温間テンプフォーミング処理を施した超微細粒鋼の疲労特性*

長島伸夫^{*1}, 古谷佳之^{*1}, 木村勇次^{*2}, 井上忠信^{*1}

Fatigue Properties of an Ultrafine-Grained Steel Processed by Warm Tempforming

Nobuo NAGASHIMA^{*1}, Yoshiyuki FURUYA, Yuuji KIMURA and Tadanobu INOUE

^{*1} National Institute for Materials Science, 1-2-1 Sengen, Tsukuba, Ibaraki 305-0047 Japan

Giga-cycle fatigue properties were investigated for an ultrafine-grained steel processed by warm tempforming. The fatigue properties of the tempformed (TF) steel were compared with conventional tempered martensite (QT) steel. Fatigue tests were carried out at frequencies of 20Hz and 20kHz, using servo-hydraulic and ultrasonic fatigue testing machines, respectively. Both the TF and the QT steels showed surface fracture in short life regions and fish-eye fracture in long life regions. The fish-eye fracture origins were oxide inclusions comprised of Si, Mg, Ca other than Al. Difference of fatigue strength was not notable between the TF and the QT steels, i.e. the fatigue strength of the TF steel was the same as that of the QT steel.

Key Words : Ultrafine-Grained Steel, Warm Tempformig, Giga-Cycle Fatigue, Fish-Eye Fracture, Inclusion

1. 緒 言

温間テンプフォーミング（以下 TF とする）処理を施した鋼は微細なフェライト結晶粒が圧延方向に伸張した繊維状組織を有し、1500MPa 以上の引張強度でも優れた靱性^{(1),(2)}を示す。TF 鋼のシャルピー衝撃試験および静的 3 点曲げ試験後の試験片の様相は、荷重方向とほぼ垂直にき裂が分岐する Crack-arrester タイプの層状破壊（デラミネーション）が生じ、靱性の向上はその破壊形態に起因することがわかっている。その上、1500MPa の引張強度で、TF 処理した 0.6%C-2%Si-1%Cr 鋼は焼入れ焼戻し鋼に比べ優れた遅れ破壊特性を有する⁽³⁾。このような超微細繊維状フェライト結晶粒組織を有する高強度鋼がどのような疲労特性を示すのかは興味深い。また、高強度鋼では内部破壊による疲労限の消滅が生じるため、ギガサイクル域までの疲労特性調査が必要となる。

そこで、本研究では、TF 処理した 0.6%C-2%Si-1%Cr 鋼⁽³⁾ についてギガサイクル域までの疲労特性を調べた。

2. 実験方法

供試材は過去の研究^{(1),(3)}で使用したものと同一であり、P, S, O などの不純物元素を 10ppm 以下に抑えた高純度の鋼 (C:0.57, Si:1.96, Mn:0.16, Al:0.041, Cr: 1.02, N: 0.0018 (mass%)) である。また、温間テンプフォーミング処理は焼戻しマルテンサイト組織に加工を施すという加工熱処理⁽¹⁾であり、供試材の作製工程の概要は以下の通りである⁽³⁾。まず、100kg 真空溶解、熱間鍛造・圧延の工程で得た材料から切り出した 4×4×12cm のブロックに 1473K で 1h の溶体化処理、累積減面率で 55%の熱間溝ロール圧延を施した後、油冷してマルテンサイト組織を得た。ついで、マルテンサイト鋼材を 773K で 1h の焼戻し処理後、溝ロール圧延により累積減面率 76%の温間多パス圧延を行い、空冷した。この材料を TF 材と呼ぶ。サンプルはパス毎に圧延方向廻りに 90° 回転させ、圧延工程中

* 原稿受付 2012 年 1 月 18 日

^{*1} 正員, (独)物質・材料研究機構 (〒305-0047 茨城県つくば市千現 1-2-1)

^{*2} (独)物質・材料研究機構 (〒305-0047 茨城県つくば市千現 1-2-1)

E-mail: NAGASHIMA.Nobuo@nims.go.jp

の温度をコントロールするため2回のパスごとに773Kに5分間再加熱した。また、最後の2パスはサンプルの断面形状を調整するために同じ孔型に2回通過させた。したがって、パススケジュールは2-2-2-3である。比較として、TF処理材を1123Kで10min焼準した後、1153Kで30minのオーステナイト化処理・油焼入れ、773Kで1h焼戻処理・水冷した材料（以下QT材）を用意した。これらの材料に対して圧延方向をRDとし、最終パスでの荷重方向（最終圧下方向）をNDとし、RD、NDと垂直な方向をTDと定義した。これらの材料の機械的性質を表1に示す。引張強度はTF材、QT材ともに1500MPa程度であるが、降伏強度や全伸びはTF材が大きくなっている⁽³⁾。

本供試材の光学顕微鏡組織を図1に示す。TF材は溝ロール圧延により焼戻しマルテンサイト組織を圧延したため、RDに伸長した超微細繊維状結晶組織となる。表2は、透過型電子顕微鏡法、走査電子顕微鏡法、電子線後方散乱解析像法による組織解析結果とX線回折法で計測した転位密度を示す⁽³⁾。両材において、結晶方位差角が10°以上の大角粒界（HAB）の割合はほとんど同じであったが、これらのHABに関するRDおよびTDの平均切片長さ（ L_{RD} , L_{TD} ）は、QT材ではそれぞれ0.49 μm , 0.46 μm と大きな差はないのに対し、TF材では0.89 μm , 0.29 μm とフェライト粒がRDに伸長した組織となった。なお、QT材の平均切片長さは、マルテンサイト組織の強度・靱性に対する有効結晶粒径であるブロックの大きさを反映する。また、表2には示していないが特定の

Table 1 Mechanical properties of the QT and the TF samples.

Samples	Yield Strength $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile Strength σ_B (MPa)	Total Elongation (%)	Vickers Hardness
QT	1378	1575	10.3	460
TF	1464	1540	12.7	439

(a) TF sample

(b) QT sample

Fig.1 Optical microstructures of the TF and the QT samples.

Table 2 Microstructural factors for the QT and the TF samples⁽³⁾; Average prior-austenite grain size(D_γ), average intercept length for the HAB (L), number fraction of the HAB, dislocation density, and average lengths of the long-axis of the carbide particles.

Samples	D_γ (μm)	Intercept length for HAB ($\theta > 10^\circ$) L (μm)		Number fraction of HAB (%)	Dislocation density ρ (m^{-2})	Average lengths of the long-axis of the carbide particles (nm)	
		L_{RD}	L_{TD}			Transgranular	Intergranular
QT	18	0.49	0.46	87	4.6×10^{14}	27	92
TF	-	0.89	0.29	80	4.7×10^{14}	20	97

優先方位を示さないQT材に比べTF材は<110>//RDの加工集合組織（ α ファイバー）を有していた。転位密度、炭化物のサイズと分散状態は、ほぼ同等であった。すなわち、TF材とQT材はともに結晶粒径が $1\mu\text{m}$ の以下の超微細粒組織に炭化物が分散した複相組織を有するが、TF材とQT材には結晶粒の形状と集合組織に大きな違いがある。

疲労試験片採取方向は、両材とも試験片長手方向をRD方向から採取した。疲労試験は、主に表面破壊となる高応力・低寿命域を油圧サーボ式疲労試験機により繰り返し速度20Hzで実施し、主に内部破壊となる低応力・長寿命域を超音波疲労試験機により20kHzで実施した。超音波疲労試験は繰り返し速度が極端に速いが、内部破壊では妥当な結果が得られることが過去の研究で明らかになっている⁽⁴⁾。また、超音波疲労試験の場合には試験片の発熱を抑えるために冷風（約5℃）を吹き付けて試験片を空冷すると同時に、必要に応じて間欠試験も行った。試験片形状は共通とし、最小部直径が3mm、試験部のRが31mmの砂時計型で試験部の最終仕上げは軸方向に1200番のペーパー仕上げとした。これらの疲労試験は室温大気中、応力比 $R=-1$ で実施した。疲労試験後の破面は光学顕微鏡と電解放射型走査電子顕微鏡（FE-SEM）を用いて観察し、内部破壊の場合には、起点となった介在物の構成元素をFE-SEMに付属しているエネルギー分散型X線分析装置（EDX）で分析した。

3. 実験結果と考察

疲労試験結果を図2に示す。図中オープンマークが油圧サーボ試験機による結果、ソリッドマークが超音波疲労試験機による結果である。内部破壊した結果にはダッシュマーク（\）を付している。後述する破面観察に示す通り、内部破壊の起点は全て酸化物系の介在物である。超音波疲労試験の際、QT材は空冷のみの連続試験が可能であったが、TF材は発熱が生じたため、間欠試験を実施した。油圧サーボ試験による高応力側の疲労試験結果は、TF材では全て表面破壊であるのに対し、QT材では $\sigma_a=900\text{MPa}$ で破断した試験は2本とも内部破壊である。これは、QT材の方で引張強度が若干高いためと考えられる。超音波疲労試験による低応力側の疲労試験結果は、QT材では $\sigma_a=850\text{MPa}$ および 825MPa で内部破壊し、 800MPa と 700MPa で一本ずつの試験片が 10^{10} 回で未破断となった。TF材では $\sigma_a=825\text{MPa}$ および 800MPa で一本ずつの試験片が内部破壊し、 850MPa と 750MPa で一本ずつの試験片が 10^{10} 回で未破断となった。これらの結果は、TF材とQT材の疲労強度が同等であることを示している。

図3にQT材の油圧サーボ試験で内部破壊した破面の起点付近の様相を示す。同図は 3.56×10^5 回で破断した試験片の起点部を拡大したマッチング写真である。起点となった介在物の大半は破面の片方に付着しており、他方には介在物が抜け落ちた穴と残存した介在物の一部が残っている。起点となった介在物の寸法は $20\mu\text{m}$ 程度で、EDX分析ではAlの他にSi, Mg, Caが検出された。従って、Alを主成分とする典型的な酸化物系介在物である。

Fig.2 S-N diagrams of the TF and the QT samples.

Fig.3 Fractographs of a QT sample ended in fish-eye fracture. (Servo-hydraulic, $\sigma_a = 900$ MPa, $N_f = 3.56 \times 10^5$ cycles)

Fig.4 Fractographs of a TF sample ended in fish-eye fracture. (Ultrasonic, $\sigma_a = 800$ MPa, $N_f = 7.20 \times 10^8$ cycles)

Fig.5 Fractographs of a QT sample ended in fish-eye fracture. (Ultrasonic, $\sigma_a = 850$ MPa, $N_f = 1.65 \times 10^8$ cycles)

この破面には、介在物の周囲に凸凹した領域が観察されない。すなわち、ODA⁽⁵⁾は認められない。これは破断繰返し数が少ないためであり、ODA は 10^7 回以上で内部破壊した場合に明瞭となる傾向がある。内部破壊した QT 材の他の 1 本の試験片の破面も同様の様相を呈し、介在物の寸法も同程度であった。図 4 と 5 に超音波疲労試験で内部破壊した破面の起点付近の様相を示す。この場合もマッチング写真である。図 4 は TF 材の $\sigma_a = 800$ MPa で破断した試験片の破面様相であるが、起点は $24\mu\text{m}$ の介在物であり、介在物は破面の両側に残っている。EDX 分析の結果、この介在物は Al, Si, Mg, Ca が検出された。すなわち、油圧サーボ試験の QT 材の内部破壊起点と同じ介在物である。また、介在物の周囲には凸凹した領域が認められる。凸凹した領域は両側の破面でよく対応しているため、これらは ODA と考えられる。この場合、ODA を含めた起点部の寸法は $31\mu\text{m}$ である。TF 材の

$\sigma_a=825\text{MPa}$ で内部破壊した試験片も、起点部に同様の介在物が存在し、介在物周りに ODA が観察された。図 5 は QT 材の $\sigma_a=850\text{MPa}$ で破断した試験片の破面様相である。起点となった介在物の寸法は $29\mu\text{m}$ 程度で、EDX 分析の結果、他の内部破壊起点の介在物と同じ成分であった。また、介在物の周囲には ODA が認められた。QT 材の $\sigma_a=825\text{MPa}$ で内部破壊した試験片においても、介在物と ODA が観察された。これらの結果から、破面様相についても TF 材と QT 材で特筆すべき違いは認められなかった。

以上のように、本研究では TF 材と QT 材はほぼ同等の疲労強度を示した。また、ODA の様相についても相違は認められなかった。TF 材は強い α ファイバーを有する超微細組織フェライト粒組織を活用し、QT 材に比べ降伏強度、全伸び、靱性、遅れ破壊特性を向上させた。特に、TF 材では層状破壊を活用することで靱性の著しい向上が図られたが、一方ではその組織的特徴が疲労特性を低下させる懸念があった。しかし、実際には疲労強度の低下は認められず、通常の焼戻しマルテンサイト鋼と同等の疲労強度を発揮した。今後、様々な強度レベルにおける TF 材を作製し、疲労特性について検討することが必要である。

4. 結 語

本研究では 0.6%C-2%Si-1%Cr 鋼の温間テンプレフォーミング材について 10^{10} 回のギガサイクル疲労試験を実施し、通常の焼戻しマルテンサイト材との比較を行った。得られた結果は以下のとおりである。

(1) TF 材と QT 材のいずれの材料も高応力・低寿命域では表面破壊、低応力・長寿命域では内部破壊となり、疲労限は認められなかった。また、いずれの材料も内部破壊の起点は酸化物系介在物であった。

(2) TF 材と QT 材はほぼ同等の疲労強度を示し、いずれの材料でも ODA が観察された。従って、TF 材は通常の QT 材と同様の疲労特性を示すことが明らかとなった。

文献

- (1) Kimura, Y., Inoue, T., Yin, F., and Tsuzaki, K., "Delamination toughening of ultrafine grain structure steels processed through tempforming at elevated temperatures", *Iron and Steel Institute of Japan(ISIJ) International*, Vol.50, No.1(2010), pp.152-161.
- (2) Inoue, T., Kimura, Y., and Ochiai, S., "Static fracture toughness of fail-safe steel", *Scripta MATERIALIA*, Vol.65(2011), pp.552-555.
- (3) Nie, Y., Kimura, Y., Inoue, T., Yin, F., Akiyama, E., and Tsuzaki, K., "Hydrogen embrittlement of 1500 MPa tensile strength level steel with an ultrafine elongated grain structure", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol.43(2012), pp.1670-1687.
- (4) Furuya, Y., Matsuoka, S., Abe, T. and Yamaguchi, K., "Gigacycle fatigue properties for high-strength low-alloy steel at 100 Hz, 600 Hz, and 20 kHz", *Scripta MATERIALIA*, Vol.46(2002), pp.157-162.
- (5) Murakami, Y., Nomoto, T. and Ueda, T., "Factors influencing the mechanism of superlong fatigue failure in steels", *Fatigue. Fracture Engineering Materials & Structures*, Vol.22(1999), pp.581-590.