

# 焼なまし処理された結晶粒微細化鋼の 微視組織の変化と回転曲げ疲労強度に関する研究

生水 雅之<sup>1</sup>・安達 晃一<sup>2</sup>・後藤 昌英<sup>3</sup>・広瀬 幸雄<sup>4</sup>

要旨：本研究においては、焼なまし処理を行った結晶粒微細化組織を有する溶接構造用熱延鋼板(NFG)および超微細粒鋼細線材(UG)を用いて回転曲げ疲労試験を実施し、疲労強度と結晶粒径の大きさの関係およびき裂の発生挙動について、それらの受入材と比較しながら検討を行った。得られた結果は、以下のようにまとめられる。(1)NFGの受入材および焼なまし処理材の疲労限度はともに引張強度の半分程度の値が得られたが、UGのそれらの疲労限度は引張強度の38~30%の値であった。(2)UGおよびNFG両材において疲労限度と結晶粒径の間には明瞭なHall-Petch型の直線関係が認められ、結晶粒径をパラメータとした疲労限度の推定式を提案した。(3)UGの受入材および焼なまし処理材の破面形態は破断までの繰返し回数によって異なっていたが、き裂の発生位置は表面起点型と内部起点型に分類できた。一方、NFGの受入材および焼なまし処理材のき裂はすべて表面より発生していた。

キーワード：微細粒溶接構造用熱延鋼板、超微細粒鋼細線材、焼なまし処理、回転曲げ疲労試験、疲労強度、Hall-Petchの関係

## 1. はじめに

鉄鋼材料の結晶粒は一般に微細であるほど降伏強度および引張強度は上昇するHall-Petchの関係がよく知られており、疲労強度は結晶の微細化に伴って上昇する<sup>1),2)</sup>ことから結晶粒微細強化法<sup>3)</sup>が注目されている。この強化法の特長は高強度かつ優れた被加工性を実現できること、またリサイクル性に優れた環境負荷を小さくできることである。これらの特長を生かした鋼材に超微細粒鋼細線および結晶粒を微細化した溶接圧延用鋼板が挙げられる。前者は温間引抜による強加工により結晶粒を微細化しており、後者は大圧下圧延および強冷却を連続的に繰り返すことで微細化を行っている。これらの微細粒鋼は今後、多くの場面での使用が期待されており、時代のニーズに適合した材料である。しかしながら、微細粒鋼を高温環境下で使用する場合や溶接部での熱履歴の影響を受ける場合、結晶粒の粗大化と熱影響部HAZ(Heat Affected Zone)部での軟化が大きな問題となってくる。この結果、結晶粒同士の結合力が弱まり、転位の拘束が弱まること、そして硬度低下を招くことにより表面からのき裂が生じやすくなり、疲労強度の低下を招くおそれがある<sup>4)</sup>。材料の疲労強度および破壊の形態を知ることは材料設計を行う上

で重要であり、材料の処理および使用方法などの改善を行うためにも微細粒鋼の熱影響に対する特性調査が必要である。

本研究では超微細粒鋼細線材および結晶粒を微細化した溶接圧延用鋼板に対して823Kから1423Kまでの各種温度において2hr保持後炉冷を行う焼なまし処理を行い、その後回転曲げ疲労試験を実施し受入材と比較しながら疲労強度と結晶粒径の大きさの関係について検討を行った。さらに実体顕微鏡および走査電子顕微鏡によりき裂発生点近傍の詳細な観察を行った。

## 2. 実験方法

### 2.1 材料および熱処理条件

供試材は大阪精工(株)製の直径 $\phi$ 5.46mmの超微細粒鋼細線(以下UGと略称)および(株)中山製鋼所製の結晶粒微細化組織を有する溶接構造用高強度熱延鋼板NFG600W(以下NFGと略称)である。Table 1に示す化学成分を有する受入材に対し、Table 2に示すそれぞれの条件で熱処理を施すことにより各種焼なまし材を準備した。これらの機械的性質をTable 2に併記する。焼なまし処理にはUGは高真空ガス置換炉を、NFGは空気炉を使用した。平均結晶粒径 $d$ は、試験片断面に対してJIS G 0551<sup>5)</sup>を適用し測定した。Fig.1に試験片の形状を示す。UGは直径約1,000mmの環状に巻かれた状態で受入れておりたわみが存在する。このたわみを除去するために真直化処理を行

- 1 舞鶴工業高等専門学校 機械工学科 教授
- 2 舞鶴高専専攻科学生(現 京都工芸繊維大学院生)
- 3 金沢大学大学院自然科学研究科 特任准教授
- 4 金沢大学大学院自然科学研究科 特任教授

Table 1 Chemical compositions of each material (wt%).

	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Al	Fe
UG	0.05	0.04	0.38	0.008	0.013	0.01	0.02	0.02	0.036	bal.
NFG	0.17	0.36	1.30	0.011	0.007	-	-	-	-	bal.

Table 2 Mechanical properties of specimens.

(a) UG

Heat treatment	Grain size, $d(\mu\text{m})$	$\sigma_Y$ (MPa)	$\sigma_B$ (MPa)	$\Psi$ (%)	HV
(As received)	0.6	543	881	69	263
Annealed at 823K	0.9	501	869	73	241
Annealed at 1073K	14	299	316	81	99
Annealed at 1273K	48	144	287	79	84

(b) NFG

Heat treatment	Grain size, $d(\mu\text{m})$	$\sigma_Y$ (MPa)	$\sigma_B$ (MPa)	$\epsilon_1$ (%)	HV
(As received)	4	433	587	31	183
Annealed at 1073K	30	362	503	37	161
Annealed at 1423K	70	277	472	34	153

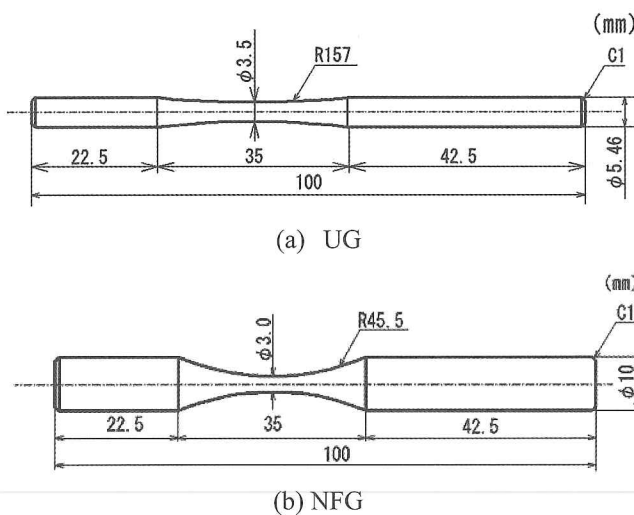


Fig.1 Shape and dimensions of specimens.

った。まず受入材を約 100 mm の長さに切り出した直後にはおよそ 200~400  $\mu\text{m}$  のたわみが存在するため、50  $\mu\text{m}$  以下に抑えるための真直化処理を行った。その後、熱処理を行い 85% リン酸水溶液中で電解研磨により Fig.1(a) に示す形状加工を行った後、試験機への取付け時の振動を抑えるため、さらにたわみ量が 5  $\mu\text{m}$  以下となるような真直化処理を行い実験に供した。NFG は Fig.1(b) に示す機械加工を行った後、加工層除去のため同溶液を用いた電解研磨処理を行い、表層を 0.1 mm 以上除去した後実験に供した。

## 2.2 疲労試験および破面観察

疲労試験には 4 連式片持ち回転曲げ疲労試験機(応力比  $R=-1$ , 周波数  $f=52.5\text{Hz}$ )を用い、室温・大気圧下において実験を行った。破断後の試験片に対し、実体顕微鏡(OM)および走査電子顕微鏡(SEM)を用い

て破面観察を行った。破面率は、JIS Z 2242 に定められた延性破面率の求め方<sup>5)</sup>を適用して、対象とする破面全体に対する伸長形ディンプルを算出した。またその際の面積の測定は JIS G 0555 に定められた点算法<sup>5)</sup>を用いて行い、格子間隔は 10  $\mu\text{m}$  とした。また、き裂発生部の元素分析を SEM に装着された EDX (Energy Dispersive X-ray spectrometer) を用いて行い、加速電圧 20kV, 測定時間 180s の条件の下、線分析法により行った。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 結晶粒径と機械的性質の関係

Fig.2(a)および(b)に UG および NFG の機械的性質 ( $\sigma_Y, \sigma_B, \text{HV}$ ) と焼なまし温度の関係を示す。NFG では焼なまし温度の上昇とともに機械的性質のゆるやかな減少が見られるのに対し、UG は 1,000K 以上での焼なまし温度において急激な機械的性質の低下が見られた。Fig.3(a)および(b)に UG および NFG についての機械的性質と結晶粒径の関係を示す。機械的性質 ( $\sigma_Y, \sigma_B$ ) は結晶粒径  $d$  の平方根の逆数で整理でき、それらは粒径が粗大化すれば低下する Hall-Petch 型の関係を示した。両材の近似直線を比較すると、UG は NFG に比べ勾配が大きいことから結晶粒の粗大化に伴う機械的性質の低下が大きいことが分かる。

### 3.2 S-N線図

Fig.4(a)および(b)は、UG および NFG の受入材および焼なまし材の S-N 線図である。(a)において白塗りのプロットは試験片表面からき裂が発生した表面起点型の破壊を、黒塗りのプロットは試験片表面からやや内部に入った位置を起点に破壊が生じている内部起点型の破壊を示している。また(b)においては全て表面起点型の破壊であり、両材の破面形態の詳細

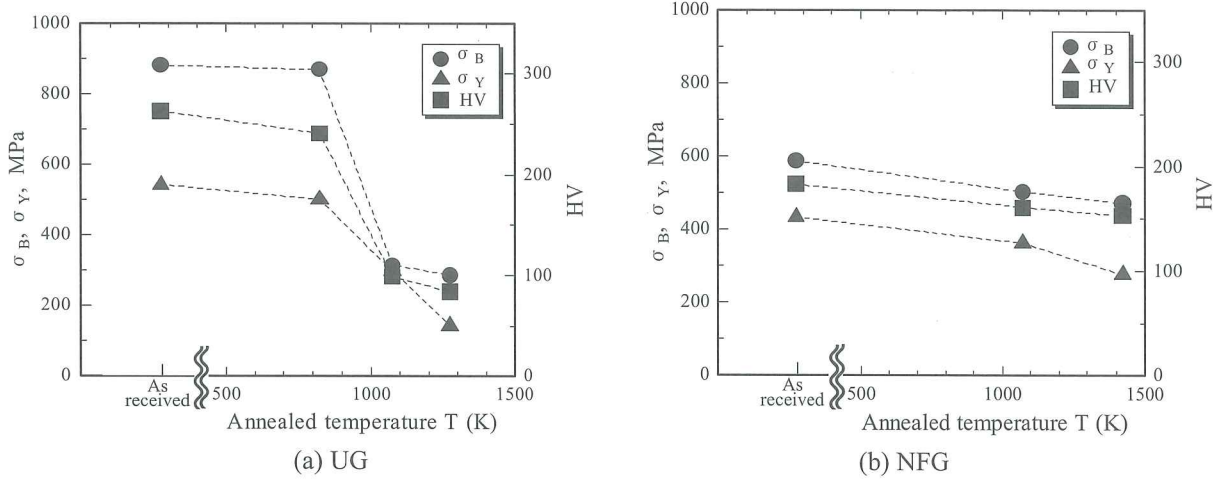


Fig.2 Relationship between mechanical properties and annealed temperature.

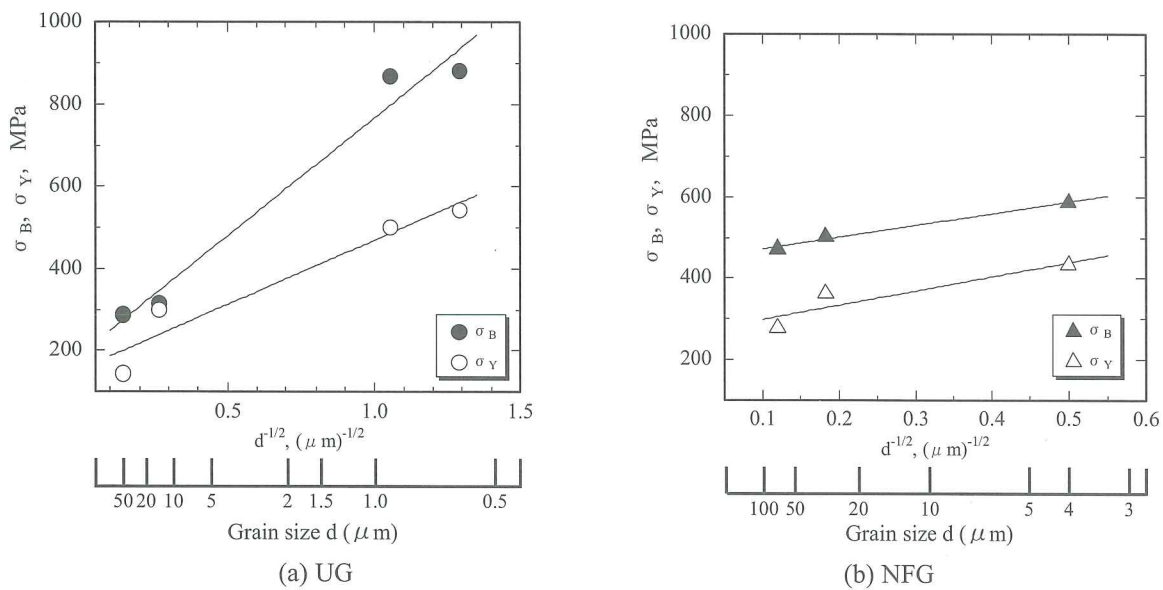


Fig.3 Relationship between  $\sigma_B$ ,  $\sigma_Y$  and grain size.

については3.4節に記す。また両図において右矢印(→)の付されたプロットは繰返し数 $N_f=2 \times 10^7$ を越えても破断しなかった試験片であり疲労限度 $\sigma_w$ を示している。Table3は本実験で得られた疲労限度 $\sigma_w$ および $\sigma_w$ と引張強度 $\sigma_B$ の比 $\alpha(\sigma_w/\sigma_B)$ を示している。UGにおいて焼なまし材の疲労限度の低下幅は受入材のそれと比較し、823Kで約70MPa、1073Kで約200MPa、1273Kで約220MPaの低下がみられた。同様にNFGの疲労限度の低下幅は1073Kで約80MPa、1423Kで約110MPaであった。両材において、時間強度は結晶粒の粗大化に伴って低下する傾向が認められ、特に疲労限度に対してその影響は顕著に現れている。これは結晶粒径の大きさが大きいほど早い段階で、しかも大きい単位のき裂が発生しやすいこと<sup>6)</sup>に対応した結果であると考えられる。また、UG受入材および焼なまし材の疲労限度は経験式の $\sigma_w \approx 0.5 \sigma_B$ から期待される疲労限度<sup>7)</sup>をとともに下回る結果となりNFGはそれに近い値となった。

### 3.3 疲労限度と結晶粒径の関係

Fig.5に疲労限度と結晶粒径の関係を示す。両者の関係はUGおよびNFGにおいてはほぼ1本の直線で近似することができ、以下の式で示される。

$$\sigma_w = A + B \cdot \frac{1}{\sqrt{d}} \quad \dots \dots (1)$$

ここで、 $d(\mu m)$ は結晶粒径であり、係数AおよびBはUG、NFGに対しTable 4のように示される。これより疲労限度と結晶粒径との間にはHall-Petch型の相関性が認められることから、結晶粒径をパラメータとして疲労限度の推定が可能である<sup>8)</sup>と考えられる。式(1)中の係数AおよびBについて長谷川ら<sup>9)</sup>は低炭素鋼の高温疲労強度に関する研究において、係数Aはある結晶粒中にすべり帯き裂が形成される限界応力を表す量、係数Bはすべり帯き裂が応力集中効果によって隣接結晶粒へ進展しようとするときの境界障害の強さを表す量と報告している。本研究ではこの考え方に基づいてUGおよびNFGの疲労限度特性を考察する。Table 4において、UGの係数AはNFGのそれと比べ半分程度となっている。このことはき裂

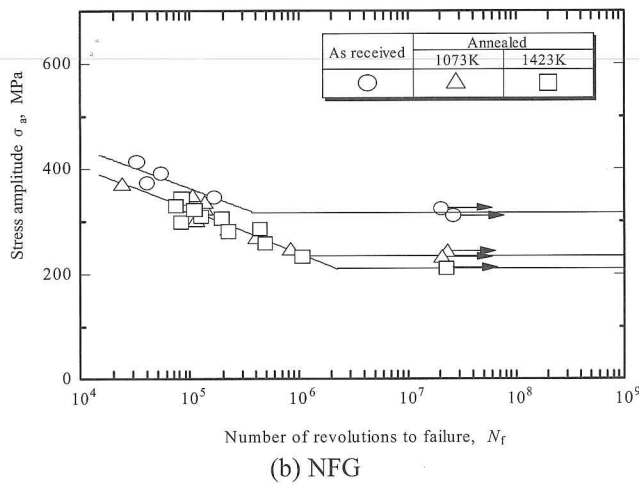
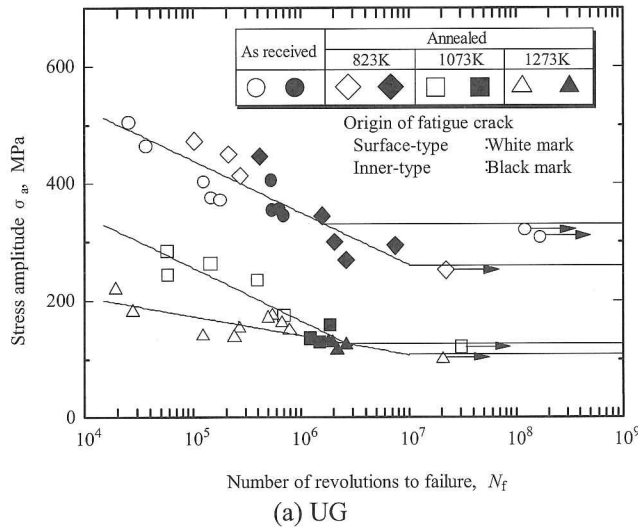


Fig.4 S-N diagrams.

Table 3  $\sigma_w$  and the value of  $\alpha$  ( $=\sigma_w/\sigma_B$ ) for various annealed temperature.

	UG		NFG	
	$\sigma_w$ (MPa)	$\alpha$	$\sigma_w$ (MPa)	$\alpha$
As received	332	0.38	317	0.54
823K	261	0.30	—	—
1073K	126	0.35	235	0.47
1273K	108	0.38	—	—
1423K	—	—	210	0.44

は集中したすべり帯の表面では凹凸が蓄積されることで発生するため、微視組織の塑性変形によるものであるといえる。このためき裂発生は材料組織の強度、つまり機械的性質に依存していると考えられる。UGはNFGに比べ、Fig.2に示したように1000Kを越える焼なまし処理では急激な機械的性質の低下を起しており、このことがき裂発生を容易にしたと考えられる。一方、係数Bは両材においてその差が係数Aに比べ少ないことから、き裂の進展を阻害す

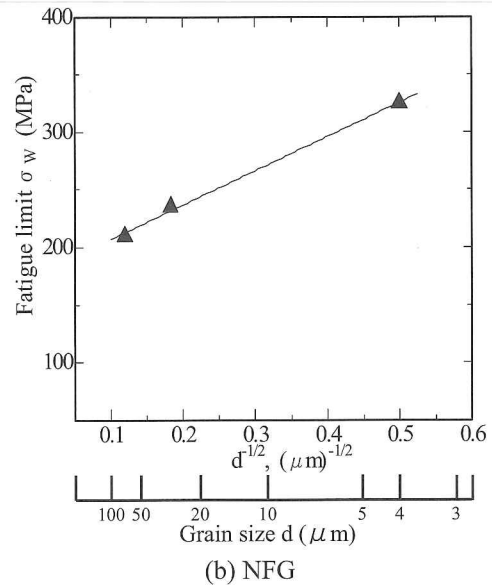
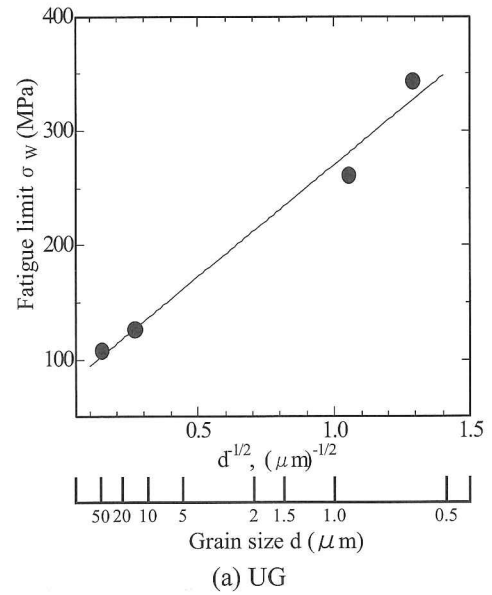


Fig.5 Relationship between fatigue limit and grain size.

Table 4 The values of A and B.

	A	B
UG	75	195
NFG	158	227

る粒界障害効果は同程度であると考えられる。しかし、粒界障害効果と疲労限度の関係については不明であり今後の検討課題としたい。

### 3.4 破面形態

破面形態およびき裂の起点を明らかにするためにOMおよびSEMを用いた破面観察を行った。Fig.6(a)~(d)はき裂発生点近傍のOMおよびSEM写真であり、いずれも内部起点型の破面を示している。Fig.6の各図において左側は破面のマクロ写真であり、図中の枠A~Dの拡大図が各図の右側のSEM写真と対応している。いずれの破面においてもビーチマークがき裂発生点より白破線の位置まで広がっている

ことが認められる。

次に破壊形態について検討を行った。Fig.6(a)中のき裂発起点①部の試験片表面側に位置する黒実線で囲まれた斜線領域①の拡大図を Fig.7 に示す。図中伸長形ディンプルが支配的であることが認められる。Fig.6(a)中①の全領域に対して伸長形ディンプルの破面率を求めたところ61%であった。さらに他の内部起点型の破面に対しても同様にして伸長形ディンプルの破面率を求めた結果を Fig.8 に示す。伸長形ディンプルの破面率は、受入材および2種類の焼なまし材に対して60~86%であった。伸長形ディン

プルが破面に形成される際の破壊形態として、(i)せん断引張型および(ii)引裂き引張型が考えられる。そこで Fig.8 に示す全ての試験片に対して相対する両破面のディンプルパターンを SEM により詳細に観察した結果、破面はせん断引張により形成されたものであることが判明した。このことより内部起点型のき裂発起点の試験片表面側に形成された破面は、疲労破壊の最終破断面であることが確認できた。さらに、内部の微小欠陥が介在物の脱落痕によるものか否かを検討するため EDX による元素分析を行った。一例として、UG-1273K 焼なまし材(Fig.6(d)の①部)の結果を Fig.9 に示す。図の上段はき裂発起点近傍の拡大図であり、図中に示す白い二線間の領域において Fe, C および Mn に着目した元素分析を行った。下段の点線、細線および太線は検出された元素の回折強度であり、元素名横の括弧内のそれぞれの数字がフルスケールを示す太破線の位置に対応している。線分析の結果、内部の微小欠陥において MnS などの介在物の残存痕跡は認められず、この欠陥が材料内部に元々存在するものか、介在物の脱落痕であるかについては不明であり今後の検討課題とした。続いて NFG の破面の観察結果を示す。 Fig.10(e)

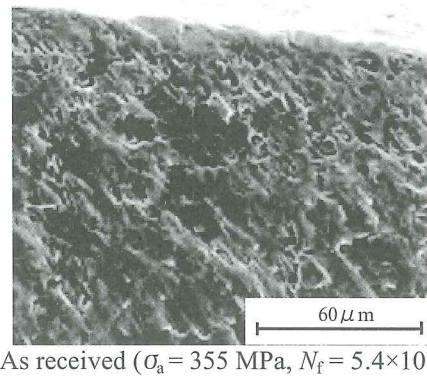
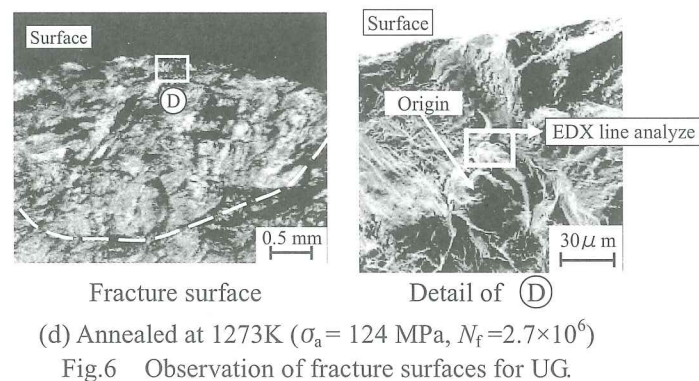
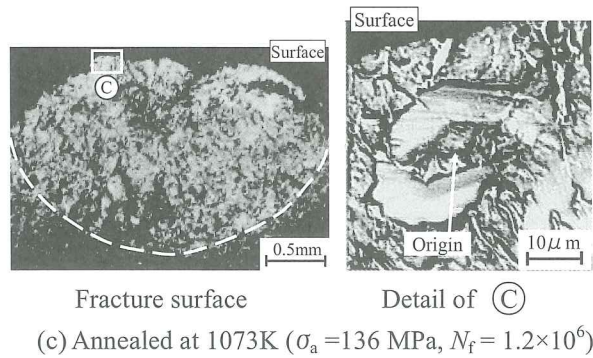
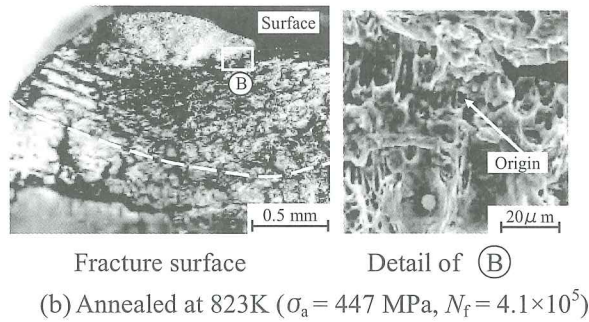
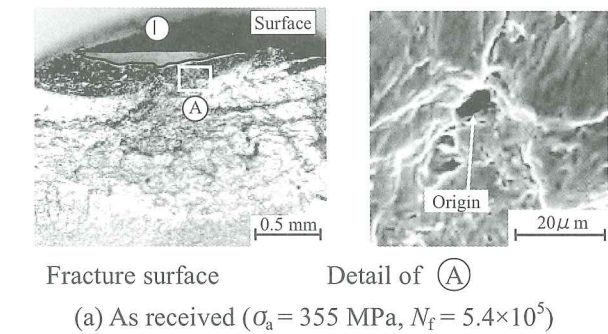


Fig.7 Observation of elongated dimple for UG.

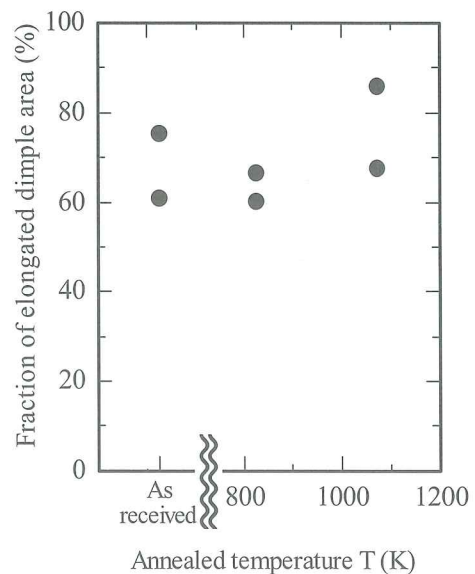
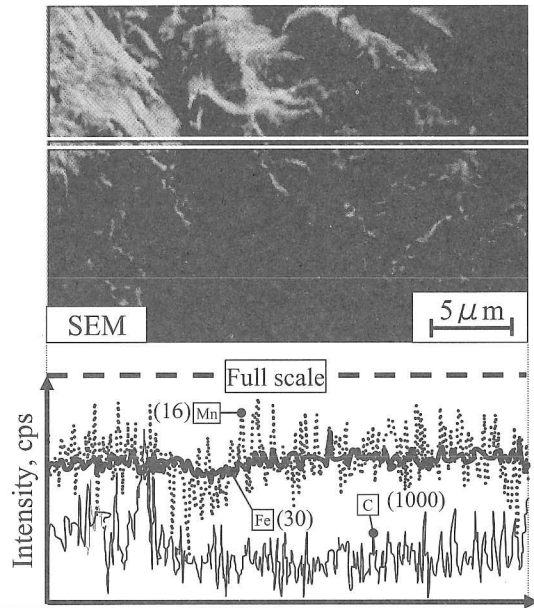


Fig.8 Relation between fraction of elongated dimple area and annealed temperature.



Position of measurement  
UG-1273K annealed  
( $\sigma_a = 124 \text{ MPa}$ ,  $N_f = 2.7 \times 10^6$ )  
Fig.9 SEM-EDX.

～(g)は、き裂発生点近傍の OM および SEM 写真である。各図の左側の OM 写真中の ⑤～③は各図の右側の SEM 写真に対応している。各図ともに白破線の示す位置までビーチマークの広がりが観察された。Fig.10(e)～(g)はそれぞれ受入材、1073K、1423K 焼なまし材の破面を示しており、NFG のき裂発生点はすべて試験片表面であり、UG で見られたような脱落痕は破面に認められなかった。Fig.10(e)では微細なき裂が発生点を中心に放射状に広がった様子が観察される。Fig.10(f)では起点部近傍において破面の凹凸が激しくなる傾向が認められるが、急速破壊域では凹凸はあまり見られない。Fig.10(g)ではビーチマークの領域が狭く、破面の全域にわたって凹凸が顕著に表れている。破面の凹凸は結晶粒径の粗大化に伴って現れたものと考えられる。

#### 4. 結言

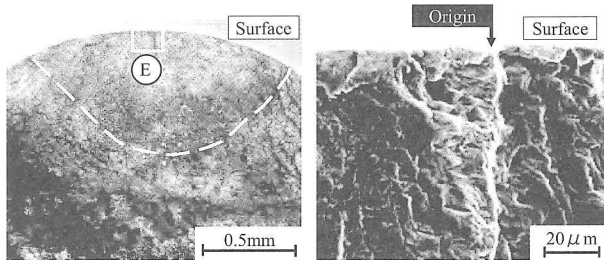
微細粒鋼 UG および NFG に対して 823K から 1423K までの各種温度において焼なまし処理を行い、回転曲げ疲労試験を実施し受入材と比較しながら疲労強度と結晶粒径の大きさの関係について検討を行った。さらに実体顕微鏡および走査電子顕微鏡によりき裂発生点近傍の詳細な観察を行った。得られた結果は以下のようにまとめられる。

- (1) NFG の受入材および焼なまし材ともに疲労限度は経験式  $\sigma_w \doteq 0.5 \sigma_B$  に近い値が得られたが、UG のそれらは経験式から期待される値を下回る結果となった。
- (2) UG および NFG 両材において疲労限度と結晶粒径の間には明瞭な Hall-Petch 型の直線関係が認められ、結晶粒径をパラメータとした疲労限度の推定式を提案した。
- (3) UG 受入材および焼なまし材の破面形態は破断繰返し回数によって異なっており、き裂発生点が表面起点型と内部起点型に分類された。他方、NFG 受入材および焼なまし材のき裂発生点は表面起点型のみが観察された。

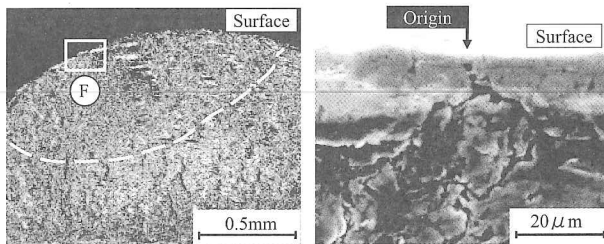
謝辞：本研究の一部は、平成 21 年度舞鶴工業高等専門学校機械工学科研究経費の配分を受けて行われたことを記し、関係各位に謝意を表す。さらに結晶粒微細化組織を有する溶接構造用高強度熱延鋼板 NFG600W は株式会社中山製鋼所より、また超微細粒鋼細線は大阪精工株式会社よりご提供いただいた。関係各位に謝意を表す。

#### 参考文献

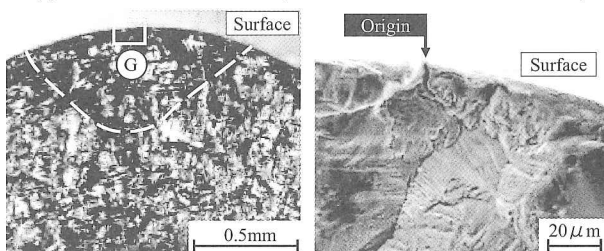
- 1) 新富達也, 竹士伊知郎, 橋本義和, 大畑充, 望月正人, 豊田政男, 溶接学会論文集, 21-3, pp.397-403, 2003.
- 2) 田中啓介, 中井善一, 秋庭義明, 鉄と鋼, 79-8,



Fracture surface  
(e) As received ( $\sigma_a = 330 \text{ MPa}$ ,  $N_f = 6.9 \times 10^5$ )



Fracture surface  
(f) Annealed at 1073K ( $\sigma_a = 245 \text{ MPa}$ ,  $N_f = 8.4 \times 10^5$ )



Fracture surface  
(g) Annealed at 1423K ( $\sigma_a = 217 \text{ MPa}$ ,  $N_f = 1.9 \times 10^6$ )

Fig.10 Observation of fracture surfaces for NFG.

- pp.908-919, 1993.
- 3) 辻伸泰, 鉄と鋼, 88-7, pp.359-369, 2002.
- 4) 鄭譜永, 西本和俊, 才田一幸, 溶接学会論文集, 22-2, pp.261-271, 2004.
- 5) 日本規格協会, JIS ハンドブック 鉄鋼 I, 2008, 710-732, 299, 774.
- 6) 鹿毛正治, 西谷弘信, 日本機械学会論文集, A, 51-461, pp.3-7, 1985.
- 7) 阿部孝行, 古谷佳之, 松岡三郎, 鉄と鋼, 89-6, pp.711-717, 2003.
- 8) 沢井達明, 松岡三郎, 津崎兼彰, 鉄と鋼, 89-6, pp.726-733, 2003.
- 9) 長谷川典彦, 加藤容三, 中島正貴, 日本機械学会論文集, 第1部, 43-370, pp.1995-2002, 1977.
- (2009. 11. 6 受付)

## STUDY ON MICROSTRUCTURAL CHANGE AND ROTATING BENDING FATIGUE STRENGTH OF ANNEALED FINE-GRAIN STEELS

Masayuki SHOZU, Kouichi ANDATSU, Masahide GOTOH and Yukio HIROSE

**ABSTRACT** : In this study, a rotating-bending fatigue test was carried out on annealed hot-rolled steel plates used for welded structures (Nakayama fine grain (NFG) plates) and ultrafine-grain (UG) wires, both of which have a fine grain structure before annealing. We examined the relationship between fatigue strength and grain size, and also examined the behavior of crack initiation by comparing these characteristics with those of the as-received plate and wire. We obtained the following results. (1)The fatigue limits of the as-received and annealed NFG plates were approximately half of their tensile strengths, whereas the fatigue limits of the as-received and annealed UG wires were 30-38% of their tensile strengths. (2)A clear linear relationship that satisfies the Hall-Petch's equation was observed between the fatigue limit and grain size for both UG wires and NFG plates, and we proposed an equation for estimating the fatigue limit using the grain size as a parameter. (3)The feature of the fracture surface of the as-received and annealed UG wires depended on the number of applications of bending load until failure. The cracks were classified into those that are initiated from the surface and those that are initiated from the interior. In contrast, all the cracks in the as-received and annealed NFG plates were initiated from the surface.

**Key Words** : *Fine-grain steel, ultrafine-grain wire, Annealed treatment, Rotating bending fatigue test, fatigue strength, Hall-Petch's equation*