

IF鋼の降伏強度に及ぼす混粒組織の影響

の場 理一郎*・中田 伸生*²・二村 裕一*³・土山 聡宏*²・高木 節雄*²

Effect of Duplex-grained Structure on Yield Stress of IF Steels

Riichirou MATOBA, Nobuo NAKADA, Yuichi FUTAMURA, Toshihiro TSUCHIYAMA and Setsuo TAKAKI

Synopsis : The “nominal grain size” (average grain size) is generally applied to Hall–Petch relationship to evaluate grain refinement strengthening in polycrystalline materials. However, the steels with wide grain size distribution (duplex-grained structure) may not deform uniformly but yield preferentially from larger grains to finer ones. This phenomenon is called “micro-yielding”. In this study, the effect of duplex-grained structure on the yield stress was investigated by using some IF steels with different grain size distribution. As a result of tensile testing, the yield stress of duplex-grained steels could be conventionally plotted on the Hall–Petch relationship as a function of (nominal grain size)^{-1/2} in the range from 100 to 10 μm, even though the micro-yielding phenomenon occurred within the coarse grains at a lower stress than the macroscopic yield stress. When the volume fraction of grains with identical size is summed from larger-sized ones, the summated volume fraction (defined as the integrated volume fraction) always reaches 70–80 vol% at the nominal grain size irrespective of the difference in grain size distribution. These results suggest that polycrystalline materials including duplex-grained structure materials cause the macroscopic yielding when the grains of 70–80 vol% are micro-yielded.

Key words : yield stress; duplex-grained structure; micro-yielding; IF steel.

1. 緒言

金属材料の降伏強度と結晶粒径の間にはHall–Petchの関係が成立することから¹⁾、とくにIF鋼などの単相材料においては、結晶粒径が強度特性を支配する重要な因子となる。一般に、結晶粒径の評価には任意の断面から得られる組織写真をもとに、求積法²⁾や線分法²⁾といった統計学的な解析方法によって算出される平均的な粒径(公称粒径)が使用されている。公称粒径は試料表面で観察される粒径であり、空間的に存在する実際の粒のサイズを表す、いわゆる真の粒径とは若干異なる値ではあるが、これまでに蓄積されてきた結晶粒微細化強化に関する多くのデータが公称粒径で整理されており、その工学的な意味は大きい。

しかしながら、微量な析出物を含むフェライト鋼や超微細粒材料においてしばしば観察される混粒組織については、粒径の評価に注意が必要であると考えられる。実際の多結晶金属材料では、粒度分布を有することに加え、その降伏現象においては、試料中のすべての結晶粒が一様に塑性変形するのではなく、特定の結晶粒から優先的に塑性変形していくミクロ降伏が生じることが知られている³⁾。とくに混粒組織鋼のように粒度分布の広がり大きな材料では、低い応力下において試料中の粗大な結晶粒が優先的にミクロ降伏し、それが試料全体のマクロ的な降伏現象(降伏強度など)に多大な影響を及ぼす可能性がある。そのよ

うな場合、平均的な粒径である公称粒径で降伏強度を整理できるのかは明らかにされていない。材料の強度特性を安定に制御し、降伏強度のばらつきが少ない材料を供給するためには、混粒の程度を見極めたうえで、試料全体での粗大粒の割合や粒度分布を十分に考慮して、降伏強度の結晶粒径依存性を議論することが必要であると考えられる。

そこで本研究では、IF鋼に加工と熱処理を施し、粒度分布を種々変化させた整粒組織鋼、混粒組織鋼を作製した。それらの試料について降伏強度、結晶粒径および粒度分布を系統的に調査し、降伏強度に及ぼす混粒組織の影響について検討を行った。

2. 供試材および実験方法

本研究ではIF鋼(Fe–0.002C–0.2Mn–0.02Al–0.24Ti–0.002N合金)を供試材として用いた。80%の冷間圧延を施して0.8mm厚の板材としたIF鋼について、粒度分布を変化させるため1113K、1153Kおよび1193Kの温度で90sの焼鈍処理後空冷し、混粒の程度(混粒度)が異なる3種類の試料を作製した。

結晶粒径の測定には、機械的に公称粒径を導出することができる求積法²⁾を採用し、異なる視野で撮影した5枚の組織写真から得られる平均値で評価を行った。ただし、求積法により粒径を測定する際、粒度分布の広がり大きな

平成19年1月25日受付 平成19年3月27日受理 (Received on Jan. 25, 2007; Accepted on Mar. 27, 2007)

* 九州大学大学院生(現:日本精工(株))(Graduate Student, Kyushu University, now NSK, Ltd., 744 Motoooka Nishiku Fukuoka 819-0395)

* 2 九州大学大学院工学研究院材料工学部門(Department of Materials Science and Engineering, Kyushu University)

* 3 九州大学大学院工学研究院材料工学部門(現:(株)神戸製鋼所)(Department of Materials Science and Engineering, Kyushu University, now Kobe Steel, Ltd.)

試料では、観察する視野の広さや位置によって、得られる公称粒径が大きく異なることが予想される。一例として、本研究で用いた試料について視野の広さを3段階に変化させ、それぞれ5ヶ所での粒径測定を実施し、得られた値の範囲をエラーバーで示した結果をFig. 1に示す。図中の点線はある切断面の全面を観察したときに得られる公称粒径の値を示している。観察視野が狭いときは、各写真から測定される公称粒径が大きく変動しており、正確な公称粒径を求めるには数多くの測定が不可欠であることがわかる。しかしながら、ばらつき大きさは視野が広くなるにつれ

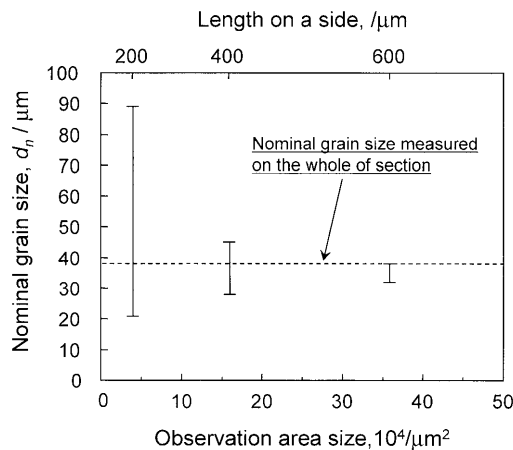


Fig. 1. Dispersion of nominal grain size measured with different observation area size in severely duplex-grained IF steel.

て小さくなり、 $600 \times 600 \mu\text{m}^2$ の視野では5回の測定で公称粒径のばらつきが $10 \mu\text{m}$ 以内になることから、本研究の粒径測定は全て $600 \times 600 \mu\text{m}^2$ の視野での組織観察を5回実施し、平均値をとることにより行った。また粒度分布を評価する際には、観察面で測定される各結晶粒の長軸と短軸の長さの平均値を断面粒径として用いた。

引張試験は、板状試験片 (JIS13B規格) により、歪速度： $3.3 \times 10^{-4} \text{s}$ の条件下で行なった。そして、得られた公称応力-公称歪曲線から降伏強度を測定した。また、ミクロ降伏挙動の調査には平行部 $6 \text{ mm} \times 3 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ の板状引張試験片を用いた。なお本研究では、公称応力-公称歪曲線において弾性域での直線関係より離脱する応力 (弾性限) を降伏強度として評価した。

3. 実験結果および考察

3.1 供試材の組織

Fig. 2は3種の供試材の光顕組織およびEBSP法により得られた結晶方位マップを示す。方位マップ中の黒線は結晶方位差が 15° 以上の大角粒界を示す。いずれの試料においても結晶方位の分布に顕著な異方性は認められず、光顕組織で観察される結晶粒界のほとんどが大角粒界に相当していることを確認できる。光顕組織をもとに求積法による粒径測定を行ったところ、(a)、(b)、(c)の試料の公称粒径はそれぞれ $15 \mu\text{m}$ 、 $21 \mu\text{m}$ 、 $38 \mu\text{m}$ であった。(b)および(c)の試料

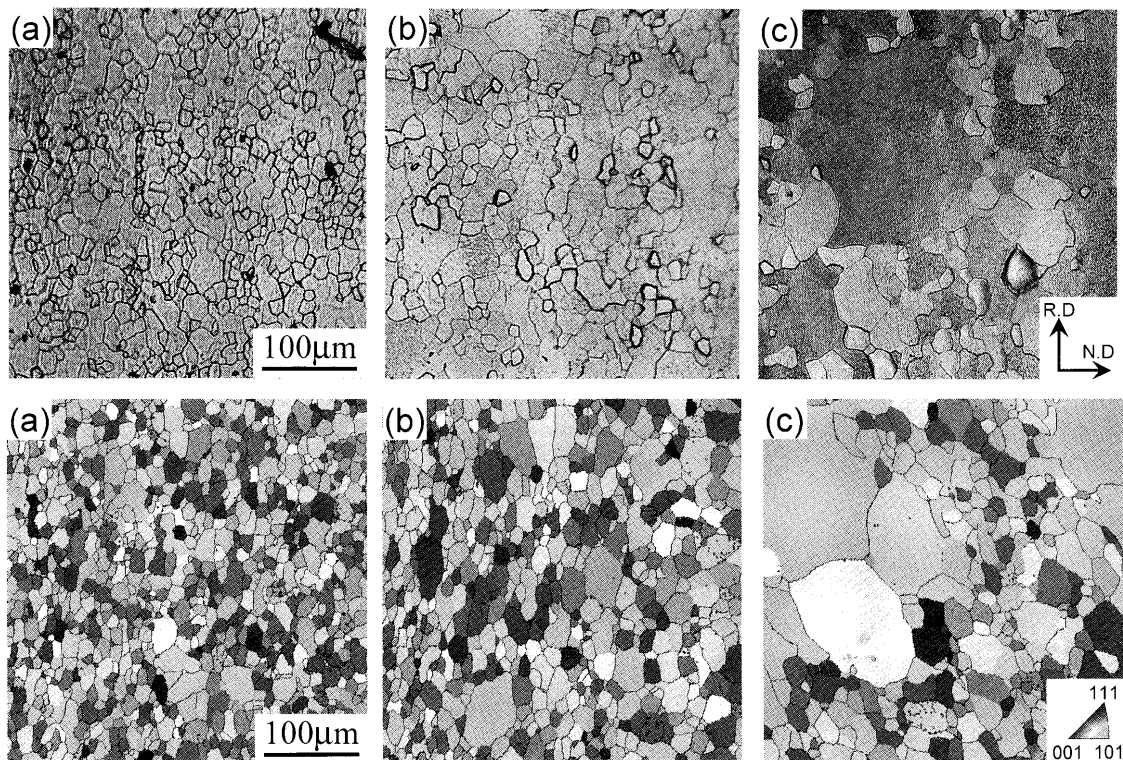


Fig. 2. Optical micrographs and crystallographic orientation imaging maps of normal-grained IF steel (a), lightly duplex-grained IF steel (b) and severely duplex-grained IF steel (c).

では典型的な混粒組織^{†1}が形成されており、粗大な結晶粒が組織中に多数混在している。ただし、それらが連結されることはなく比較的均一に分散していることがわかる。以降では、(a), (b), (c)それぞれの試料は整粒材, 混粒度小材, 混粒度大材と呼称する。

Fig. 3は整粒材(a), 混粒度小材(b), 混粒度大材(c)のそれぞれの粒度分布を示しており、公称粒径と最大断面粒径^{†2}を破線と黒矢印でそれぞれ図中に示している。いずれの試料でも20 μm 程度に粒度分布のピークが存在していることがわかる。しかしながら、混粒度が大きくなるに伴い、粒度分布の広がりや次第に大きくなり、最大断面粒径が大きくなっている。その結果、整粒材(a), 混粒度小材(b), 混粒度大材(c)の順に公称粒径が大きくなっている。一方、各結晶粒で生じるミクロ降伏現象が試験片全体の变形に及ぼす影響を考える際には、粒径の分布だけでなく、各粒径

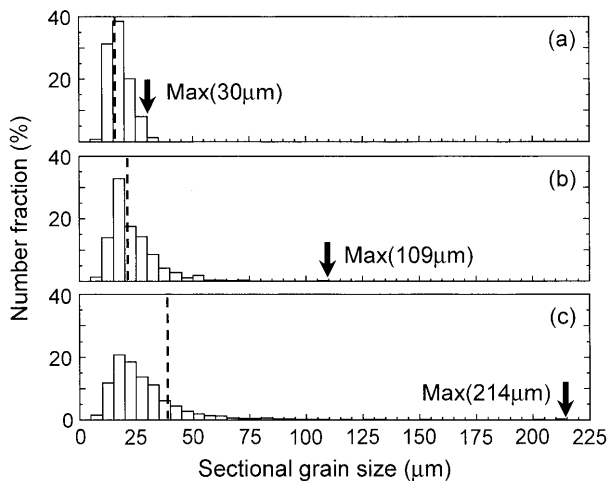


Fig. 3. Number fraction of grains with different grain size as a function of their sectional grain size in normal-grained IF steel (a), lightly duplex-grained IF steel (b) and severely duplex-grained IF steel (c).

を有する結晶粒が空間を占める割合が重要になると考えられる。そこで、Fig. 3をもとにそれぞれの粒径を二乗して体積に換算^{†3}し、それに数割合を乗じることで求めた体積割合を結晶粒径で整理した結果をFig. 4に示す。整粒材(a)では粒度分布が狭いため、その体積割合分布は粒度分布と同様の分布形状を示している。それに対して、混粒度小材(b), 混粒度大材(c)では粒度分布が広く、数割合としては極めて少数であった粗大粒が体積割合においては無視できないほどの割合を占めていることが確認できる。とくに混粒度大材(c)では、粒径100 μm 以上の結晶粒だけで20 vol%程度もの体積を占めるようになる。

3.2 引張特性

Fig. 5は、各試料の公称応力-公称歪曲線の全体図(i)および低歪域の拡大図(ii)であり、図中の黒矢印は各試料の降伏点を示している。公称応力-公称歪曲線(i)において、

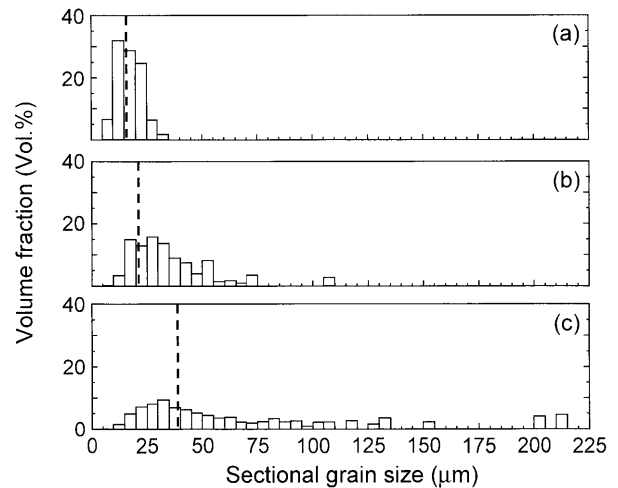


Fig. 4. Volume fraction of grains with different grain size as a function of their sectional grain size in normal-grained IF steel (a), lightly duplex-grained IF steel (b) and severely duplex-grained IF steel (c).

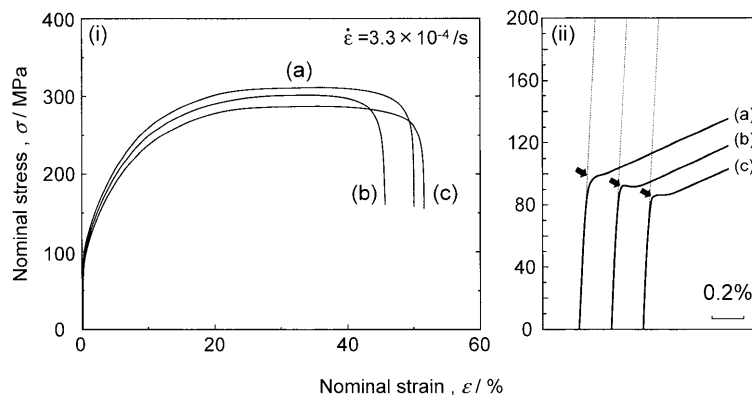


Fig. 5. Nominal stress-strain curves of normal-grained IF steel (a), lightly duplex-grained IF steel (b) and severely duplex-grained IF steel (c).

†1 視野内において最大頻度をもつ粒度番号の粒からおおむね3以上異なった粒度番号の粒が偏在し、これらの粒が約20%以上の面積を占める状態にあるもの、または、視野間において3以上異なった粒度番号の視野が存在するもの^{†4}。

†2 断面粒径とは、各結晶粒の長軸と短軸の平均の値のことであり、結晶粒を球近似した際の直径である真の粒径とは異なる。

†3 一様な結晶粒度を有する多結晶金属材料において各結晶粒の体積割合は、ある一つの断面で測定される結晶粒の面積割合に等しいことが統計的に保証されている^{†5}。そこで、本研究では観察面で測定される個々の結晶粒の断面粒径を二乗することで粒度分布をもとに体積割合分布を作成した。

Table 1. Nominal grain size and yield stress of normal-grained IF steel, lightly duplex-grained IF steel and severely duplex-grained IF steel.

	Nominal grain size (μm)	Yield stress (MPa)
Normal-grained IF steel	15	96
Lightly duplex-grained IF steel	21	92
Severely duplex-grained IF steel	38	84

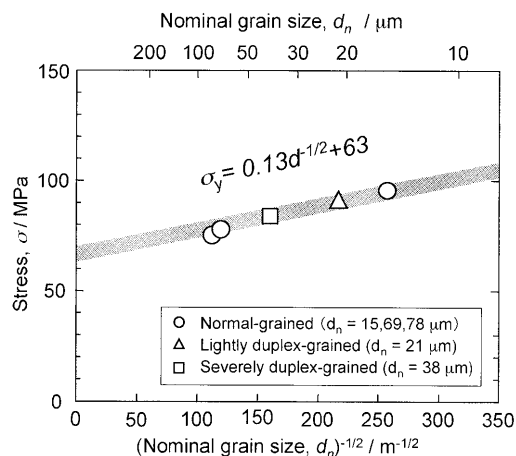


Fig. 6. Hall-Petch relationship in the normal-grained and duplex-grained IF steels.

いずれの試料も弾性変形および加工硬化を伴う均一変形を同様に示しているが、整粒材、混粒度小材、混粒度大材の順に降伏強度が低下していることがわかる。Table 1は各試料の公称粒径および降伏強度を示している。この結果をもとに各試料の降伏強度を公称粒径の平方根の逆数で整理したHall-Petchの関係をFig. 6に示す。なお、整粒材を定常粒成長させることで得られた公称粒径 $69\mu\text{m}$ 、 $78\mu\text{m}$ の整粒組織を有する比較材の結果も併せて図中に示している。IF鋼では、侵入型元素である炭素や窒素が固溶せずに炭化物や窒化物として固着されていることに起因して、Hall-Petch係数が鉄鋼材料で従来報告されている値（約 $0.6\text{MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$ ）より小さな値となっているが^{6,7)}、整粒組織、混粒組織にかかわらず、すべての供試材の降伏強度が直線で整理できており、良好なHall-Petchの関係が成立している。以上の結果から、少なくとも本研究で確認された公称粒径 $10\mu\text{m}$ 以上の範囲においては、正確に公称粒径を測定すれば混粒組織であってもその降伏強度を公称粒径から予測することができるかと結論付けられる。なお、 0.1 、 0.2 、 0.5 、 1.0% 耐力などの流動応力についても同様の整理を行ったが、低歪域における鋼種間での加工硬化に大きな差異が存在しないため、いずれの場合においても良好なHall-Petchの関係が成立することが確認された。

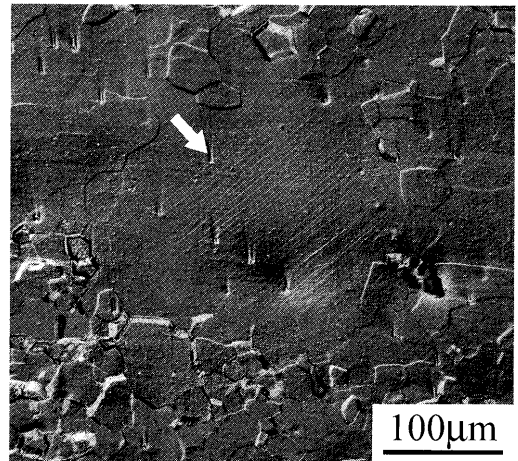


Fig. 7. Optical micrograph observed with differential interference microscope showing micro-yielding phenomenon. Specimen was loaded under the elastic limit.

3.3 IF鋼におけるミクロ降伏現象

Fig. 7は混粒度大材において降伏強度の約60%の応力（ 60MPa ）を負荷後除荷した試料について微分干渉顕微鏡により組織観察を行った結果を示す。応力-歪曲線上では弾性変形しか生じていないと判断されるにもかかわらず白矢印で示すように、試料中に複数のすべり線が生成されていることが確認できる。同様の組織観察を複数視野において行ったところ、このようなすべり線は粗大な結晶粒の内部にのみ存在しており、周辺の微細な結晶粒では観察されなかった。一般的にbcc金属の塑性変形に及ぼすシュミット因子の影響は小さいと考えられていることから⁸⁾、本鋼の場合、ミクロ降伏が粒径の大きな結晶粒で優先的に生じることを示唆している。

3.4 ミクロ降伏からマクロ降伏への遷移

一部の大きな結晶粒でミクロ降伏が生じている試料に対して、更に応力を加えていくと、未だミクロ降伏していないより小さな結晶粒でも徐々にミクロ降伏が生じていくと考えられる。つまり、本研究で用いたIF鋼のようなフェライト鋼では、試料中の結晶粒のうち結晶粒径の大きなものから連続的にミクロ降伏し、ミクロ降伏した結晶粒の体積割合が、ある臨界値を越えたとき材料はマクロ的な降伏へと遷移していくと考えられよう。そこで、Fig. 4の結果をもとに、体積割合を粒径の大きい方から累積して加算した値の変化をFig. 8に示した。このグラフにおいて、各粒径における体積割合は、その粒径よりも大きい結晶粒の総体積割合、すなわちミクロ降伏を生じている結晶粒が試料中で占める総体積割合（積分粒体積）を意味している。混粒度が大きくなるほど、より粗大側から積分粒体積の上昇が認められる。ここで注目すべき点は、混粒度によって積分粒体積の分布形状に大きな差異が生じているにもかかわらず、各試料の公称粒径における積分粒体積はおおよそ $70\sim 80\text{vol}\%$ の一定の値となっていることである。この事

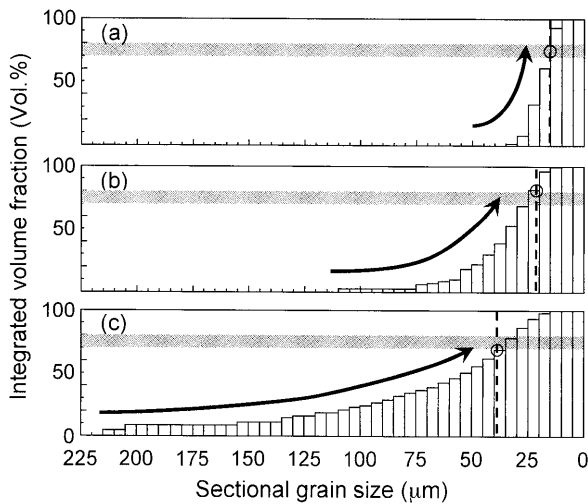


Fig. 8. Change in integrated volume fraction as a function of the sectional grain size in normal-grained IF steel (a), lightly duplex-grained IF steel (b) and severely duplex-grained IF steel (c).

実とマクロ的な降伏現象の実験結果との相関を考慮すると、ミクロ降伏した結晶粒の体積割合が70~80 vol%に達した段階で、試料は応力-歪曲線で確認できるようなマクロ降伏へ遷移すると仮定でき、本研究で用いたすべての供試材の降伏強度が公称粒径で整理できた事実をうまく説明できる。すなわち、混粒度大材のように粒径100 μm 以上の結晶粒だけで20 vol%程度の体積が占める混粒組織においても、積分粒体積が70~80 vol%になる粒径がほぼ公称粒径に対応するため降伏強度に及ぼす混粒組織の影響は小さかったと推察される。ただし、本研究結果は粒径が10 μm 以上のフェライト鋼について確認されたものであり、結晶粒径がさらに微細な領域になると異なった傾向が現れる可能性がある。とくに平均結晶粒径が1 μm 以下の超微細粒鋼においては、わずかな結晶粒径の差が大きな降伏強度の差に繋がるため、組織中の大きな粒と小さな粒のミクロ降伏挙動の差異はより顕著となる。実際に、粒径0.3 μm 以下の超微細粒組織を有するCuでは、混粒組織になることで強度が若干低下するものの延性が増大し、強度-延性バランスが大幅に改善されるとの報告がなされている⁹⁾。通常の粒径レベルでは生じ得ないこのような顕著な特性変化が生じたことは、混粒化の影響は結晶粒が微細

になるほど顕著になることを示唆している。したがって、微細粒領域における混粒組織材の公称粒径の有効性については、今後さらに広範囲での再調査を実施し、明らかにされるべき事項であろう。

4. 結言

結晶粒径が10 μm 以上のIF鋼の整粒組織、混粒組織について、降伏強度と公称粒径の関係について調査を行った結果、以下の知見を得た。

(1) 混粒組織のように粒度分布の広がり大きい試料では、観察する視野の広さや位置によって得られる公称粒径が大きく異なるので、広範囲の観察視野が必要となる。

(2) 整粒組織、混粒組織に関わらず、降伏強度と公称粒径の間に良好なHall-Petchの関係が成立することから、公称粒径を正確に測定することで降伏強度を予測することができる。

(3) 大きい粒から優先的にミクロ降伏することを考慮して積分粒体積を定義した場合、整粒組織、混粒組織に関わらず、公称粒径において積分粒体積は70~80 vol%となる。このことから、ミクロ降伏した結晶粒の総体積割合が70~80 vol%を越えたとき、マクロ的な降伏が開始すると考えられる。

最後に本稿をまとめるに当たり、実験の遂行にご協力くださった新日本製鐵(株)鉄鋼研究所・丸山直紀博士に深く感謝いたします。

文 献

- 1) N.J.Petch: *J. Iron Steel Inst.*, **174** (1953), 25.
- 2) JISハンドブック1鉄鋼I, (財)日本規格協会, 東京, 638.
- 3) S.Takaki and S.Nakamura: *CAMP-ISIJ*, **12** (1999), 362.
- 4) JISハンドブック1鉄鋼I, (財)日本規格協会, 東京, 619.
- 5) R.T.Dehoff, F.N.Rhines 著, 牛島邦夫監訳: 計量形態学, 内田老鶴園新社, 東京, (1972), 82.
- 6) Y.Kimura and S.Takaki: P. M. World Cong. and Exhibition, 1, (1998), 573.
- 7) Report of Supermetal Iron Group, JRCM, (1999), 119.
- 8) 結晶の塑性変形, (社)日本金属学会編, 丸善, 東京, (1977), 35.
- 9) Y.Wang, M.Chen, F.Zhou and E.Ma: *Nature* (London), **419** (2002), 912.