論文

低炭素鋼板の延性に及ぼす固溶炭素および
セメンタイトの影響

竹林 重人* 片山 知久** 潮田 浩作***

阿部 義男**** 臼田 松男***

Effects of Carbon in Solid Solution and Cementite Density on Ductility of
Low-Carbon Al-Killed Steel Sheet

Shigeto TAKEBAYASHI*, Tomohisa KATAYAMA**, Kohsaku USHIODA***,

Yoshio R. ABE**** and Matsuo USUDA***

(Received on August 13, 2009)

A systematic study on the effects of solute carbon and cementite density on ductility was conducted in low-carbon Al-killed steel with 0.022 mass% C. The results obtained are as follows; 1) Total elongation was impaired by the presence of solute carbon. The deterioration is mainly caused by a decrease in local elongation; however, uniform elongation is hardly affected by solute carbon. The dynamic strain aging due to solute carbon is considered to impair local elongation, because necking is promoted by local softening when strain rate increases locally. 2) Total elongation is impaired by the presence of intragranular cementites, but is hardly affected by grain boundary cementites. Uniform elongation decreases clearly with increasing density of intragranular cementites, which is caused by a significant increase in yield strength. Furthermore, since intragranular cementites form voids, they may impair local elongation due to ductile fracture. However, when their density becomes high, in other words, they become significantly small, a slight improvement in local elongation is observed. Grain boundary cementites have no effects on the tensile properties of low-carbon Al-killed steel within the scope of the present study.

Key words: sheet rolling, tension test, solute carbon, intragranular cementite, grain boundary cementite.

1. 緒言

薄鋼板は自動車や家電などのパネル部材や構造部材に使用されるため、薄鋼板には優れた成形性が要求される。したがって、薄鋼板の延性はきわめて重要な指標となる。

最近、地球環境保全と安全の両立という社会要請に応えるため、高強度鋼板のニーズが増大している。高強度鋼板の基本構成組織は軟質なフェライトおよび硬質なベイナイトやマルテンサイト組織から成っている。DP (Dual Phase) 鋼のようにこれらの組織を複合して利用する場合も多い。また、成形性に関しても、通常の張出し性だけでなく、穴広げ性や曲げ性が要求されるので、引張試験の一樣伸びだ

けでなく最高荷重から破断に至るまでの局部伸びも重要となる。

本研究では、上記の組織のうち最も基本となるフェライト単相組織に焦点を絞り、その延性に及ぼす炭素の影響を定量的に解明することを目的とした。転位密度が極めて低いフェライト組織は軟質鋼板の主な組織となる。一方、高強度鋼板においても、フェライト組織は延性を支配する重要な組織となる。すなわち、フェライトを含む複合組織鋼板では、フェライトが延性を担うからである。また、硬質のベイナイトやマルテンサイトも、高転位密度なラス状フェライト組織であり、炭素が微細鉄炭化物として析出あるいは固溶している。これらの組織は転位密度や結晶粒の形状がポリゴナルフェライトと大きく異なるが、硬質組織の延性を制御する上で、ポリゴナルフェライト組織における延性に及ぼす炭素の影響は極めて重要な情報となる。低炭素鋼板の延性支配因子については、従来から多くの研究がある^{1)~5)}。特に炭素の影響については、薄鋼板の連続焼鈍プロセスの開発と関連して過去に精力的に多くの研究がな

* 大阪大学大学院 基礎工学研究科 〒560-8531 豊中市待兼山町 1-3
Graduate School of Engineering Science, Osaka University, Machikaneyama,
Toyonaka, Osaka, 560-8531, Japan.

**新日本製鐵㈱ 名古屋支店 〒450-0003 名古屋市中村区名駅南 2-13-18
Nagoya branch office, Nippon Steel Corp., 2-13-18 Meiekinami,
Nakamura-ku, Nagoya, 450-0003, Japan.

***新日本製鐵㈱ 技術開発本部 鉄鋼研究所 〒293-8511 富津市新富 20-1
Bureau of technical research and development, Steel Laboratories, Nippon
Steel Corp., 20-1 Shintomi, Futtsu, 293-8511, Japan.

****金沢大学 理工研究域 機械工学系 〒920-1192 金沢市角間町
School of Mechanical Engineering, College of Science and Engineering,
Kanazawa University, Kakuma, Kanazawa, 920-1192, Japan.

された。阿部らは、固溶炭素は動的ひずみ時効により局部伸びを低下させ、一方、粒内の微細鉄炭化物は一樣伸びを著しく低下させると報告している¹⁾。固溶炭素の局部延性への影響については、他にも同様の報告例がある^{2), 3)}。粒内セメンタイトの一樣伸びへの影響についても、同様に他の報告例がある^{3), 4)}。延性に及ぼす上記以外の支配因子として、結晶粒径^{5), 6)}、置換型固溶元素⁷⁾、結晶方位²⁾、の観点から研究がされている。

低炭素鋼の延性に及ぼす炭素の影響については上に述べたように従来から多くの研究があるが、固溶炭素量やセメンタイト密度（結晶粒界、結晶粒内）を系統的に大きく変化させ定量的に研究した例は少ない。さらに、最近の伸びフランジ性や穴広げ性に対するニーズを考慮して、伸びについても全伸びだけでなく、全伸びを一樣伸びと局部伸びにそれぞれ分けて支配因子を解析することも、本研究の特徴とした。

2. 試料及び実験方法

2.1 試料

Table1 に示す化学組成の低炭素鋼を素材として、実験設備により熱間圧延（スラブ加熱温度：1184℃、仕上温度：900℃、巻き取り温度：735℃）、酸洗および冷間圧延（圧下率：70%）を行い、板厚 0.8mm の冷延板を作製した。

Table 1 Chemical compositions of the steel used (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Al	N
0.022	0.013	0.18	0.0006	0.004	0.060	0.0018

その後、実験室にて施した熱処理パターンを Fig.1 および Fig.2 に示す。Fig.1 の処理により固溶炭素量を 0.8ppm(S1)～67.1ppm(S8)まで変化させた試料を作製した。ただし、残りの炭素は結晶粒内にセメンタイトとして析出させたが、その密度は同じ ($3.7 \times 10^{11}/\text{m}^2$) となるように制御した。また、Fig.2 の処理により、セメンタイト密度を系統的に変化させた材料を作製した。なお、セメンタイトのサイズあるいは体積分率は固溶炭素量に応じて若干異なる。Fig.2 a-1) および a-2) の熱処理により、結晶粒内のセメンタイト密度を $0.74 \times 10^{11}/\text{m}^2$ (IG1)～ $5.01 \times 10^{11}/\text{m}^2$ (IG10) まで変化させ、固溶炭素量を共通してゼロにした試料を作製した。すなわち、過飽和な固溶炭素は時効処理により結晶粒内に MnS を核としてセメンタイトが析出する⁸⁾。良く知られているように、セメンタイト密度は過飽和炭素量と時効時間により変化させることができる。角を出した板状をしているので評価が難しいが、そのサイズはおよそ $0.2 \sim 0.8 \mu\text{m}$ であった。また、Fig.2 b) の熱処理により、結晶粒界単位長さ当りの粒界セメンタイト密度を $6.6 \times 10^5/\text{m}$ (GB1)～ $12.8 \times 10^5/\text{m}$ (GB4) まで変化させ、固溶炭素量をゼロとした試料も作製した。すなわち、固溶炭素を多量に含む試料を、所定の温度まで徐冷し保持することにより結晶粒界に優先的にセメンタイトを析出させることができる。さらに、空冷終点、保持温度を変化させることでセメンタイト密度が変化する。

Fig. 1 Heat-treatment for specimens with various amounts of solute carbon. WQ, AC and FC abbreviate water quench, air cooling and furnace cooling, respectively

Fig. 2 Heat-treatment patterns for specimens with various cementite densities. The patterns in a1), a2) are for specimens with intragranular cementites and b) for specimens with grain boundary cementites, respectively. Each treatment was followed by the aging sequence shown in c)

また、これらの試料の結晶粒径は、炭素の存在状態にかかわらず約 $20 \mu\text{m}$ であった。

2.2 実験方法

固溶炭素量は、内部摩擦法により決定した。その際、スネークピーク高さから固溶炭素量 (ppm) への換算係数には、成分の影響を考慮した⁹⁾。

セメンタイト密度 (結晶粒内、結晶粒界) は、ピクラーエッチによりセメンタイトを現出させた試料を用いて、光学顕微鏡写真 (1000 倍) から決定した。また、結晶粒内に微細なセメンタイトが密に析出している材料は、セメンタイトの抽出レプリカ写真も併用して精度と信頼性の向上を図った。抽出レプリカで得られたセメンタイト密度と光学顕微鏡で得られた密度との間には 6 つの試料において約 2:1 の強い相関があることを確認したが、本報告では光学顕微鏡を用いて簡便的に決定したセメンタイト密度を用いた。

熱処理ままの試料を引張試験に供するとリューダース伸びが発生するため、降伏強度の評価にはばらつきが生じる。したがって、伸び率が約 1.5% の調質圧延を施しリューダース伸びを消した。しかし、降伏強度にはばらつきがあり予想より大きく外れた場合がある。そのようなデータは、参考値として (●) で表示した。引張試験は、JIS5 号試験片を用いて、0.01m/min のクロスヘッド速度 (ひずみ速度: $3.3 \times 10^{-3}/s$) で実施した。降伏強度は塑性ひずみ 0.2% の耐力とした。また、固溶炭素を含む試料は、引張試験以外は冷凍庫に保管しひずみ時効の影響を極力防止するよう注意した。

3. 実験結果及び考察

3.1 固溶炭素量と引張特性

固溶炭素と伸びの関係を Fig.3 に示す。固溶炭素量の増加にともない全伸びが低下している。均一伸びはほぼ一定であり、局部伸びの低下が全伸び低下の原因である。

Fig. 3 Influence of solute carbon on total, uniform and local elongation

Fig. 4 Influence of solute carbon on tensile and yield strength

Fig. 5 Influence of solute carbon on n value

また、固溶炭素と強度、および n 値の関係を各々 Fig.4 および Fig.5 に示す。Fig.4 に示すように、固溶炭素量の増加にともない降伏強度も引張強度も増加するが、増加分は引張強度の方が大きい。このことは、固溶炭素が加工硬化を増大させていることを示唆している。事実、Fig.5 に示すように、2%ひずみから一様伸びまでの $\ln(\sigma) - \ln(\epsilon)$ の傾きから求めた n 値はばらつきがあるものの固溶炭素量とともに増加する傾向を確認した。阿部らは、Fe-C 合金を用いて既に同様の報告をしている¹⁾。すなわち、固溶炭素を多量に含む鉄では全伸びが低下し、これは主として局部伸びの低下に対応することを明らかにした。しかし、固溶炭素量が増加しても一様伸びはほぼ一定であることや、 n 値がやや増加することは言及していない。さらに阿部らは、この局部伸びの低下は変形中に生じる動的ひずみ時効に起因し、ひずみ速度 $10^{-2}s^{-1}$ 程度での室温引張でもこの現象による全伸びの低下が現れることを実証している。本研究においてはひずみ速度が上記の値より遅い $3.3 \times 10^{-3}s^{-1}$ であるので、

阿部らの報告と同様に固溶炭素による局部伸びの低下は動的ひずみ時効が原因である可能性が高い。すなわち、局部的にくびれが始まるとその部分ではひずみ速度が増加し動的ひずみ時効の条件から外れるため軟化する。その結果、ひずみがくびれ部に局在化し破断にいたるため、固溶炭素が存在すると局部延性が低下したものであると思われる。このような現象は、次式(1)からも理解できる。すなわち、変形中の動的ひずみ時効は右辺第二項を負にする結果、固溶炭素の存在は塑性不安定を促進するものと推察した¹⁰⁾。

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \frac{\partial\sigma}{\partial\varepsilon} + \frac{\partial\sigma}{\partial\dot{\varepsilon}} \frac{\partial\dot{\varepsilon}}{\partial\varepsilon} + \frac{\partial\sigma}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial\varepsilon} + \frac{\partial\sigma}{\partial M} \frac{\partial M}{\partial\varepsilon} \quad (1)$$

ここで、 σ ：応力、 ε ：ひずみ、 $\dot{\varepsilon}$ ：ひずみ速度、 T ：温度、 M ：Taylor 因子、である。引張試験中の動的ひずみ時効は、変形中の転位の移動速度と炭素の拡散がほぼ一致する時に生じる現象であり、降伏強度よりむしろその後の加工硬化を大きくし、その結果引張強度が増加することが知られている¹¹⁾。本研究結果は、上記の従来知見と一致するものである。したがって、固溶炭素を含む鋼板の引張変形挙動には、動的ひずみ時効が大きく関与することが本研究においても明らかとなった。

3.2 セメント密度と引張特性

セメント密度と伸びとの関係を Fig.6 に示す。図から明らかなように、全伸びはセメントを結晶粒内に析出させた場合より、結晶粒界に析出させた場合の方が向上する。セメントを結晶粒界に析出させた場合には、セメント密度の全伸びへの影響は小さい。したがってこの場合を基準と考えると、結晶粒内にセメントを析出させると、一様伸びは密度の増加と共に著しく低下することが明らかである。

Fig. 6 Influence of both grain boundary and intragranular cementite densities on total, uniform and local elongation

また、局部伸びは結晶粒内セメントの存在により低下するが、密度の影響は大きくない。しかし、密度の増加とともに局部延性はわずかに上昇する傾向が見える。

セメント密度と強度特性の関係を Fig.7 に示す。セメントを結晶粒界に析出させた場合と比較して、結晶粒内に析出させると降伏強度も引張強度も高くなる。本研究の範囲内で粒界セメント密度を増加させても、降伏強度への影響はきわめて小さいものの、引張強度はわずかに増加する。結晶粒内セメントの密度を増加させると降伏強度が著しく増加する。さらに、引張強度も増加するが、その増加分は降伏強度と比較して小さい。セメント密度と n 値との関係を Fig.8 に示す。 n 値は、粒界にセメントを析出させた場合を基準に考えると、粒内セメントの密度の増加とともに著しく低下する。これは、Fig.6 に示したセメント密度と一様伸びの変化と良い対応を示す。以上の傾向、特に結晶粒内セメント密度の一様伸びへの影響は、過去の知見と一致する^{1), 3), 4)}。

Fig. 7 Influence of both grain boundary and intragranular cementite densities on tensile and yield strength

Fig. 8 Influence of both grain boundary and intragranular cementite densities on n value

従来の研究においてはセメンタイトの析出場所 (粒界, 粒内) や密度が一樣伸びに及ぼす定量的な報告例は見当たらず, また, 局部伸びへのセメンタイト析出場所やその密度の影響については報告例も無く, 本研究はこれらについて新知見を与えた意義がある。

結晶粒界にセメンタイトが析出すると, 引張試験時にセメンタイト近傍に応力が集中し, その結果 粒界セメンタイト周辺でのボイド形成による局部延性の低下が予想される。しかし, 実際には Fig.6 に示したようにこのような傾向は見られなかった。炭素濃度が本研究のように 0.02% と低い場合には粒界セメンタイトの影響は極めて小さいものと考えられる。また, 粒界セメンタイト密度増加によるわずかな引張強度の上昇については更なる検討が必要である。

次に, 結晶粒内セメンタイトの影響について議論する。結晶粒内のセメンタイトは, TEM による抽出レプリカ観察を実施した結果, 既に報告があるように MnS を析出核にヒトデ状に密に析出していた⁸⁾。そのサイズ (長さ) と分布間隔は形状を考慮すると評価は容易ではなくばらつきをもつが, 例えば Fig.2 の試料 IG3 の場合にはそれぞれ約 $0.8\mu\text{m}$ と $1.5\mu\text{m}$ であり, 試料 IG9 では約 $0.3\mu\text{m}$ と $0.7\mu\text{m}$ であった。このようなサイズの粒内セメンタイトは Orowan 機構に基づく粒子分散強化により降伏強度を著しく増加させたものと考えられる。一方, 引張強度は粒内セメンタイト析出により若干増加しているが, 降伏強度のようにその増加は著しくない。その結果, 結晶粒内セメンタイト密度の増加は著しく一樣伸びを低下させたものと思われる。

上記のような粒内セメンタイトは, そのサイズは小さいが密度が高いため延性破壊の原因になると思われる。すなわち, 粒内セメンタイトの周辺にボイドが形成され, 隣接するセメンタイト周辺のボイドと合体・成長して延性破壊に至ったと理解できる。したがって, Fig.6 に示されるように, 粒内セメンタイト析出によって, 局部伸びが著しく低下したと思われる。しかしながら, セメンタイトの体積分率が一定のもとで密度がさらに増加すると, 1 個当りのセメンタイトサイズがより小さくなりその周囲でのボイド形成能力が低下し, Fig.6 に見られるように粒内セメンタイト密度の増加による局部延性のわずかな上昇傾向が見られるのではないかと考えられるが, 詳細は今後の課題である。粒界セメンタイトはサイズが大きいためボイド形成能は大きいと予想されるが数が少ないので合体・成長が困難なため, 延性破壊の主な原因にならなかったものと考えた。

4. 結 言

0.022%炭素のアルミニウムキルド冷延鋼板を用いて, 引張試験時の伸びに及ぼす固溶炭素及びセメンタイト密度 (結晶粒界, 結晶粒内) の影響を系統的に調査した。結果を以下にまとめる。

- 1) 固溶炭素量が増加すると全伸びが低下する。この全伸びの低下は局部伸びの低下が原因であり, 一樣伸びは固溶炭素の影響をほとんど受けない。
- 2) 固溶炭素の増加にともなう局部伸びの低下は, 引張試験中の動的ひずみ時効が原因である。すなわち, くびれがはじまると, ひずみ速度が増加し局所的に軟化が生じひずみがさらに局在化するためくびれが進行したと考え

られる。

- 3) 固溶炭素の存在による動的ひずみ時効の発生は, 降伏強度より引張強度を著しく増加させたことから明らかである。すなわち, 固溶炭素は加工硬化を増大させることを確認した。
- 4) 結晶粒内セメンタイトの存在により, 全伸びは著しく低下した。一方, 結晶粒界セメンタイトの延性への影響は殆どない。粒内にセメンタイトが存在すると一樣伸びも局部伸びも低下する。一樣伸びは粒内セメンタイト密度の増加とともに著しく低下する。しかしながら, 局部伸びは密度の増加にともない, わずかに上昇した。
- 5) 粒内セメンタイトは Orowan 機構により降伏強度を著しく増加させるが引張強度の上昇は小さいため, 一樣伸びは粒内セメンタイト密度とともに低下したと推察した。また, 粒内セメンタイトはボイドの生成・成長機構による延性破壊の原因にもなるので, 局部伸びを低下させたと考えた。しかし, サイズの減少にともないボイド形成能力が低下するので密度が増えても局部伸びはむしろ向上すると推察した。一方, 粒界セメンタイトは, 実験範囲内で引張特性に殆ど影響しないことが明らかとなった。今後は, 固溶炭素や結晶粒界及び結晶粒内に存在するセメンタイトが延性破壊に及ぼす影響について, 詳細に解析し, 機構を解明する必要がある。また, 研究にあたって御指導いただいた大阪大学大学院基礎工学研究科 尾方成信教授に感謝いたします。

参 考 文 献

- 1) Abe, M., Kokabu, Y., Arai, N. & Hayami, S.: J. Japan Inst. Metals, **45** (1981), 942-947.
- 2) 水沼晋・山口重裕・阿部光延・速水哲博: 鉄と鋼, **66** (1980), 221-230.
- 3) Katayama, T., Ushioda, K. & Takita, M.: Advanced Technology of Plasticity, **3** (1990), 1361-1368.
- 4) Takahashi, N., Abe, M., Akisue, O. & Katoh, H.: Metallurgy of Continuous-Annealed Sheet Steel, ed. by B. L. Bramfit and P. L. Mangonon, Jr., Met. Soc. AIME, Pennsylvania, (1981), 51-55.
- 5) 戸田健三・権藤永・武智弘・阿部光延・上原規正・小宮邦彦: 鉄と鋼, **61** (1975), 2363-2374.
- 6) Tsuji, N., Ito, Y., Saito, Y. & Minamino, Y.: Scripta Mater., **47** (2002), 893-899.
- 7) Leslie, W.C., Williams, G.B. & Hulton, D.S.: JISI, **198** (1961), 21-29.
- 8) Kawasaki, K. & Katoh, H.: J. Japan Inst. Metals: **49** (1985), 928-935.
- 9) Saitoh, H., Yoshinaga, N. & Ushioda, K.: Acta Materialia, **52** (2004), 1255-1261.
- 10) Backofen, W.A.: Deformation Processing, (1972), 201-208, Addison-Wesley Publishing Company.
- 11) Leslie, W.C.: The Physical Metallurgy of Steels, (1981), 90-94, Hemisphere Publishing Corporation.