

超微細粒組織を有する二相鋼の 創製とその疲労強度に関する研究

生水 雅之¹

要旨：本研究では、低炭素鋼に対し冷間加工および焼鈍処理を施し、結晶粒径 $1.1\mu\text{m}$ の超微細組織を有するフェライト相およびマルテンサイト相より成る二相鋼を創製した。次に繰返し周波数 20kHz の超音波疲労試験機を用いて、得られた二相鋼に対して曲げ疲労試験を行い、市販 SCM 鋼の試験結果との比較・検討を行った。また疲労き裂の発生・進展形態について光学顕微鏡および走査電子顕微鏡を用いて観察を行った。得られた結果は以下のようにまとめられる。(1) 低炭素鋼の二相域温度での焼入処理後、断面減少率 58% の冷間圧延を施し、さらに A_1 点 (978K) 以下の温度で焼鈍および水冷処理を行うことにより、結晶粒径 $1.1\mu\text{m}$ の超微細組織を有する二相鋼を創製した。(2) 超微細粒二相鋼の疲労限度および時間強度は SCM435 鋼相当であった。また繰返し回数 10^8 において疲労限度の低下は認められなかった。(3) き裂の進展は主き裂の他に複数の微視き裂が観察された。また疲労破面には伸長形ディンプルと擬劈開割れが多く見られ、粒界割れはほとんど見られなかった。

キーワード：超微細粒，二相鋼，疲労試験，疲労強度，疲労き裂，有限要素解析

1. はじめに

平均結晶粒径 $1\mu\text{m}$ 未満の超微細粒組織を有する鋼材や結晶粒径数十 nm のナノ結晶組織を有する金属材料がバルク形状で得られるようになってきている¹⁾²⁾。それらはバルクナノメタルと呼ばれ盛んに研究が行われている。一般に強加工によって形成される超微細粒組織は、連続再結晶や動的回復と呼ばれる結晶粒の分断や転位の回復を基本に形成されるため、加工状態に依存した強い集合組織を有することになる。このため超微細粒鋼材の強度、延性および靱性を評価する上で、結晶粒の形態と方位に着目した検討を行うことは大変重要である。一般に鋼は結晶粒径を微細化することで降伏強度および引張強度などの機械的特性が向上する。結晶粒径の微細化は合金元素に依存せずに鋼材に優れた強度と被加工性を与えることができるため、コスト、リサイクルの面で有利であり、耐疲労特性も向上する³⁾。機械部品の破損の 80% 以上は疲労が原因であり、耐疲労特性が向上する結晶粒微細化法は今後有力な手法である。しかしながら、結晶粒径の微細化と耐疲労特性の向上との関係には明確になっていない点が多くある。近年、井上ら⁴⁾⁵⁾は塑性加工プロセスによって結晶粒の形態（粒径と粒形）と方位を制御し、層状破壊を意図的に発現させることで、低・中炭素低合金鋼の強度-靱性バランスを飛躍的に向上させることに成功している。これは高強度化によってより顕在化する脆弱面を逆利用して、まず微視き裂を生じさせその後成長した主き裂の周辺に多数の微細き裂を

同時多発的に発生させることで、主き裂先端の応力を緩和し力を分散させた応力遮蔽効果（破壊駆動力を低下させる）と共に、材料自体が完全に壊れない方向に主き裂を誘導することを材料設計の中心に据えたものである。

そこで、本研究ではまず結晶粒径約 $1\mu\text{m}$ の二相組織（フェライト+マルテンサイト）をする超微細粒鋼の創製に取り組んだ。次に得られた二相鋼に対して疲労試験を行い、疲労強度特性を把握するとともに、SEM を用いて疲労き裂の発生・進展特性について検討を行った。疲労試験には超音波疲労試験機を用い実験時間の短縮をはかった⁶⁾⁷⁾。また SEM による破面の観察も併せて行った。

2. 実験方法

2. 1 冷間圧延による材料創製

供試材には $0.094\text{C}-2.95\%\text{Mn}-0.021\%\text{Nb}$ の低炭素鋼を使用した。まず直径 50mm 、長さ 600mm の丸棒材に対して、 1423K および 1173K でそれぞれ熱間鍛造を行った後、変態点測定試験を行い得られた二相域温度 998K で 1h 保持後水冷処理を行った。次に冷間圧延を行い減面率 58% の角棒とした後、ソルトバス中で $848\text{K} \times 0.17\text{h}$ 保持後水冷処理を行った。また比較材として大気炉中で $923\text{K} \times 12\text{h}$ 保持後水冷処理を行い、結晶粒を粗大化させた試料も作製した。一連の熱履歴線図をまとめて Fig. 1 に示す。また試験片は Fig. 2(a) に示す形状にワイヤー放電加工を行い作製した。その後表面加工層除去のため湿式研磨を #2000 まで施した後、過塩素酸および酢酸を 1:9 (体積比) とした混合液中で電解研磨を行い実験に供した。

1 舞鶴工業高等専門学校 機械工学科 教授

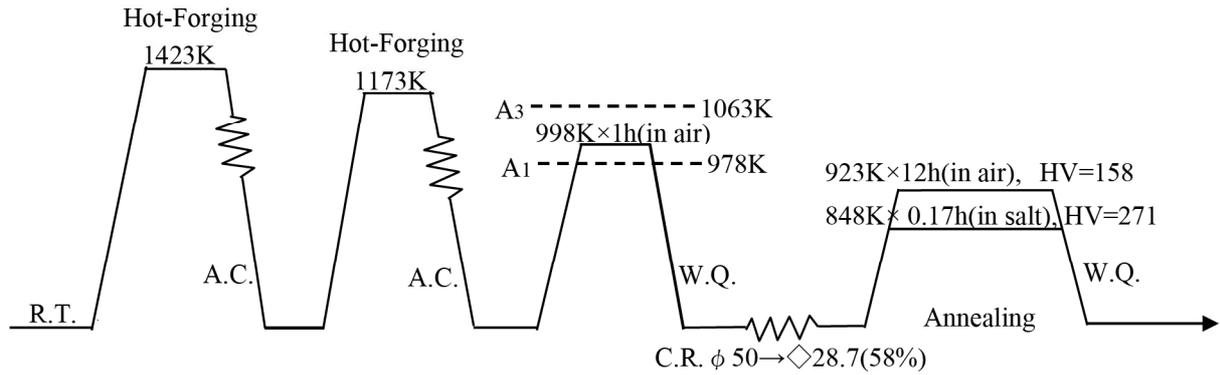


Fig. 1 Diagram of thermal history

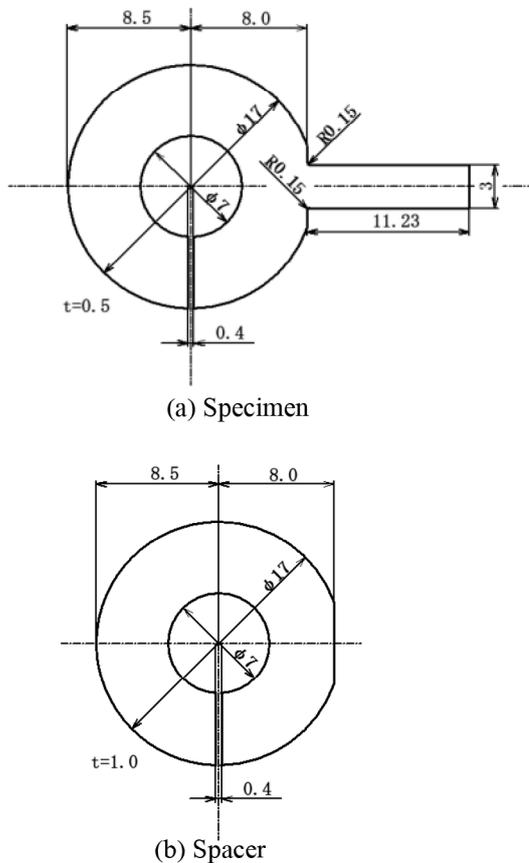


Fig. 2 Shape and dimensions of specimen, in mm

2. 2 有限要素法による応力・変位解析

解析には Solid Works(2010 SP3.1)を用い、解析条件は2次三角形シェル要素、総節点数および総要素数はそれぞれ 10270 点および 5009 個である。Fig. 2(a)に示す試験片の梁部の長さは、変位振幅を実測するために十分な長さを確保することが必要である。本研究では3次モードを用い、有限要素解析に基づき20kHzで共振を発生する梁部の長さを11.23mmと決定した。

2. 3 超音波疲労試験

実験には島津製作所(株)製の超音波疲労試験機 USF-2000 を用いた。応力比 $R=-1$ 、周波数 20kHz である。変位振幅が最大となる固定棒最下端部に薄板試験片を Fig. 2(b)に示すスペーサを2枚介して挟み

込み、試験片固定部の直線部と押さえ板の直線部分が平行かつ同一面になるように接着剤で予め固定した。これら自作ねじで固定棒最下端部に取付け直線状に完全固定し一端が完全固定、他の一端を自由端とした片持ち梁の状態とした。試験装置の構成を Fig. 3 に示す。固定端を 20kHz で加振させることで曲げモードの共振状態を発生させた疲労試験を行った。秋庭ら⁸⁾の試験片取付け位置がホーンと固定棒の間であるのに対して、本研究では固定棒最下端部となっている。これは Fig. 3 に示す X-Y ステージを移動させる際、レーザ変位計のセンサヘッド部が固定棒に接触し測定不能となるため最下部に移動させる工夫を行っている。実験はまず超音波疲労試験機のアンプ出力 10% で予備加振し、その際に生じる試験片梁部の自由端の変位をレーザ変位計により測定する。その変位と有限要素解析による変位を比較して、両者の差異を $\pm 0.5\mu\text{m}$ 以内に制御した後、試験応力に相当するアンプ出力を疲労試験機に入力し加振した。次に実験中は、梁の自由端における変位振幅をパソコンに取り込み監視を行った。疲労き裂が発生・成長する際には、変位振幅が大きく変化する。この変位が初期変位値に対して約 $\pm 100\mu\text{m}$ 以上変化した時刻をき裂発生時刻とし、試験経過時間より破損に至るまでの負荷繰返し数 N_f を算出した。

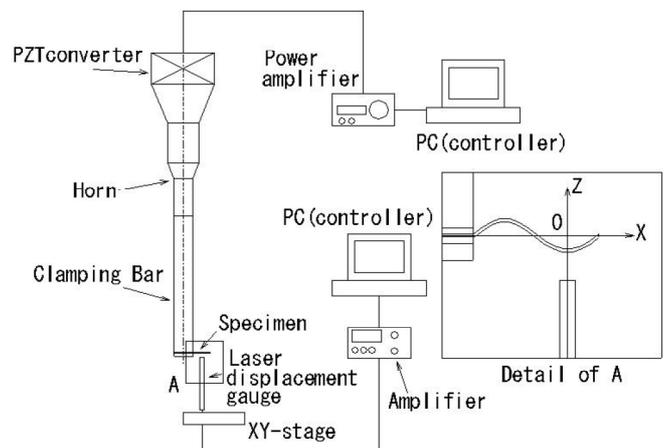
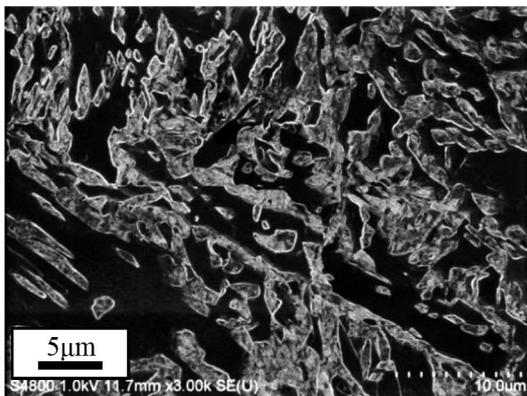


Fig. 3 Schematic illustration of fatigue testing system

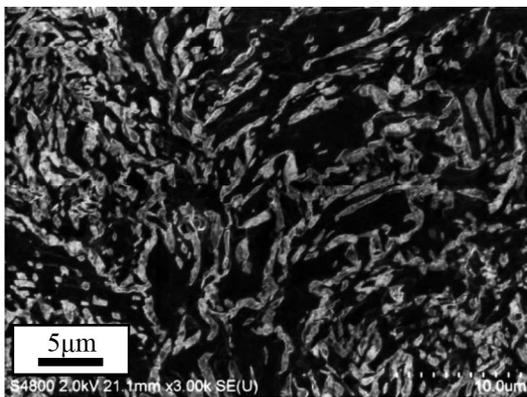
3. 実験結果および考察

3. 1 創製材の組織観察

Fig. 4(a)に二相域温度 998K×1h 保持後水冷処理を行った試料の横断面の SEM 画像を、また Fig. 4(b)に断面減少率 58%の冷間圧延を施した試料の横断面の SEM 画像を示す. 両画像中において黒い素地の部分が母相のフェライト F を、また白く島状に浮き上がって見える部分がマルテンサイト M を示している. Fig. 4(a)において M と F の面積率を測定したところ $M:F=0.55:0.45$ であった. またこの試料は F を母相として M が島状に分布した二相組織であることが認められる. Fig. 4(b)において母相のフェライトは冷間圧延により圧延方向に粗く伸ばされた波状微細組織を呈しており、島状マルテンサイトに沿って曲がっている様子が認められる. これは両相に複合塑性流動が発生したことが考えられる⁹⁾. 次にソルトバス中および大気炉中にて焼鈍および水冷処理を行った試料の SEM 画像を Fig. 5(a)および(b)にそれぞれ示す. 切断法を適用し各処理材の平均結晶粒径 d を測定したところ, Fig. 5(a)で $d=1.1\mu\text{m}$ であり, 結晶粒内にセメンタイトの微粒子が分散している様子が見られる. Fig. 5(b)では $d=4.5\mu\text{m}$ であり, パーライト組織の散在が確認できる. 後者の結晶粒の大きさは前者の約 4 倍に粗大化している様子が認められた.

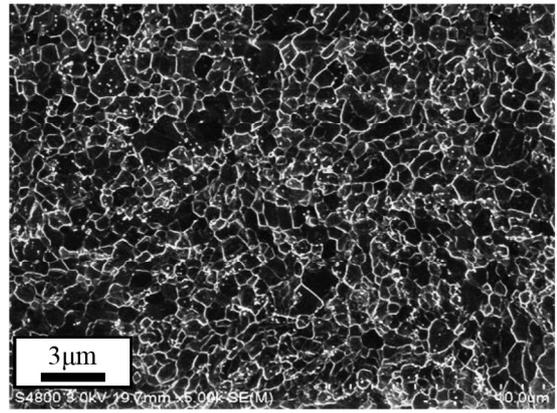


(a) As-Quenched material

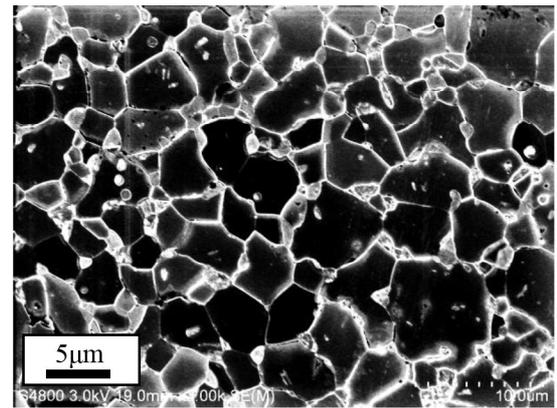


(b) 58% cold-rolled material

Fig. 4 Microstructure of As-Quenched and 58% cold-rolled materials



(a) 848K×0.17h (in salt), $d=1.1\mu\text{m}$



(b) 923K×12h(in air), $d=4.5\mu\text{m}$

Fig. 5 SEM images of crystal grain after annealing

3. 2 S-N 線図

Fig. 6 に S-N 曲線を示す. 図中の三角黒マークは合金鋼 SCM435 バルク材に対して回転曲げ疲労試験を行った結果を、黒丸は超音波疲労試験機を用いて結晶粒径 $d=1.1\mu\text{m}$ の薄板試験片に対して曲げ疲労試験を行った結果を、また同様に白丸は $d=4.5\mu\text{m}$ の結果を示している. また右矢印(→)の付されたプロットは破損までの負荷繰返し数がそれぞれ $N_f=1.0\times 10^7$ または 1.0×10^8 を越えても破断しなかった試験片であり、疲労限度 σ_w を示している. 本研究の $d=1.1\mu\text{m}$ で $\sigma_w=370\text{MPa}$, $d=4.5\mu\text{m}$ で $\sigma_w=320\text{MPa}$ となった.

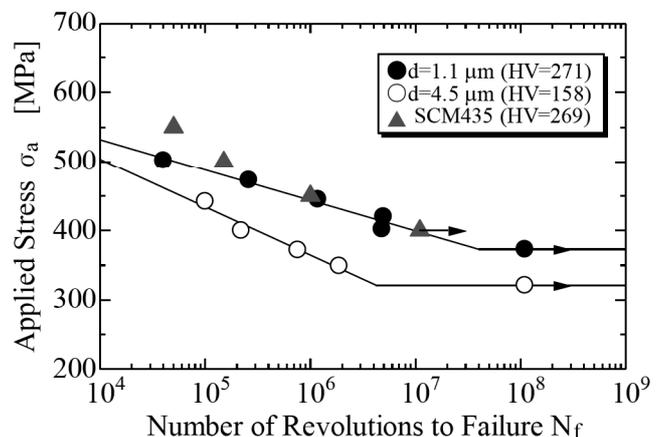


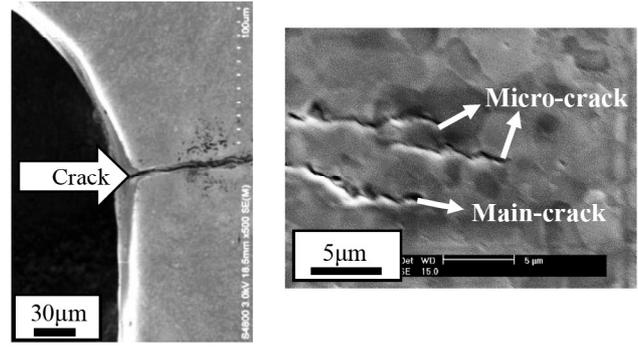
Fig. 6 S-N curves

また SCM435 鋼は $\sigma_w=405\text{MPa}$ であり $d=1.1\mu\text{m}$ の疲労限度より 35 MPa 高い値が得られたが、両者の時間強度はほぼ同じであった。低炭素鋼が本研究における熱的操作および冷間加工により機械構造用合金鋼相当の疲労強度に達したことを示している。

3. 3 疲労き裂の発生・進展および破面観察

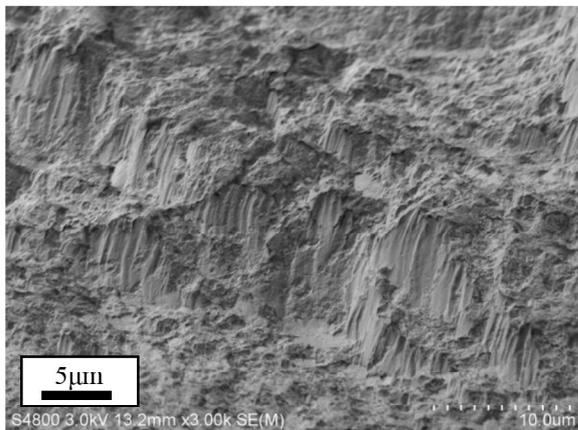
負荷応力 $\sigma_a=502\text{MPa}$ 、繰返し数 $N_f=4.0\times 10^4$ におけるき裂発生点近傍の SEM 画像を Fig. 7(a)に示す。き裂は試験片梁部と固定端の境界の R 部から板幅方向に成長していることが認められた。他の負荷応力においても、き裂は R 部から梁の直線部に移行する自由側面の位置からすべて発生していた。またき裂の進展は主き裂の他に複数の微視き裂が観察された。Fig. 7(b)にき裂先端付近に発生した微視き裂を示す。この現象は主き裂先端の応力を緩和し力を分散させた応力遮蔽効果があるものと考えられる⁴⁾。また Fig. 8(a)~(d)に疲労試験後に試験片に静的引張負荷を与え、強制的に破壊させた破面の SEM 画像を示す。Fig. 8(a)および(c)に疲労き裂発生点近傍の画像を、また同様に Fig. 8(b)および(d)に破断点近傍における画像を示す。Fig. 8(a)および(c)には擦れた痕跡が見られる。これはき裂の発生・成長に伴い、梁の振動が複雑に変化するため破面同士が接触し損傷を

受けたものと考えられる。またこれらの画像には疲労破面特有のストライエーションおよび粒内破壊が多数見られる。他方 Fig. 8(b)および(d)の破断点近傍には伸長形ディンプルや擬劈開割れが多く見られるが、粒界割れはほとんど観察出来なかった。Fig. 8(a)~(d)の破面形態はき裂発生点近傍と破断点近傍において明らかな相違があるものの、結晶粒径の大きさにはほとんど依存していないことが明らかになった。

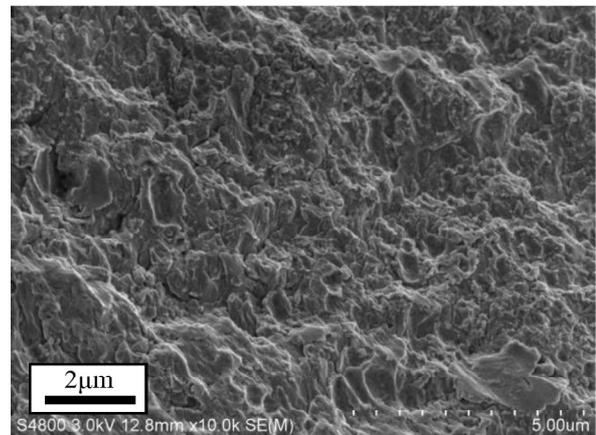


(a) Initiated crack from free side edge (b) Microcrack around crack-tip

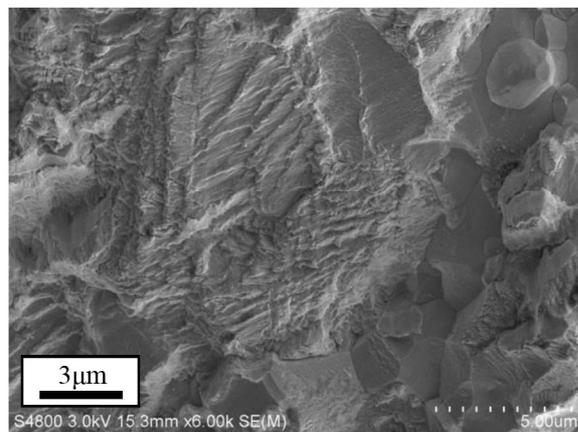
Fig.7 SEM images of fatigue crack ($\sigma_a=502\text{MPa}$, $N_f=4.0\times 10^4$, $d=1.1\mu\text{m}$)



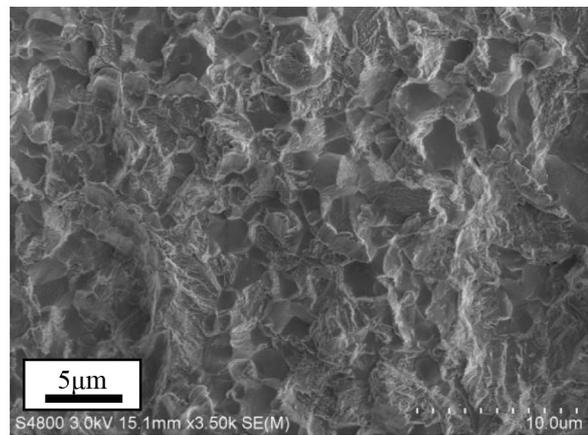
(a) Crack initiation point, $\sigma_a=402\text{MPa}$, $N_f=4.8\times 10^6$, $d=1.1\mu\text{m}$



(b) Fracture point, $\sigma_a=402\text{MPa}$, $N_f=4.8\times 10^6$, $d=1.1\mu\text{m}$



(c) Crack initiation point, $\sigma_a=372\text{MPa}$, $N_f=7.6\times 10^5$, $d=4.5\mu\text{m}$



(d) Fracture point, $\sigma_a=372\text{MPa}$, $N_f=7.6\times 10^5$, $d=4.5\mu\text{m}$

Fig.8 SEM images of fracture surface at initiation point and fracture point for $d=1.1\mu\text{m}$ and $d=4.5\mu\text{m}$ respectively

4. 結言

本研究では、低炭素鋼を用い冷間加工および焼鈍処理により、結晶粒径 $1.1\mu\text{m}$ の超微細組織を有する二相鋼（フェライト相とマルテンサイト相）を創製した。次に繰り返し周波数 20kHz の超音波疲労試験機を用いて、得られた二相鋼に対して薄板曲げ疲労試験を行い、機械構造用合金鋼 SCM435 バルク材の回転曲げ疲労試験結果との比較を行った。また疲労き裂の発生・進展形態について検討を行った。得られた結果は、以下のようにまとめられる。

- (1) 低炭素鋼の二相域温度での焼入処理後、断面減少率 58% の冷間圧延を施し、更に A_1 点 (978K) 以下で焼鈍および水冷処理を行い、結晶粒径 $1.1\mu\text{m}$ の超微細組織を有する二相鋼を創製した。
- (2) 超微細粒二相鋼の時間強度および疲労限度は SCM435 鋼相当であった。また繰り返し回数 10^8 において疲労限度の低下は認められなかった。
- (3) き裂の進展は主き裂の他に複数の微視き裂が観察された。また破面観察の結果、き裂発生点近傍ではストライエーションおよび粒内破壊が見られ、破断点近傍では伸長ディンプルと擬劈開割れが多く見られた。

謝辞：本研究の遂行にあたって京都大学大学院材料工学専攻 辻伸泰教授、柴田暁伸准教授に多大のご支

援を頂いた。記して謝意を表す。また本研究の一部は、平成 26 年度舞鶴工業高等専門学校機械工学科研究経費の配分を受けて行われたことを記し、関係各位に謝意を表す。

参考文献：

- 1) Inoue, T. and Kimura, Y., *J. Mat. Sci.*, **48**-13 (2013) 4766-4772.
- 2) 井上忠信, 木村勇次, 日本機械学会論文集, **A**, **79**-804 (2013)1226-1238.
- 3) 長井寿, 超鉄鋼—強度 2 倍×寿命 2 倍の実力と可能性 (2006)15-70, 日刊工業新聞社.
- 4) 井上忠信, 木村勇次, 邱海, 王成鐸, 日本機械学会論文集, **A**, **81**-830 (2015)1-13.
- 5) Inoue, T., Kimura, Y. and Ochiai, S., *Scrip. Mater.*, **65**(2011) 552-555.
- 6) 石田渉, 山本徹, 金田忍, 小川武史, 日本機械学会論文集, **A**, **78**-785, (2012)23-33.
- 7) 皮籠石紀雄, 福留拓朗, 仮屋孝二, CHEN Qiang, 後藤真宏, 日本機械学会論文集, **A**, **76**-772, (2010)1651-1658.
- 8) 秋庭義明, 木村英彦, 鶴尋貴, 中村亜有子, 日本機械学会論文集, **A**, **74**-742, (2008)879-884.
- 9) Okitsu, Y., Takata N., Tsuji N., *Scrip. Mater.*, **60**(2009)76-79. (2015. 11. 30 受付)

STUDY ON A NEW ROUTE TO FABRICATE DUAL-PHASE STEEL WITH AN ULTRAFINE-GRAINED STRUCTURE AND ITS FATIGUE STRENGTH

Masayuki SHOZU

ABSTRACT: In this study, low-carbon steel was treated by cold working and annealing to fabricate dual-phase steel with an ultrafine-grained structure (crystal grain diameter, $1.1\mu\text{m}$) consisting of ferritic and martensitic phases. A bending fatigue test of the obtained dual-phase steel was carried out using an ultrasonic fatigue testing machine with a repetition frequency of 20kHz . The test results were compared with those of commercial SCM steel. A profile of a crack that was generated and propagated during the fatigue test was obtained by optical microscopy and scanning electron microscopy. The results are summarized as follows. (1) After quenching at the temperature of the dual-phase region of low-carbon steel, the material was treated by cold rolling with a reduction per pass of 58%, followed by annealing and water cooling at a temperature below A_1 (978K). As a result, dual-phase steel having an ultrafine-grained structure with a crystal grain diameter of $1.1\mu\text{m}$ was fabricated. (2) The fatigue limit and the strength of the dual-phase steel with an ultrafine-grained structure after N cycles were comparable to those of SCM435 steel. Even after 10^8 cycles, no decrease in the fatigue limit was observed. (3) The propagation of the main crack and several microcracks was observed. Many elongated dimples and quasi-cleavage fractures were observed on the fatigue-broken surface, but intergranular fracture was rarely observed.

Key Words : Ultrafine-grain, Dual-phase steel, Fatigue test, Fatigue strength, Fatigue crack, Finite element analysis