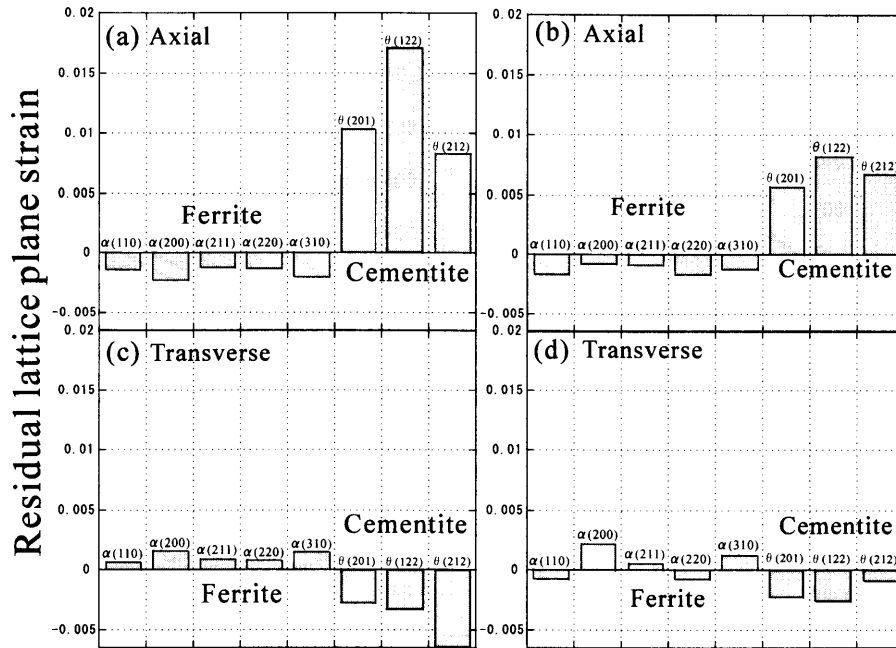


Fig. 8. Residual strains after tensile deformation: (a) axial direction for the patented specimen, (b) axial, swaged-annealed, (c) transverse, patented and (d) transverse, swaged-annealed.

は残留格子面ひずみの傾向はパテント材と同じであった。しかし、Fig. 8(d)に示した Transverse 方向では(110), (220)はパテント材(c)とは逆に圧縮ひずみが残留している。これに対して(200), (211), (310)では引張残留ひずみである。このスエージング材でみられる特徴は、強い(110)繊維集合組織を持つ伸線パーライト鋼において、再現性よく測定されている傾向であり、その原因が不明であった²⁾。

なぜスエージング材の Transverse 方向の(110), (220)では圧縮ひずみが残留するのであろうか？ フェライト単結晶では結晶方位により変形応力が異なる。Kehの研究報告⁶⁾によると、鉄単結晶は(110)に引張ると弱く、(200)では加工硬化が著しく変形応力が大きい。多結晶体では結晶粒(ブロック)間の塑性変形の差がブロック応力の原因となる。このブロック応力と先に述べた相応力が重なり合って格子面間隔の変化として中性子回折によって測定される。同時に結晶方位に関する弾性異方性がこれらに重なる。ブロック間の塑性ひずみ差も弾性異方性も、共に集合組織の影響を受けるので理解は単純でないが、後者が主たる要因であることは以下の考察から明らかである。

(110)繊維集合組織の弾性異方性は(110)単結晶の弾性変形からある程度の予想ができよう。Fig. 9に模式的に示すように、[110]Fe単結晶を圧縮弾性変形させると、その垂直断面は楕円形になる^{7,8)}。圧縮軸に垂直方向の[002]には引張ひずみが生じるが、 $[\bar{1}\bar{1}0]$ には圧縮ひずみが見れる。パーライト鋼を引張変形後除荷すると、Axial方向の相応力はセメンタイトで引張、フェライトでは圧縮になる。集合組織の強いスエージング材では、引張方向が[110]の結晶粒が圧倒的に多い。それらの結晶粒に圧縮相応力が負荷

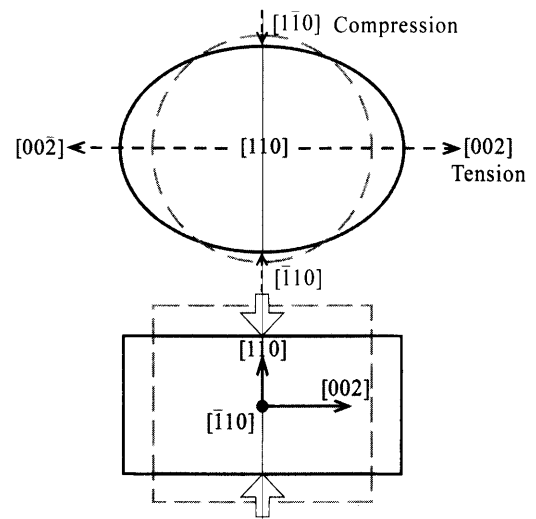


Fig. 9. Schematic illustrations to explain the influence of texture on block stress: elastic compression deformation of a [110] single iron crystal.

された状態で垂直方向から $(\bar{1}\bar{1}0)$ 面間隔を測定するとFig. 9のように圧縮であり、(002)面間隔を測定すると引張となる。また、Fig. 8において、パテント材の方がスエージング材に比べてフェライト・セメンタイトの残留ひずみの絶対値が大きくなっている。これは、パテント材の降伏応力は808 MPaで、スエージング加工と焼鈍を施すことによって1423 MPaに大きくなる。除荷したときの荷重はそれぞれパテント材では1180 MPa、スエージング材では1610 MPaである。よって、加工硬化量がパテント材(372 MPa)の方が、スエージング材(187 MPa)より大きくなり、残留ひずみの絶対値が大きくなったと考えられる。

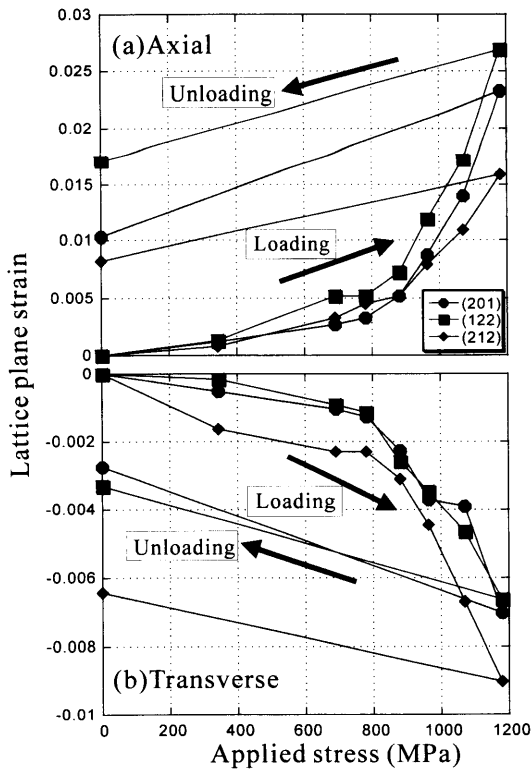


Fig. 10. Lattice plane strains in cementite as a function of the applied stress: (a) the axial direction and (b) the transverse direction.

3.6 変形に伴うセメンタイト格子面ひずみの変化

DaymondとPriemeyerは、フェライト-パーライト鋼においてセメンタイトの回折強度が低いので、多くのピークを対象にリートベルト解析の利用を試みている⁹⁾。しかし、パーライト鋼中の個々の(hkl)面の弾性ひずみはフェライトとセメンタイトの弾性異方性によって影響されるため、リートベルト解析におけるフィッティング収束の判定が容易でない。スエーディング材のように強い<110>繊維集合組織を有する場合は、リートベルト解析の適用がさらに困難である。ここでは、すでに報告した合成関数による単一ピークフィッティング法¹⁰⁾を用いて個々の回折面に対して弾性ひずみを同定した。

Fig.10に負荷応力に伴うセメンタイト(212), (122), (201)格子面ひずみの変化を示す。これらは塑性変形後も単独のピークとして確認されたものである。残留ひずみはすべての $\theta[hkl]$ においてAxial方向で引張、Transverse方向で圧縮となっている。この結果はスエーディング材の場合も同様であった。前述したように、強い相と弱い相が混在する組織を有する材料を引張変形した場合には、弱い相が先に塑性変形し応力が増えないので、強い相はそれを補うためにより大きな応力を担う応力分配が起こる。除荷した場合には強い相にはAxial方向に引張応力、弱い相にはAxial方位に圧縮応力が残る。Transverse方向ではその逆になる。本研究の場合は強い相がセメンタイト、弱い相がフェライトであり、Fig.10の残留応力ひずみの挙動は一般的な傾向

として解釈できる。

4. 結言

集合組織の弱いパーライト鋼パテント材の引張変形に伴うフェライトとセメンタイト間の応力分配(相応力)およびブロック間の応力分配挙動をその場中性子回折飛行時間法により測定し、先に報告したスエーディング後に焼鈍した材料(スエーディング材)の結果と比較し、集合組織の影響を検討した。得られた主な結果は以下のようなものである。

(1) 引張変形に伴いフェライトが塑性変形を始めると、セメンタイトとの間で応力分配が生じる(相応力の発生)。応力分配挙動はパテント材とスエーディング材で少し異なる。

(2) 両材ともに引張変形後に除荷すると、引張方向にフェライトには測定したどの結晶方位でも圧縮、セメンタイトには引張の残留ひずみが残った。

(3) <110>繊維集合組織が強いスエーディング材は、引張に垂直な方向から(110)や(220)の残留ひずみを測定すると、他の面と異なり圧縮となる。セメンタイトでは圧縮であり、フェライト全体の平均は引張と考えられるので、この結果には疑問が残っていたが、パテント材の結果と比べることにより、<110>繊維集合組織によるものであることが明らかになった。

(4) 上記(3)は、<110>単結晶の弾性変形挙動と似ており、<110>繊維集合組織における特徴と考えられた。

本研究の実験に用いた材料は新日本製鉄(株)田代均博士より提供していただいた。本研究は日本鉄鋼協会戦略的研究課題(平成15, 16年度)および科学研究費基盤A(課題番号16201015)の一部として実施したものであり、ご支援いただいた関係者各位に深く感謝する。

文 献

- 1) Y.Tomota, A.Kanie and T.Suzuki: *Mater. Sci. Forum*, 426-432 (2003), 1571.
- 2) Y.Tomota, P.Lukas, D.Neov, S.Harjo and Y.R.Abe: *Acta Mater.*, **51** (2003), 805.
- 3) Y.Tomota, O.Watanabe, A.Kanie, A.Moriai, N.Minakawa and Y.Morii: *Mater. Sci. Technol.*, **19** (2003), 1715.
- 4) Y.Tomota, T.Suzuki, A.Kanie, Y.Shiota, M.Uno, A.Moriai, N.Minakawa and Y.Morii: *Acta Mater.*, **53** (2005), 463
- 5) A.Kanie, Y.Tomota, S.Torii and T.Kamiyama: *ISIJ Int.*, **44** (2004), 1961.
- 6) A.S.Keh: *Philos. Mag.*, **12** (1965), 9.
- 7) T.Lorentzen: *Analysis of Residual Stress by Diffraction Using Neutron and Synchrotron Radiation*, ed. by M.E.Fitzpatrick and A.Lodini, Taylor & Francis, London, (2003), 114.
- 8) Y.Shiota, Y.Tomota, T.Kamiyama and A.Moriai: *CAMP-ISIJ*, **18** (2005), 500.
- 9) M.Daymond and H.G.Priemeyer: *Acta Mater.*, **50** (2002), 1613.
- 10) S.Torii, Y.Tomota, T.Suzuki, J.H.Park, K.Oikawa and T.Kamiyama: *Bull. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **68** (2002), 1540.