
脱炭焼鈍鋼板の2次加工脆性に関する研究

Study on the Brittle Fracture of Decarburized Steel Sheet After Press-forming

小西 元幸(Motoyuki Konishi) 大橋 延夫(Nobuo Ohashi) 吉田 博(Hiroshi Yoshida)

要旨：

脱炭鋼板を深絞り加工したカップの脆性破壊の機構について研究した。破壊は粒界で起こり、深絞り加工前の鋼板を低温で引張り脆性破壊させた場合と同様である。液体窒素温度で引張ったときの伸びは、焼鈍時の雰囲気との平衡値から計算される理論C含有量とよい対応を示す。粒界強度は理論C含有量が0.5ppm以下に減少すると急激に低下し、そのC濃度は通常の化学分析はもちろん内耗測定でも検出できないことが明らかになった。過脱炭された鋼板では粒のすべり変形に対する応力が、加工硬化または温度低下によって容易に粒界破壊に対する応力を上回るようになり、粒界で脆性破壊する。深絞りしたカップの脆性破壊挙動の異方性は、主としてカップ壁の粒界面積と断面積の比の異方性による。歪時効現象は数ppm以上のCを含む鋼板にあらわれ、C含有量の影響は粒界強度に対するより小さい。

Synopsis：

The mechanism of brittle fracture of cup which was deep drawn with decarburized steel sheet has been studied. Fracture occurs in intergranular mode and it is the same as the case of brittle fracture on stretching the undeformed sheet at very low temperatures. The elongation of stretch-broken sheet specimen at liquid nitrogen temperature well corresponds to its theoretical carbon content which is calculated from the equilibrium with the annealing conditions. It is clarified that the grain boundary strength is weakened significantly by decreasing the carbon content in sheet below the value of about 0.5 ppm, which can not be detected by usual chemical analysis or internal friction measurement. In the excessively decarburized sheet, therefore, the stress for slip deformation in iron matrix can easily exceed the stress for grain boundary fracture when the matrix is preliminarily work-hardened by deep drawing or is strengthened by cooling at low temperatures. Anisotropic behavior of brittle fracture of deep drawn cup is attributed mainly to the anisotropy of the ratio of grain boundary area to the geometrical cross-sectional area of the cup-wall. Strain aging phenomenon appears in the sheet containing over several ppm of carbon, and the effect of carbon content in this case is not susceptible compared to that on grain boundary strength.

(c)JFE Steel Corporation, 2003

本文は次のページから閲覧できます。

脱炭焼鈍鋼板の2次加工脆性に関する研究

Study on the Brittle Fracture of Decarburized Steel Sheet
After Press-forming

小 西 元 幸*

Motoyuki Konishi

大 橋 延 夫**

Nobuo Ohashi

吉 田 博***

Hiroshi Yoshida

Synopsis :

The mechanism of brittle fracture of cup which was deep drawn with decarburized steel sheet has been studied.

Fracture occurs in intergranular mode and it is the same as the case of brittle fracture on stretching the undeformed sheet at very low temperatures.

The elongation of stretch-broken sheet specimen at liquid nitrogen temperature well corresponds to its theoretical carbon content which is calculated from the equilibrium with the annealing conditions.

It is clarified that the grain boundary strength is weakened significantly by decreasing the carbon content in sheet below the value of about 0.5 ppm, which can not be detected by usual chemical analysis or internal friction measurement. In the excessively decarburized sheet, therefore, the stress for slip deformation in iron matrix can easily exceed the stress for grain boundary fracture when the matrix is preliminarily work-hardened by deep drawing or is strengthened by cooling at low temperatures.

Anisotropic behavior of brittle fracture of deep drawn cup is attributed mainly to the anisotropy of the ratio of grain boundary area to the geometrical cross-sectional area of the cup-wall.

Strain aging phenomenon appears in the sheet containing over several ppm of carbon, and the effect of carbon content in this case is not susceptible compared to that on grain boundary strength.

1. 序

低炭素冷延鋼板は、再結晶焼鈍過程で脱炭脱窒することによって成形性が著しく向上し、またリ

ムド鋼でも非時効性にしうることはよく知られている。しかし十分な脱炭脱窒を行なった鋼板は、通常の試験で得られる材料特性 (Y.P., T.S., EI., r 値, CCV, n 値, L.D.R., Er 値, 硬度等) は非常によい値を示すにもかかわらず、プレ

* 技術研究所薄板研究室主任研究員

*** 技術研究所水島研究室

** 技術研究所薄板研究室室長・工博

ス加工後の2次加工に際し、はじめのプレス加工時に強度の圧縮変形を受けた部分を逆方向に引張るように変形させると容易に脆性破壊する現象があることが知られている。この現象はオープンコイル焼鈍の技術が開発された当初から知られており¹⁾、過脱炭になると起こることから粒界の内部酸化によるものと考えられていた。

プレス加工の際、強度の圧縮変形を受けた部分がある後の2次加工で脆性破壊する現象は、脱炭脱炭焼鈍を行なわない通常の低炭素熱延鋼板および冷延鋼板についても起こり、一般に縦割れとして知られている。この問題については最近いくつかの報告がなされている。

高橋ら²⁾はAlキルド、Tiキルド、リムドおよび脱炭リムド鋼の深絞り加工後の脆性にいて調べ、Alキルド鋼がもっとも破壊しにくく、リムド鋼と脱炭リムド鋼は差がなく、Tiキルド鋼はもっとも破壊しやすいこと、そして機械的性質、化学成分残留応力とは明確な対応関係が得られないことを報告している。

小久保、須藤ら^{3,4)}はリムド鋼および r 値の異なるAlキルド鋼を異なる条件でカップに成型した場合について検討し、縦割れを起こしやすいものは破面単位径が大きく、原板の r 値は低く、そして残留応力とは必ずしも対応しないが、残留応力を減少させる加工条件を選ぶと発生しにくくなると述べている。

また松藤ら^{5,6)}は熱延鋼板および冷延鋼板の材料特性と縦割れ性の関係について調べ、冷延鋼板は熱延鋼板より耐縦割れ性が劣り、シャルピーシェルフエネルギーは縦割れ性とよい相関性があること、深絞り加工後の切欠き引張り伸びは熱延板、冷延板を通じて耐縦割れ性を一元的に評価しうる指標となるが、原板の切欠き引張り伸びは、熱延板と冷延板で縦割れ性評価能力に差があること、さらに深絞り加工後の試料表面には微細なクラックが発生しており、これは耐縦割れ性とは直接対応しないが、縦割れの原因を構成する一因となりうるであろうことを報告している。

これらの研究は、いずれも2次加工での脆性破壊が結晶粒内を走るへき開破壊によって起こることを明らかにしており、本報告で対称とする脱炭

冷延鋼板での破壊現象とは異なるとしている⁵⁾。

さてこの脱炭冷延鋼板の2次加工脆性については、脱炭焼鈍の際過脱炭になると起こりやすいことが経験的に知られているが、同一C分析値でも脆性の程度は著しく異なる場合があり、詳細な機構については報告がない。

清水⁷⁾は、脱炭焼鈍鋼の脆化傾向は〔粒界強度〕/[マトリックス強度]の比で表わされ、この比が小さいと粒界破断を起こすことによって脆性破壊する傾向が強まるとし、TiやPを含む鋼はマトリックス強度が増すため脆化しやすく、Alキルド鋼やC含有量が比較的高い鋼で粒界強度が増すため脆化しにくいとしている。またCは、粒界結合力を弱めるFe-O complexの代りにC-O complexを生成することによって粒界強度を強め、またAlキルド鋼では粒界にAlNが析出することによって粒界を強化すると推論している。

一方純鉄の脆性破壊については、以前から非常に多くの実験結果が報告されている⁸⁻²⁵⁾が、その原因については必ずしも一致していない。初期の破究では粒界のHまたはOが粒界強度を下げるためと考えられた。たとえばStanley⁸⁾は純鉄をdryおよびwet H₂中で焼鈍し、wet H₂中のほうが短時間で脆化するが、露点-65°Cのdry H₂中でも脆化することを示し、脆化の理由としてはHが粒界のcohesivityを下げるためと考えた。またReesら⁹⁾はO含有量の異なる鉄の破壊挙動を調べ、O含有量の増加とともに遷移温度が高くなることを示し、Oが粒界強度を下げ脆化すると考えた。けれどもH₂中で焼鈍し脆化した鉄は真空中で処理してHを除去しても脆化挙動が回復せず、またO含有量の異なる試料についてC含有量と破壊挙動の関係を調べると、O含有量とは関係なくC含有量によって顕著に変化することから、純鉄の脆性についてはHやOよりもCが支配的役割を演じていると考えられる。

本多ら¹⁰⁾はO含有量0.002~0.016%でC含有量の異なる試料を液体窒素(以後liq. N₂と記す)中で引張ったときの伸びおよび破壊応力とC含有量の関係を調べ、Fig. 1の結果を与えている。liq. N₂中での伸びおよび破壊応力は0.002%Cを境にして急激に変化し、0.002%では同一C含有

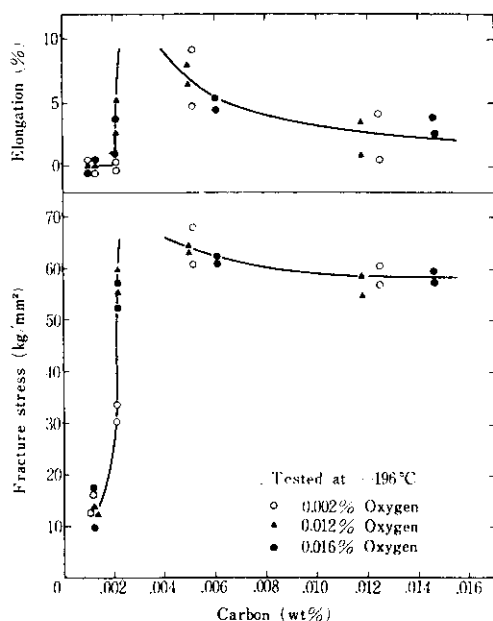


Fig. 1 Dependence of tensile properties of iron specimens tested at -196°C on carbon content (after R. Honda and H. Taga¹⁰⁾)

量でも著しく変動すること、およびこの範囲のO含有量の差は引張特性に影響しないことが認められる。

塚原¹¹⁾はOおよびC含有量を数ppmから数10 ppmの範囲に変化させた場合の影響について調べ、粒界割れを抑制するのに必要なC量はO量によって変化すること、Cを1ppm以下にするとO含有量の多少に関係なく脆性破壊すること、そして γ あるいは δ 域から急冷して作られた α 相のC、およびO freeと考えられる結晶粒界は脆弱であることを示し、不純物freeな鉄の結晶粒界の結合力は本質的に小さく、Cはこれを強化し、OはCの粒界への偏析を妨げると考えた。しかし帯溶融した純鉄は、C含有量が十分低くてもliq. N_2 中でかなりの伸びを示すことが報告されていること^{12,13)}、および γ あるいは δ 相の粒界は変態後も α 相の粒界の一部を形成する可能性があるため、急冷してもそのような粒界部分是不純物の偏析を起こして、この弱い粒界から破壊することも考えられるので純鉄の結晶粒界が本質的に弱いかどうかについてはまだ不明確な点が残されている。

Mc Mahon Jr.¹⁵⁾は、0.005% C, 0.002% O

を含む鉄を 700°C で1hr加熱後異なる温度まで徐冷したのち焼入れし、焼入れ温度と破壊挙動の関係を調べ、同一組成の鉄でも熱履歴によって破壊挙動が著しく変化することを報告した。

純鉄の低温(または常温)脆性に関する研究はこのように非常に多く報告されているが、その原因については必ずしも明らかではない。けれども固溶限より十分多くのOを含む鉄の低温での破壊挙動に対して微量のCが支配的役割を演じていることは間違いないと思われる。そこで本研究では、脱炭脱窒焼鈍した冷延鋼板の2次加工脆性が、原板の低温脆性と本質的に同じ機構によって起こっているのかどうかを実験的に確かめるとともに、組成および熱延条件の異なる冷延鋼板を異なる焼鈍条件で焼鈍した場合の脆性の変化、および組成を調整した雰囲気中での焼鈍で極微量のC含有量をコントロールし、その平衡理論C濃度と脆性その他の諸特性の関係などを調査し、また2次加工脆性の顕著な異方性の原因についても検討した。

2. 2次加工脆性と低温脆性の比較

2.1 試料および実験方法

脱炭脱窒焼鈍した商用リムド冷延鋼板より2次加工脆性程度の異なる試料を用意し、その一部はCCV試験機で規定のブランク径より一段小さいブランクを用いて絞り抜いたのち、室温で落重により衝撃破壊してその破壊状況を観察し、また破面を走査型電子顕微鏡で観察した。また残りの一部からはFig. 2に示す小型引張試験片を作製し、liq. N_2 中で引張りその荷重-伸び曲線を記録するとともに、その破断面を走査型電子顕微鏡で観察

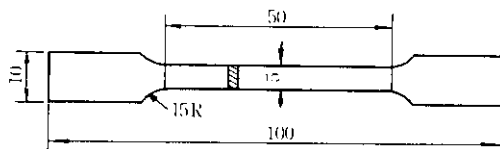


Fig. 2 Specimen for tensile test in liquid nitrogen

した。引張試験はインストロン型引張試験機を用い、liq. N_2 中に浸漬した状態でクロスヘッド速度 20mm/min で行なった。

2.2 実験結果

Fig. 3 に 2 次加工脆性程度の異なる試料を 常温でカップに絞り加工後、常温で落重により衝撃破壊させたときの破壊状態、破面の走査型電子顕微鏡組織、および 1 次加工を加えないで、原板そのまま liq. N_2 中で引張り破壊させたときの破面の走査型電子顕微鏡組織と、引張り時の荷重-伸び曲線をまとめて示す。もっとも 2 次加工脆性を起こしにくい試料 A は、カップを常温で衝撃的に破壊させた場合も、また原板を liq. N_2 中で引張った場合もともに結晶粒内でへき開破壊しており、liq. N_2 中の引張りではかなりの伸びを示している。

一方、もっとも 2 次加工脆化しやすい試料 C はカップを常温で破壊させた場合も、原板を liq. N_2 中で引張って破壊させた場合もともに粒界で破壊

しており、liq. N_2 中で引張ったときの伸びはまったくなく降伏点までに破壊している。中間の試料 B では破面は一部粒界、一部へき開であり、liq. N_2 中での伸びも多少現われて試料 A と C の中間にあることがわかる。この試料では、2 次加工での破面より原板を liq. N_2 中で引張ったときの破面のほうが粒界破壊の占める割合が大きい、これは一次加工の程度によって変化するものと考えられる。試料 C の破面に認められる結晶粒径は、カップを破壊させた場合のほうが原板を liq. N_2 中で引張って破断させた場合より著しく大きくなっているが、この理由についてはあとに説明する。

これらのことから非加工試料の低温での脆性破断と、2 次加工時の常温脆性破断が同一の機構に基づく現象であることが示唆され、2 次加工脆性の程度は原板を liq. N_2 中で引張ったときの伸びから予知しうることがわかった。

2.3 考察

今回の実験から、脱炭脱窒焼鈍した極低炭素鋼板の 2 次加工脆性は、粒界破壊による原板の低温脆性と同一の機構によって起こることが明らかとなった。さて粒界で脆性破壊が起こるか否かは変形の温度または一次加工の影響で結晶粒内の変形抵抗と粒界強度の相対的な大小関係が定まり、それによって決まると考えられる。**Fig. 4** はこれを略図的に示したもので、温度が低下することにより結晶粒内で転位が動くのに要する力が粒界強度

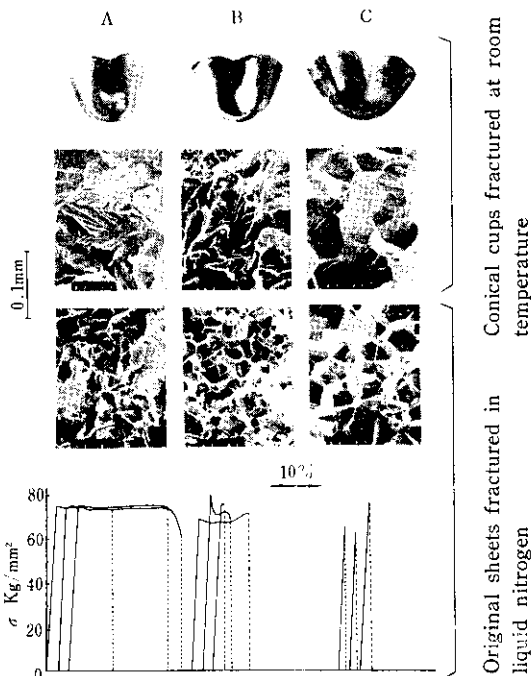


Fig. 3 Fractographs and stress-strain curves of decarburized sheets

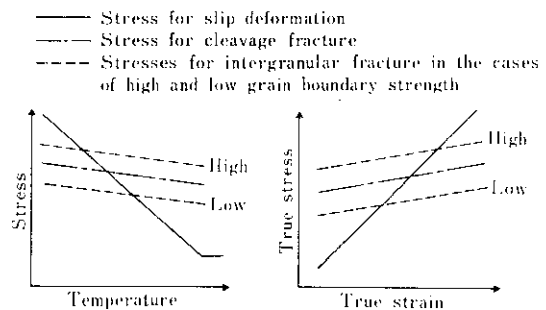


Fig. 4 Schematic illustration of the dependence of the stresses for slip deformation, intergranular fracture and transcrystalline fracture on temperature and strain

を超えるか、あるいは予変形での圧縮加工硬化によって粒内の変形抵抗が粒界強度を上廻る状態になっていると粒界で破断が起こる。

すなわち粒界強度もちろん温度および予変形の加工度によって変化するが、その変化は粒内の変形抵抗の変化ほど大きくないと考えられ、一般に常温では粒内より粒界のほうが強いが、ある温度以下あるいは加工度以上になると粒界強度より粒内の変形抵抗のほうが大きくなると考えられる。さらに変形により粒径自身の変化も起こるので、それに基づく粒界での応力集中度の変化や二次加工での歪速度の寄与なども同時に考慮せねばならないが、冶金学的理由によって本質的に粒界強度が弱い材料では、加工または温度低下によって粒内の変形抵抗が増した状態では粒界が容易に破断し、脆性破壊を起こすものと考えられる。

しかし粒界強度が弱い板でも、予変形を与えずに常温で引張った場合は、その引張りによる加工硬化で粒内の変形抵抗が粒界強度より大きくなるまでに粒内に void が形成されるため延性破断が起こる。すなわち、いま加工硬化による粒内の変形抵抗の増加が(1)式に従うものとし、 $n=0.25$ 、1%伸びの点での変形応力を $\sigma_t=25\text{kg/mm}^2$ と仮定して定数 C を求め、(1)式から σ_t が liq. N_2 中で引張ったとき、粒界破断する場合の応力 70kg/mm^2 に達するに要する伸びを計算すると 326% となる。

$$\sigma_t = C \varepsilon_t^n \quad \dots\dots\dots(1)$$

σ_t : 真応力

ε_t : 真歪

n : 加工硬化係数

C : 定数

通常脱炭脱窒焼鈍鋼板を室温で引張ったときの

伸びは50~55%であり、したがって室温で引張った場合は上述のような大きな加工硬化を生ずるまでに延性破断が起こることになる。したがって、2次加工で脆性を示すようになるための1次変形での大きな加工硬化は、その1次変形を圧縮変形で与えた場合でなければ起こらないことになる。プレス絞り加工による予歪はこの圧縮変形に相当する(なおプレスで絞り加工する場合には、加工硬化だけでなく後述するように結晶粒形状の変化による効果も不利に作用する)。

さて上記議論だけでは、一般に経験される2次加工脆性の方向依存性、すなわち1次加工の際、強度の圧縮変形を受けた部分に逆方向の引張り応力が加わったとき脆性破壊しやすいという現象の原因を説明しえない。この点については後に詳しく検討する。

3. 組成および焼鈍時熱履歴の影響

脱炭脱窒焼鈍鋼板の2次加工脆性が、原板の粒界破断に基づく低温脆性と同様の現象であるとする、純鉄の脆性と同様に粒界の微量のC量の変化が脆化に対して顕著に寄与していると考えられる。そこで組成および熱延条件の異なる冷延鋼板(リムド鋼およびAlキルド鋼)を異なる焼鈍条件で焼鈍したときの脆性および時効性について検討した。

3.1 試料および実験方法

Table 1 に用いた試料の記号および冷延板分析値を示す。R 1, R 2は商用通常工程材のリムド鋼の鋼塊 Top 部と Bottom 部の試料であり、Top 部のほうが、P, S, O含有量が高い。R 3は

Table 1 Composition of cold rolled sheet

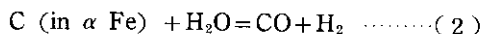
(wt%)

	C	Si	Mn	P	S	Al _{tot}	As	Sn	Sb	N	O
R 1	0.076	0.002	0.32	0.010	0.017	0.001	0.004	0.004	0.003	0.0023	0.0212
R 2	0.050	0.001	0.34	0.008	0.010	<0.001	0.002	0.003	0.002	0.0017	0.0122
R 3	0.038	0.001	0.35	0.006	0.009	0.001	0.002	0.001	0.001	0.0008	0.0211
A 1	0.063	0.018	0.36	0.010	0.012	0.056	0.003	0.002	0.002	0.0057	0.0023

熱延時高温巻取を行なったリムド鋼であり、A1は通常のAlキルド鋼である。試料は100×200mm²に剪断し、洗浄のちスパーサーを挟んで積み重ね、Fig. 5に示す3種の焼鈍サイクルで焼鈍した。No. 1 サイクルは脱炭脱窒焼鈍、No. 2

サイクルは脱炭脱窒焼鈍後鋼中C量が0.003%となるよう組成を調整した雰囲気中で焼鈍し、C含有量を調整したものである。

雰囲気組成はHudson²⁶⁾らが報告している実験結果から得られる平衡恒数により以下のようにして求めた。



$$K = P_{\text{CO}} \cdot P_{\text{H}_2} / a_{\text{C}} \cdot P_{\text{H}_2\text{O}} \quad (3)$$

$$K' = a_{\text{C}} \cdot K = P_{\text{CO}} \cdot P_{\text{H}_2} / P_{\text{H}_2\text{O}} \quad (4)$$

Hudsonらは各温度およびC濃度に対する K' の値としてTable 2の結果を与えている。Table 2では704°Cでの K' の値は0.11~0.74% Cの試料についてのみ得られており、この範囲ではC含有量に係りなく K' は2.50~2.95であるが、C<0.05%のものについては得られていない。704°Cでの K' の値が0.11~0.74% Cの範囲ではC含有量に係りなくほぼ一定値(平均2.69)を示すのは、この範囲のC含有量ではTotal C含有量が変化しても、Fe₃Cの量が変化するだけで固溶C量(a_{C})は変化しないためである。

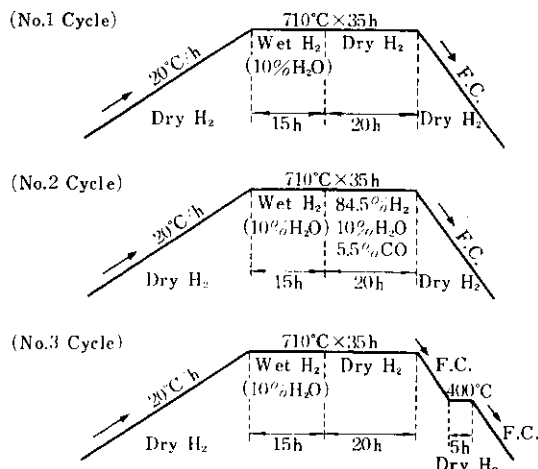


Fig. 5 Heating cycles for recrystallization annealing

Table 2 K' values given by Hudson et al²⁶⁾

Temp.		$K' = P_{\text{H}_2} \cdot P_{\text{CO}} / P_{\text{H}_2\text{O}}$						$\bar{K}'$	C solubility in α Fe	K^* in α Fe
°F	°C	G = 0.013	0.05	0.11	0.20	0.37	0.74			
1200	649	—	—	1.28	1.05	1.14	1.27	1.18	0.0127	92.9
1250	677	—	—	2.00	1.83	1.94	2.10	1.97	0.0151	130.5
1300	704	—	—	2.95	2.50	2.71	2.61	2.69	0.0176	152.8
1350	732	—	—	2.72	2.69	2.71	2.66			
1400	760	—	—	2.52	2.33	2.50	4.28			
1450	788	—	—	2.20	2.19	2.50	6.26			
1500	816	—	—	1.84	1.82	3.20	7.56			
1550	843	—	—	1.74	2.10	4.17	8.51			
1600	871	0.97	1.23	1.43	2.80	5.59	11.86			
1650	899	0.50	0.92	2.09	3.00	5.93	16.10			
1700	927	0.28	1.22	2.89	—	—	—			
1750	954	0.28	—	—	—	—	—			
1800	982	0.32	—	—	—	—	—			

$$* K = \frac{P_{\text{H}_2} \cdot P_{\text{CO}}}{a_{\text{C}} \cdot P_{\text{H}_2\text{O}}} \div \frac{P_{\text{H}_2} \cdot P_{\text{CO}}}{(\text{sol. C}\%) \cdot P_{\text{H}_2\text{O}}}$$

一方 704°C において、 α Fe 中で Fe_3C と平衡する固溶 C 量は 0.0176% であることが知られており²⁷⁾、固溶限以下の C 含有量に対する K' の値は近似的に ($a_c \propto \text{C 含有量}$ として) 次式で与えられる。

$$K' = 2.69 / 0.0176 \times \text{C\% (at 704°C)} \cdots (5)$$

したがって、 H_2 , CO , H_2O 混合ガス中で 704°C で焼鈍したとき、気相と平衡する Fe 中の C 濃度は次式で与えられる。

$$\begin{aligned} \text{C\%} &= 0.0176 / 2.69 \times P_{\text{CO}} \cdot P_{\text{H}_2} / P_{\text{H}_2\text{O}} \\ &= 0.0065 \times P_{\text{CO}} \cdot P_{\text{H}_2} / P_{\text{H}_2\text{O}} \cdots (6) \end{aligned}$$

(6) 式より、鋼中 C 含有量を 0.003% にするには、Fig. 5 に示すように、 $0.845P_{\text{H}_2}$, $0.055P_{\text{CO}}$, $0.10P_{\text{H}_2\text{O}}$ にすればよいことになる。

目標 C 含有量を 0.003% としたのは、純鉄の低温脆性と C 含有量の関係が本多ら¹⁰⁾によると、 $\text{C} = 0.002\%$ を境にして急激に変化しており、同様のことが通常のリムド鋼および Al キルド鋼で起こるかどうかを確認するためである。No. 3 サイクルは No. 1 と同様の脱炭脱窒焼鈍を行なったのち、冷却過程で 400°C で 5 時間保持し、C の粒界への平衡偏析を促進しようとしたものである。

Mc Lean²⁸⁾ によると粒内濃度と平衡する粒界濃度は次式で与えられる。

$$C_d = C \exp(Q/RT) / [1 + C + C \exp(Q/RT)] \cdots (7)$$

C_d : 粒界濃度

C : 粒内濃度

Q : 粒界と固溶原子との interaction energy

(7) 式から粒界への平衡偏析は温度が低いほど大きくなることになるが、一方 C の拡散速度は温度の低下とともに急激に低下するため、平衡状態に到達しえなくなる。そこで実験条件を設定するにあたり、比較的短時間たとえば 5 時間で平衡に到達せしめるため、その時間で C 原子が結晶粒の半径程度の距離を十分動きうる拡散速度を有する温度として 400°C を設定した。焼鈍後の試料は通常の引張試験、CCV, r 値, aging index, 顕微鏡組織の観察を行なうとともに、カップに成形後落重での衝撃破壊による 2 次加工脆性テスト, liq. N_2 中での原板の引張試験および小型シャルピー

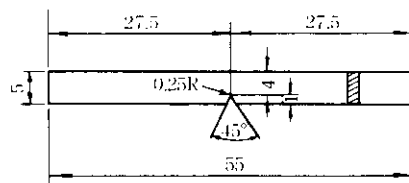


Fig. 6 Specimen for mini Charpy test

試験機による衝撃試験を行なった。

2 次加工脆性テストおよび liq. N_2 中での引張りは 2.1 節と同様の方法で行ない、小型シャルピー衝撃試験は Fig. 6 に示す試片を用い、島津シャルピー式 0.3kg·m 衝撃試験機を使用して 27.5°C (室温), -75°C (ドライアイスアルコール), -130°C (イソペンタン + liq. N_2), -150°C (イソペンタン + liq. N_2), -196°C (liq. N_2) の各温度で行なった。Aging index は室温で 7.5% の予歪を与えたのち 100°C × 30min の時効を行ない、時効後の下降伏点と予歪時の 7.5% 伸びの点での変形応力の差 ($\Delta\sigma$) を求めた。

3.2 実験結果

Table 3(a) に焼鈍後の試料の C, N の化学分析値, Table 3(b) に常温での引張特性および aging index, Table 3(c) に liq. N_2 中での引張特性および 2 次加工脆性程度, Table 3(d) に CCV, r および結晶粒度を示し, Fig. 7 に小型シャルピー試験機による衝撃試験結果を, Photo. 1 に断面顕微鏡組織を示すこれらの結果から次のことが認められる。

(1) 分析値, 常温引張特性および aging index

i) C は No. 1 および No. 3 サイクルでは分析値の平均値は 0.002% であるが, No. 2 サイクルでは目標どおり 0.003% になっている。N はリムド鋼ではすべて 0.005% 以下となっているが, Al キルド鋼では冷延板より増加している。これはリムド鋼と同時に炉に積込んで焼鈍したため、リムド鋼中の N が Al キルド鋼に移行したものと考えられる。

ii) No. 1, No. 3 と No. 2 サイクルでは C 分析値の差はわずか 0.001% であるが、常温引張特性には明らかに差が認められ、No. 2 サイクルで

Table 3 (a) C and N contents in annealed specimens

(wt %)

Specimen	Annealing cycle	C			N		
		1	2	3	1	2	3
R 1		0.002	0.003	0.003	<0.0005	<0.0005	<0.0005
R 2		0.002	0.003	0.001	"	"	"
R 3		0.002	0.003	0.002	"	"	"
A 1		0.002	0.004	0.001	0.0071	0.0081	0.0079

Table 3 (b) Tensile properties at room temperature and aging index (A.I.)

	Y.P. (kg/mm ²)			T.S. (kg/mm ²)			El. (%)			A.I. (kg/mm ²)		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
R 1	—	14.3	—	25.2	25.7	26.2	51	50	52	—	4.1	—
R 2	—	14.7	—	25.1	26.0	25.9	52	52	53	—	5.0	—
R 3	—	14.6	—	24.9	25.5	24.9	55	52	54	—	4.4	—
A 1	—	21.7	—	28.3	28.7	28.5	51	49	51	—	4.5	—
				25.88	26.48	26.38	52.25	50.75	52.50	—	4.50	—

Table 3 (c) Tensile properties at liquid nitrogen temperature

	Y.P. (kg/mm ²)			T.S. (kg/mm ²)			El. (%)			Fracture mode*		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
R 1	—	68.8	—	51.9	74.7	57.9	0	15.1	0	×	○	×
R 2	—	69.6	—	53.0	74.6	57.2	0	17.4	0	×	○	×
R 3	—	69.1	—	55.5	74.5	55.9	0	16.5	0	×	○	×
A 1	—	78.7	—	74.9	77.8	73.9	0	10.4	0	×	○	×
				58.82	75.40	61.23	0	14.85	0			

* × Brittle fracture

○ Ductile fracture

Table 3 (d) Deep drawabilities and grain sizes of specimens

	CCV			r			G.S. No.		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3
R 1	Drawn through	Drawn through	Drawn through	1.76	1.80	1.72	6.2	6.5	6.1
R 2	"	"	"	1.73	1.72	1.80	5.7	6.3	5.7
R 3	"	"	"	1.64	1.51	1.67	5.4	5.7	5.1
A 1	"	"	"	1.56	1.61	1.67	7.9	8.0	7.8
				1.67	1.66	1.72	6.30	6.62	6.18

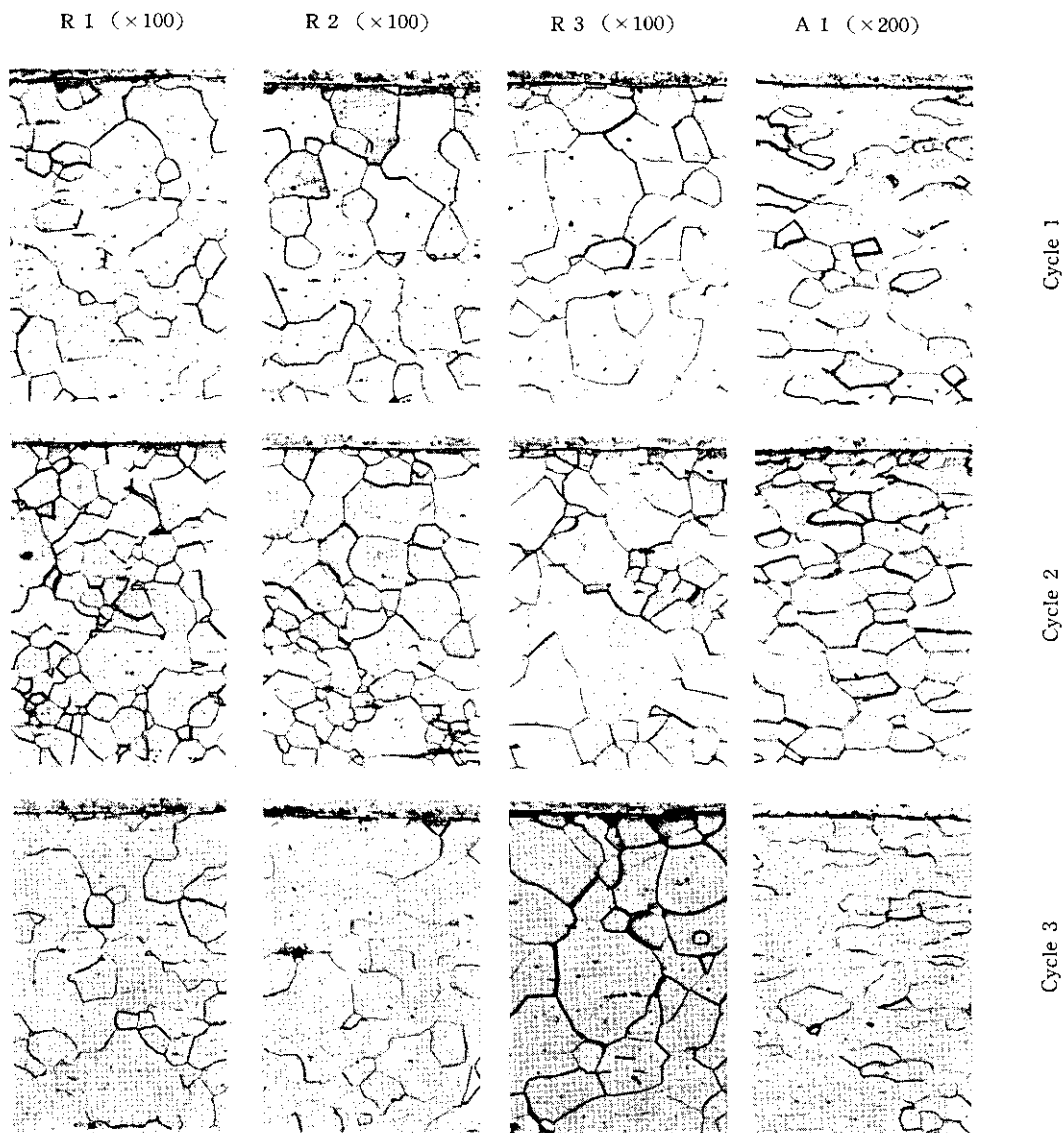


Photo. 1 Microstructures of annealed specimens

は上下降伏点が認められ、aging index も高いが、No. 1, No. 3 サイクルでは上下降伏点が認められず aging index も零である。T.S. および El. は Y.P., aging index ほどの差は認められないが、No. 2 サイクルは多少 T.S. が高く El. が低い。この差は主として結晶粒径の差に起因すると考えられる。

iii) Al キルド鋼はリムド鋼と比べて結晶粒径が小さく、T.S. が高く、El. は低い、鋼塊 Top,

Bottom 部間の組成の差および熱延時巻取温度の差の影響は明確でない。

(2) liq. N₂ 中の引張特性、シャルピー衝撃試験および2次加工脆性

i) No. 2 サイクルで焼鈍したものは T.S. が著しく高く、liq. N₂ 中でも10数%の伸びを示すが、No. 1 および No. 3 サイクルで焼鈍した場合は降伏点までに破断し、伸びは零である。常温でカップに絞り加工後衝撃破壊させた場合も、No. 1

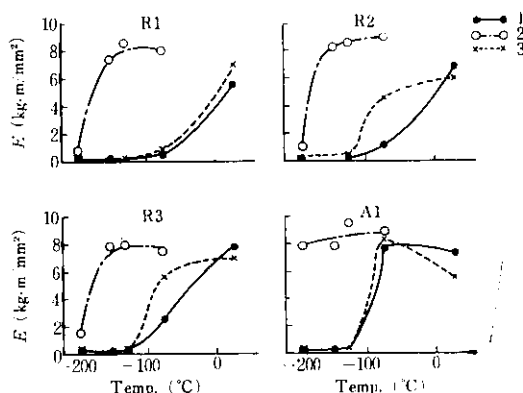


Fig. 7 Results of Charpy test (E : absorbed energy)

No. 3 サイクルで焼鈍したものでは顕著な 2 次加工脆性を示すが、No. 2 サイクルで焼鈍した場合は脆性破壊しない。

ii) Al キルド鋼は結晶粒径が小さく、C 含有量が低下した No. 1 および No. 3 サイクルでも比較的高い T.S. を示すが、伸びは零で脆性破壊することはリムド鋼と同じである。

iii) No. 1, No. 3 サイクルでは liq. N_2 中の伸びはどちらも零であるが、T.S. は No. 3 のほうが高いものが多い。また熱延巻取温度および鋼塊位置による組成の差はあまり影響しない。

iv) シャルピー衝撃試験の遷移温度は、No. 2 サイクルで焼鈍したものは No. 1 および No. 3 で焼鈍したものより明らかに低い。 $-75^{\circ}C$ での吸収エネルギーは、リムド鋼鋼塊 Top 部に相当する (P, S 含有量が高い) 試料 R1 では No. 1, No. 3 サイクルとも非常に低いが、鋼塊 Bottom 部に相当する R2, R3 では No. 1 より No. 3 サイクルのほうが高く、また Al キルド鋼ではどちらも高い。

(3) 深絞り性および結晶粒度

i) 強度の脱炭脱窒焼鈍を行なっているため深絞り性は非常によく、CCV はすべての試料が絞り抜けている。r 値は No. 2 サイクルで焼鈍したものが No. 1 および No. 3 サイクルで焼鈍したものよりやや低いが、これは結晶粒径がやや小さいためと考えられる。

3.3 考察

No. 2 サイクルで焼鈍した試料は、No. 1 および No. 3 サイクル焼鈍の試料と比べて C 含有量はわずか 0.001 % 高いだけであるが、2 次加工脆性、liq. N_2 中での El., T.S. およびシャルピー衝撃試験の遷移温度は明らかに異なる。常温引張試験での、T.S., El., η も No. 2 サイクルの試料は他のものと少し異なるが、これは主として結晶粒径の差に基づくものと考えられ、微量の含有量の差が再結晶焼鈍末期の粒成長に寄与すること、および粒径の差を通じて焼鈍後の諸特性に寄与することを示している。

今回の実験では、0.003 % C となった No. 2 サイクル焼鈍の試料が 2 次加工脆性を示さず、liq. N_2 中でもかなりの伸びを示すが、aging index も明らかに高く非時効性となっていない。一方、0.002 % C の No. 1 および No. 3 サイクル焼鈍の試料は顕著な 2 次加工脆性を示すが aging index は零である。したがって 0.002 % C と 0.003 % C のわずか 0.001 % の差が、2 次加工脆性および時効性に対して支配的役割を演じていることになる。

冷却途中で適当な温度で保持することによって鋼中の C を粒界に有効に偏析させ、時効特性を劣化させないで脆性を改善しようとする試みは、今回の実験では明確な効果が得られなかった。これは初期の脱炭脱窒焼鈍の際含有量が低くなり過ぎたため、冷却過程で C の粒界への偏析を促進させても、粒界を十分強化するに足る C が鋼中に残存していなかったことによるものと考えられる。

シャルピー衝撃試験では、No. 1 と No. 3 サイクル焼鈍材に差が認められることから、適量の C を含んでいる場合には冷却過程で C を粒界に偏析させる処理も十分有効と考えられるが、この場合もまず C 含有量を適当に制御することが必要である。

鋼塊 Top 部と Bottom 部の組成の差および Al キルド鋼とリムド鋼の差は、シャルピー衝撃試験および liq. N_2 中での T.S. では差が認められるが、カップに絞り加工後の 2 次加工脆性および liq. N_2 中での伸びでは差は認められず、一方 No. 1 および No. 3 と No. 2 サイクルの間の差

はリムド鋼, Al キルド鋼, 鋼塊 Top 部, Bottom 部に関係なく一致して明確な変化を示している。このことから, 脱炭脱窒焼鈍鋼板の2次加工脆性は, C以外の元素の含有量および結晶粒径によっても影響されるが, その寄与は小さく, 微量のC含有量の変化が支配的役割を演じていることは間違いないと考えられる。

4. 微量C含有量の変化と諸特性の関係

今までの実験で脱炭脱窒焼鈍鋼板の2次加工脆性, および aging index の両方に対して微量のCが支配的役割を演じていることが認められたが, C含有量0.003%では2次加工脆性は起こらず, liq. N₂ 中でもかなりの伸びを示すが, aging index が高く非時効性とはならず, 一方0.002% C では aging index は零であるが顕著な2次加工脆性を示す。したがって, 2次加工脆性を示さずかつ非時効性であるC含有量の範囲は, 存在するとしても化学分析値でC=0.002%と0.003% Cの間のわずかに0.001%の範囲内にあり, 通常の化学分析では規制できないと考えられた。そこで今回は焼鈍雰囲気と平衡させることによって, 0.003% C以下の範囲の微量のC含有量を制御し, それと諸特性の係関を調べることにした。

4.1 試料および実験方法

Table 1のR3の試料を用い100×200mm²に剪断, 洗浄のちスペーサーを挟んで積重ね, Fig. 5のNo. 1 サイクルでいったん完全に脱炭脱窒焼鈍した。これらから Fig. 2 に示す小型引張試験片および幅3mm, 長さ130mmの内耗用試験片を加工し, Fig. 8 に示すように試料支持台に並べてふたたび炉中に入れ, Fig. 9 に示すサイクルで焼鈍し, 組成を調整した気相と平衡させることによって浸炭し, 鋼中の微量のC濃度を調節した。雰囲気組成による浸炭焼鈍過程での結晶粒径の変化を防止するため, このときの温度は先の脱炭脱窒焼鈍温度より低くした。

焼鈍後の試料について, liq. N₂ 中での引張り, aging index および内耗 Snoek's peak の測定を行ない, また引張試験後の試片についてCの

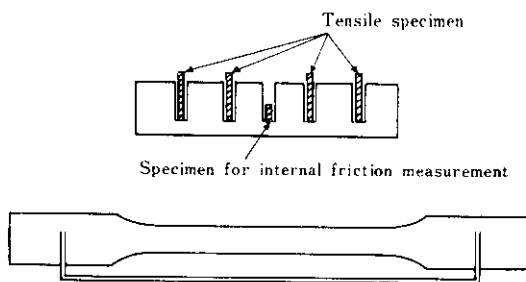


Fig. 8 Setting of specimens for carburizing annealing

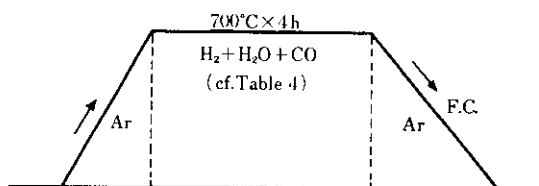


Fig. 9 Heating cycle for carburizing

化学分析を行なった。liq. N₂ 中の引張りおよび aging index の測定は3節と同様の方法で行なった。内耗測定はコレット型測定装置を用い, 周波数1.20~1.25c/sで行なった。

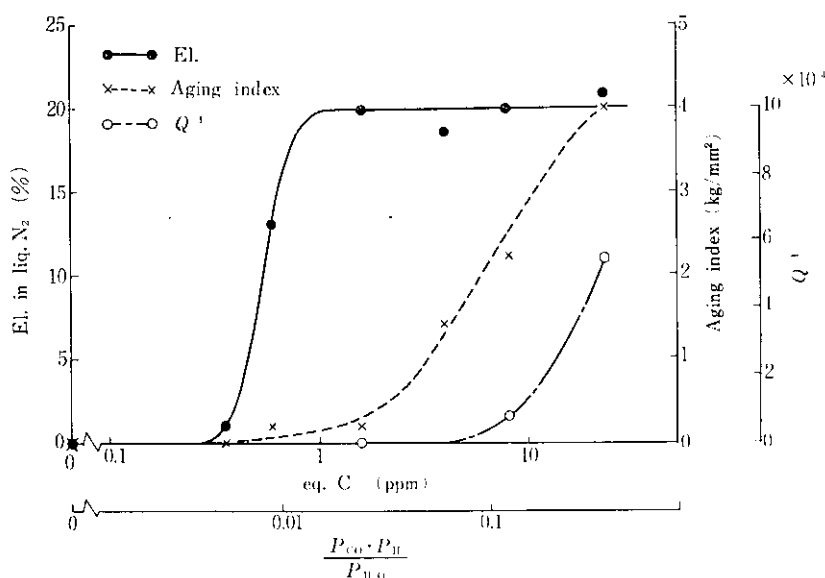
4.2 実験結果

Table 4にC含有量調整のために用いた浸炭焼鈍での雰囲気ガスの組成およびこれから計算される鋼中の理論平衡C含有量, および焼鈍後の試料の実際のC化学分析値を示し, Fig. 10に理論C含有量とliq. N₂ 中での伸び, aging index, 内耗 Snoek's peak 高さの関係を示す。

化学分析によるC分析値は理論C濃度が0~8 ppmの間で変化してもまったく変化せず, すべて0.002%となっており, 理論C濃度が23.4 ppmになるとはじめて0.003%となっている。したがってCの化学分析値からは, はたして理論値通りにC濃度が雰囲気組成に対応して変化しているかどうかはなほ疑問であるが, Fig. 10に示されるようにliq. N₂ 中引張特性, aging index は明らかに理論C濃度と対応した変化を示していることが注目される。liq. N₂ 中での伸びは理論C濃

Table 4 Atmospheric gas compositions for carburizing annealing and theoretical and analytical C contents in steel

	Gas (vol. %)			$\frac{P_{CO} \cdot P_{H_2}}{P_{H_2O}}$	C % (Calc.)	C % (Anal.)
	P_{CO}	P_{H_2O}	P_{H_2}			
0	0	10.0	90.0	0	0	0.002
1	0.1	15.0	84.4	0.00349	0.00036	0.002
2	0.1	10.0	89.9	0.00899	0.00036	0.002
3	0.2	7.5	92.3	0.0246	0.00161	0.002
4	0.5	7.5	92.0	0.0613	0.00401	0.002
5	1.0	7.5	91.5	0.122	0.00798	0.002
6	3.0	7.5	89.5	0.358	0.0234	0.003

**Fig. 10** Relations between theoretical C content and elongation in liquid nitrogen, aging index and Snoek's peak height of carburized specimens

度 0.4ppm 付近から増加しはじめ、2ppm を超えとほぼ一定値(約20%)に達するのに対し、aging index は理論C濃度 2ppm ではまだ非常に低い値を示し、4ppm 付近から急激に増加していく。

また内耗 Snoek's peak は理論C濃度 1.6ppm ではまったく認められず、8ppm 付近から認められるようになる。この結果から理論C濃度 0.6~3ppm の範囲では aging index は十分に低く、かつ liq. N₂ 中でも十分の伸びが得られることになるが、このC濃度の範囲は化学分析はもちろ

ん、内耗 Snoek's peak でも規制できないことになる。

4.3 考察

今回の実験では、組成を調整した雰囲気ガス中で焼鈍することによって微量のC含有量の制御を行なったが、雰囲気組成から計算される理論C濃度が0から 8 ppm に変化しても、焼鈍後の試料の化学分析値はすべて0.002%と同じ値を示した。しかし実験の結果、Fig. 10 に示したように理論

C濃度と liq. N₂ 中の引張特性, および aging index は矛盾なく対応している, これらの特性に影響するC濃度は, 化学分析値と関係なく, 雰囲気ガス組成に対応して理論値どおり変化していたものと考えられる。化学分析値との差の原因については現時点では明らかではないが, すべてを分析誤差に帰するには大きすぎると考えられる。そこで鋼中の不純物原子と interact して原子対を作り, 上述の諸性質の変化に関与しない状態になっているCが存在している可能性を考え, リムド鋼と電解鉄試料を同時に脱炭焼鈍し, 焼鈍後のCを分析したが有意な差は検出できなかった。

理論C含有量 1.6ppm 以下では Snoek's peak はまったく認められないが, liq. N₂ 中での伸びは0から20%付近まで変化しており, また aging index も Snoek's peak が認められるまでにかなりの増加が認められる。このことから, 気相から鋼中に入ったC原子は初めは粒界に偏在して粒界強度を増し, つぎに転位の周辺に atmosphere を形成して aging を生ぜしめる状態となり, さらにCがはいると初めて Snoek's peak として観測されるような free な状態でも存在するようになると考えられる。微量のCの存在による粒界強化の機構については, 今回の実験からは議論できないが, かりに界面の Fe 原子 site の数に相当するC原子の数を計算すると次のようになる。

結晶粒径を0.03mmとすると単位体積あたりの粒界面積は $10^3 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$ となり, Fe 原子の site の数は $1.3 \sim 1.8 \times 10^{18}/\text{cm}^3$ となる。したがってこれと同数のC原子は, 重量比で表わすと 3.2~4.6wt ppm となる。粒界の強化に対してはC原子が Fe 原子と必ずしも 1:1 に存在しなくてもよいと考えられること, また強度の脱炭脱窒焼鈍を行なった鋼板の結晶粒径は 0.003mm 以上になることが多いこと, さらに今回の実験で理論C濃度 0.4ppm 付近から liq. N₂ 中での伸びが増加しはじめていることは, 焼鈍雰囲気組成から計算した理論C濃度が, 粒界強化に寄与する effective なC量と対応していると考えて, それほど矛盾はないことを示している。

なお前節の実験結果において, 理論C濃度 30

ppm の試料の liq. N₂ 中での伸びは 10.4~17.4 %である。これに対して今回の実験での理論C濃度 1.6~23ppm の試料は, liq. N₂ 中で約20%の伸びを示している。このことから, 理論C濃度が 1.6~23ppm で liq. N₂ 中の伸びは極大値を示し, これよりC含有量が増すとふたたび低下することが予想される。

5. 2次加工脆性の異方性に関する検討

前述のように, 2次加工脆性は1次加工の際, 強度の圧縮変形を受けた部分が, 2次加工の際逆に引張方向の力を受けたときにのみ起こり, 他の方向の力を受けても起こりにくく, また1次加工が引張りや圧延の場合には起こりにくい。このような2次加工脆性の方向依存性については, 現在まで論理的な説明はなされていない。

脱炭焼鈍冷延鋼板の2次加工脆性が, 過脱炭に起因する原板の粒界脆性破断と本質的に同じ現象で, とともに粒界強度と粒内の変形抵抗の相対的な関係で決まるものであれば, 2次加工脆性の異方性についても, 1次加工の残留応力とか集合組織の変化とは別に, 変形による結晶粒径の変化とそれに基づく異方性の発生についてまず検討する必要がある。

粒内の強度が粒界強度より十分大きいときの試片の見掛けの強さは粒界の強度で決まるから, それは粒界単位面積あたりの強さに破断面積を掛けたものになる。Fig. 11 は試片内での粒界の存在の様子が変形によってどのように変わり, それに対して2次加工時の応力が相対的にどのような関係になるかを略図的に示したものであり, 図の中央は変形前の状態, 左側は圧縮変形後それと逆に引張った場合, そして右側は圧縮変形後他の方向に引張った場合の状況を示す。また下の図は皮ベルトの接合の場合を例にとりて, それぞれの場合に対応する接合部分の形状と応力の関係を示したものである。皮ベルトを接合する場合は, 一般にベルトの強度より接合強度のほうが弱く, 図の中央のように斜めに切って接合し, 接合面積を増すこと, および接合面を剝離する方向の分力を減少させることによって強度を増している。したがっ

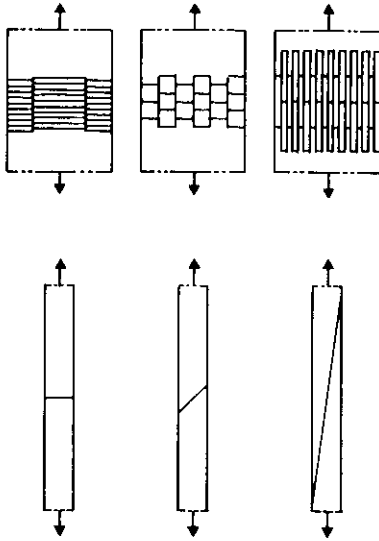


Fig. 11 [Top] Schematic representation of the change in the relation between grain-boundary configuration and the direction of stretching after preliminary deforming (compression)
 (Middle figure shows the initial state before pre-deforming)
 [Bottom] The models of the adhesion methods of leather belt which symbolize the situations shown in the top figures

たとえ接合強度が同じでも、図のように垂直断面で接合すると強度は弱く接合面で容易に剝離するが、右図のように小さな角度で斜めに切って接合すると、接合部のほうが強くなって接合部以外の部分で破断するようになる。

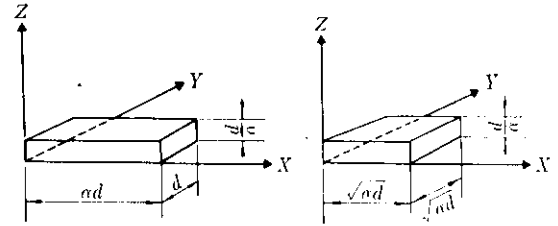
2次加工脆性は、1次加工の際強度の圧縮変形を受けた部分がそれと逆の引張方向の力を受けたとき起こりやすく、他の方向に力を加えても起こりにくい。これはちょうど皮ベルトモデルのように接合強度（粒界強度）が全体の強度を支配する場合には、その接合部（粒界）の占める面積の大小が直接的な要因となり、しかも Fig. 11 の左側と右側に図示したように試片の幾何学的断面と、粒界をつなぐ断面の関係が方向によって大きく異なることに起因するものと考えられる。粒界強度が弱く破断が粒界に沿って起こる場合、破断面積（ S ）と幾何学的な試料断面積（ A ）との比（ S/A ）は、加工前に結晶粒が等軸晶と仮定する

と、結晶粒を球としても立方体としてもつぎのようにならざるを得ない。

$$\text{球の場合} \quad S/A = (4\pi r^2 \times 1/2) / \pi r^2 = 2$$

$$\text{立方体の場合} \quad S/A = \{d^2 + (d^2/2 \times 1/2) \times 4\} / d^2 = 2$$

冷間圧延または圧縮によって板厚 t_0 から t に変形したあとの試料を、圧延方向（ X ）、板厚方向（ Z ）、およびこれに垂直な方向（ Y ）に引張る場



a Rolling

b Compression

$$\alpha = \frac{t_0}{t}$$

a : Rolling

$$\begin{cases} S_X = \left(\frac{d^2}{\alpha} + \frac{d^2}{2} + \frac{\alpha d^2}{2} \right) \cdot n \\ \quad = \left(1 + \frac{\alpha}{2} + \frac{\alpha^2}{2} \right) \cdot A & \left(n = \frac{\alpha A}{d^2} \right) \\ S_Y = \left(d^2 + \frac{\alpha d^2}{2} + \frac{d^2}{2\alpha} \right) \cdot n \\ \quad = \left(1 + \frac{\alpha}{2} + \frac{1}{2\alpha} \right) \cdot A & \left(n = \frac{A}{d^2} \right) \\ S_Z = \left(\alpha d^2 + \frac{d^2}{2} + \frac{d^2}{2\alpha} \right) \cdot n \\ \quad = \left(1 + \frac{1}{2\alpha} + \frac{1}{2\alpha^2} \right) \cdot A & \left(n = \frac{A}{\alpha d^2} \right) \end{cases}$$

b : Compression

$$\begin{cases} S_X = S_Y = \left(\frac{\sqrt{\alpha}}{\alpha} d^2 + \frac{\sqrt{\alpha}}{2\alpha} d^2 + \frac{\alpha d^2}{2} \right) \cdot n \\ \quad = \left(\frac{3}{2} + \frac{\alpha^{\frac{1}{2}}}{2} \right) \cdot A & \left(n = \frac{\sqrt{\alpha} \cdot A}{d^2} \right) \\ S_Z = \left(\alpha d^2 + \frac{\sqrt{\alpha}}{\alpha} d^2 \right) \cdot n \\ \quad = \left(1 + \frac{1}{\alpha^{\frac{1}{2}}} \right) \cdot A & \left(n = \frac{A}{\alpha d^2} \right) \end{cases}$$

S : Grain boundary area

A : Cross sectional area

n : Number of grain in unit cross sectional area

a : Grain diameter

X : Rolling direction

Y : Transverse direction

Z : Normal direction of sheet plane

Fig. 12 Calculation of the ratio of the grain boundary area and the geometrical cross-sectional area after preliminary rolling or compressive deformation

合、各方向に垂直な破断面上での粒界面積 (S_x , S_y , S_z) と冷間加工率 ($t_0/t=\alpha$) の関係を Fig. 12, Fig. 13 に示す。Fig. 13 によれば、圧縮変形を与えたのち、その圧縮方向と逆方向(Z方向)に引張る場合は、幾何学的断面積に対する破断粒界面積の比 (S/A) が、はじめの圧縮率の増加とともに急激に低下して1に近づくが、他の方向に引張る場合は粒界面積が相対的に急激に増加することが認められ、粒界単位面積あたりの強度が同じでも、後者の場合は粒界で破断しにくくなること示唆される。

もちろん変形の過程で粒界、粒内ともその性質が変化し、粒形状の変化により応力集中程度も変化するため、個々の粒を接着剤で接合した場合のような上述の議論がそのまま成立するわけではないが、2次加工脆性の方向依存性を定性的には説明できると考えられる。このことを実験的に確認

するために、圧延によって粒の形状を変化させ、粒界面積と幾何学的断面積の比 (S/A) を変化させた試料について liq. N_2 中で引張試験を行ない、引張特性の変化について検討した。

5.1 試料および実験方法

4.1節の脱炭脱窒焼鈍後の試料 (Table 4 の No. 0) を用い、室温で0~80%の冷間圧延を与えたのち、圧延方向 (L) およびそれに直角方向 (C) に Fig. 2 示す小型引張試験片を切り出し実験試料とした。これを liq. N_2 中でクロスヘッド速度 20mm/min で引張ったときの伸びおよび破断応力を測定し、また破断後の破面の走査型電顕による観察を行なった。

5.2 実験結果

Fig. 14 は常温で異なる圧下率で圧延した試料

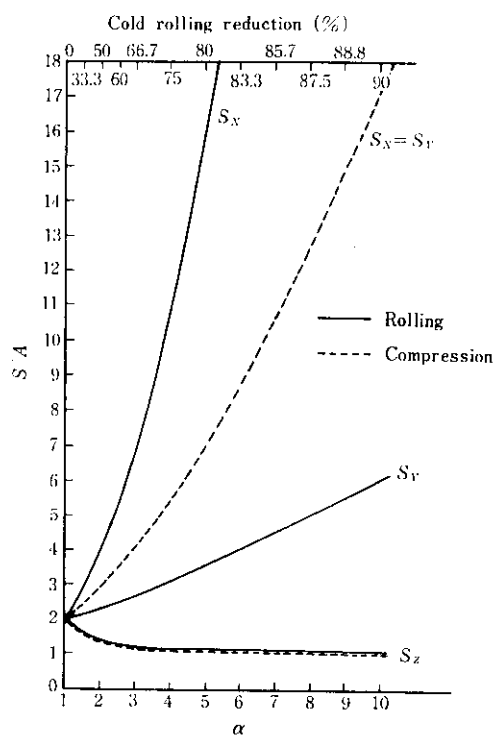


Fig. 13 Change in the ratio S/A (S =grain boundary area, A =geometrical cross-sectional area) with cold reduction percent and the direction of stretching after pre-deforming (rolling or compression)

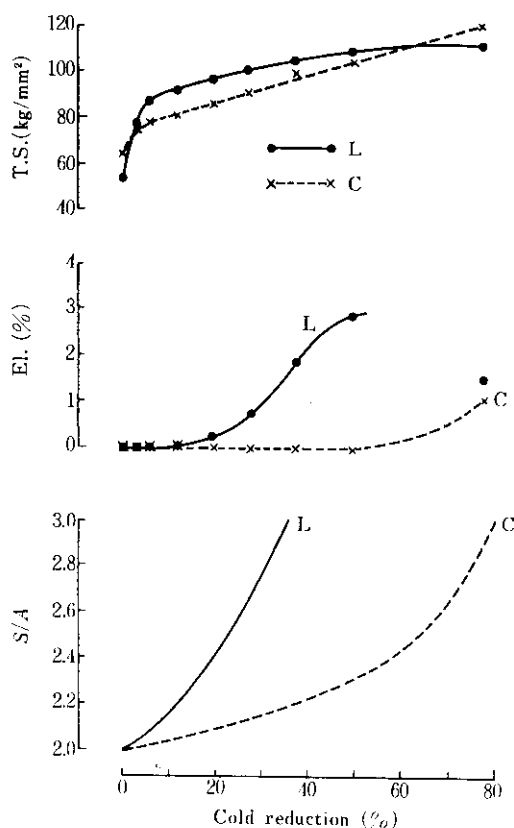


Fig. 14 Change in T.S., El. in liquid nitrogen and S/A with preliminary cold reduction

を liq. N_2 中で L, および C 方向に引張ったときの, T.S., El, および S/A と圧下率の関係を示す。T.S. は冷間圧下率 5% で急激に増加し, 以後は徐々に増加する。初期の急激な増加は L 方向に引張った場合のほうが大きく, 後期のゆるやかな増加は C 方向に引張った場合のほうが大きい。El は L 方向では冷間圧下率約 10% まで, C 方向では約 50% までは零であるが, それ以上になると圧下率の増加とともに増加する。しかし liq. N_2 中引張りでの El は同一圧下率でも引張る方向によって著しく変化し, たとえば圧下率 50% のとき L 方向引張では約 3% 伸びるのに対し, C 方向では零で

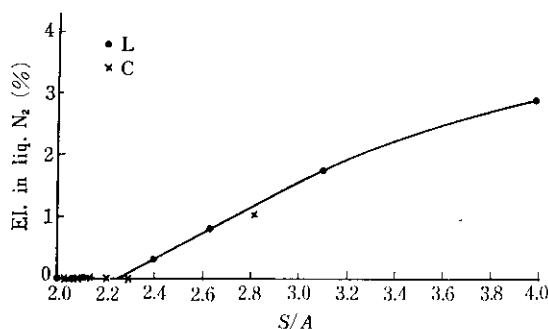


Fig. 15 Relation between El. in liquid nitrogen and S/A

ある。

Fig. 15 は S/A と liq. N_2 中で L および C 方向に引張ったときの伸びの関係を示す。冷間圧下率および引張方向に関係なく S/A が 2.3 付近までは零であり, 2.3 以上になると S/A の増加とともに増加する。L, C 方向ともほぼ同一曲線上に乗るが, C 方向のほうが El は幾分低い。これは同一 S/A のとき, C 方向のほうが板厚が著しく薄くなるため, 試料の寸法効果が寄与しているものと考えられる。

Photo. 2 は破断後の破面の状況を示す。冷間圧下率 50% の場合, 約 3% の El. を示す L 方向引張りの場合は明らかに断面の収縮が認められるが, El. = 0% の C 方向引張りではまったく認められない。冷間圧下率 80% ではどちらも断面収縮が認められるが, この場合も L 方向引張りのほうが断面収縮率は大きい。

Photo. 3 は Photo. 2 の破面を高倍率でみたもので, L 方向引張りの場合は冷間圧下率 30% で一部へき開, 一部粒界破壊となっており, 50% および 80% では延性破断 (dimple pattern) となっている。これに対して C 方向引張りでは, 冷間圧下率 50% までは粒界破壊であり, 80% になると dimple pattern が現われている。また粒界破壊

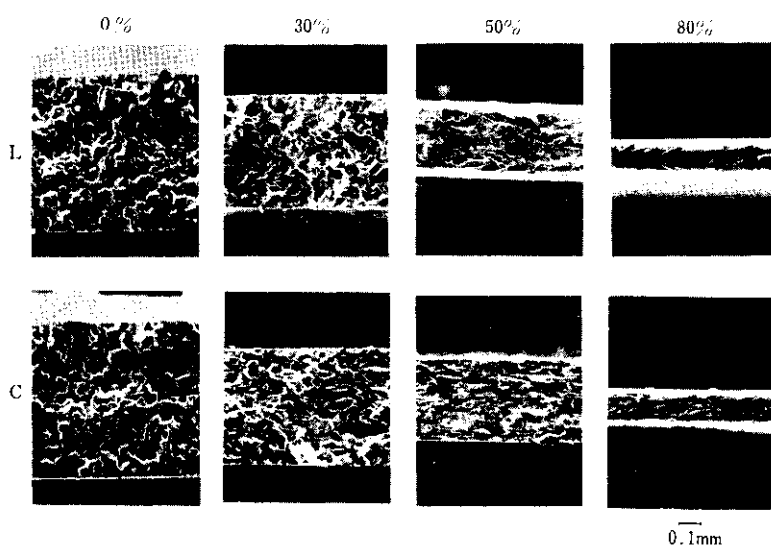


Photo. 2 Fractographs of specimens which were fractured by stretching in liquid nitrogen after preliminary cold rolling with various reduction ratios

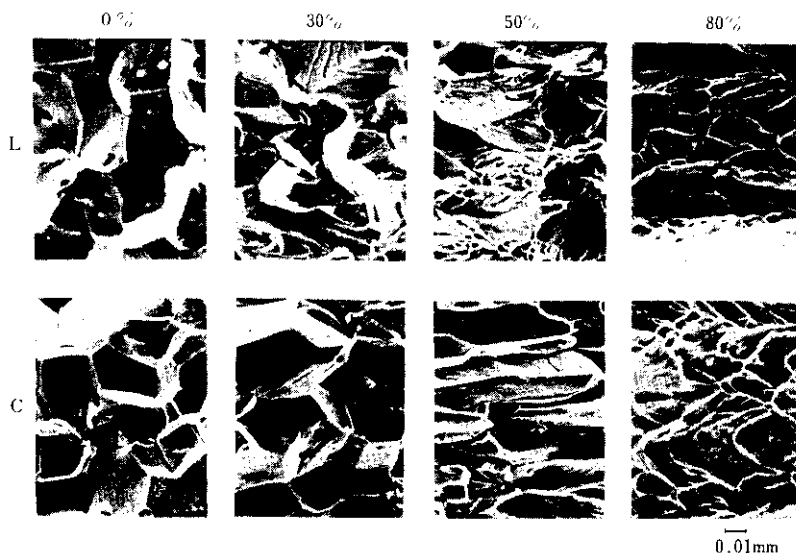


Photo.3 Fractographs of specimens which were fractured by stretching in liquid nitrogen after preliminary cold rolling with various reduction ratios

の場合は、冷間圧下率および引張方向による破断粒界面積の変化の傾向も明らかに認められる。

5.3 考 察

1次変形を冷間圧延によって与えたため、1次変形時の圧縮方向、すなわち板厚方向への引張りが実験的に不可能であり、プレスでの深絞り加工の場合のように粒界面積と幾何学的断面積との比(S/A)の大きな変化は与えられなかったが、冷間圧下率を変化させることによってかなりの範囲に(S/A)を変化させることができ、またL方向とC方向に引張ることによって同一圧下率で(S/A)の異なる場合の破断挙動を調べることができた。冷間圧下率の増加とともにliq. N_2 中のELは増加し、しかもL方向引張りでもC方向引張りでも、(S/A)とliq. N_2 中引張りでのELの関係はほぼ同一曲線上に乗ることが認められた。

この結果は、2次加工脆性破壊が粒界破壊で起こる場合、脆化の方向依存性が破断粒界面積と断面積の比(S/A)の異方性によるという前記仮説と一致するが、詳細に検討すると、冷間加工による粒内の可動転位密度の変化、および粒形状の変

化による粒界での応力集中の程度、または粒界強度自身の変化が寄与していると思われる点が認められる。

すなわちFig. 14において、破断応力(T.S.)は冷間圧下率0~5%で著しく増加しているが、この範囲では、L、C方向ともELは零で粒界破断しており、したがって単純に接合面積の増加による破断応力の増加であるならば、T.S.の増加は(S/A)の増加と一致せねばならない(剪断方向の応力に対しては強度が十分に大きいと考えられ、そのとき界面に対する法線方向の分力でのみ破壊するとした場合でも(S/A)²と一致するはずである)。(S/A)は圧下率5%のときL方向で約2.1であり、その増加率は5%である。それに対してL方向引張りの際のT.S.は、圧下率零のときの53kg/mm²から5%のときの87kg/mm²までに約64%増加している。このことは単に粒界面積の増加だけではなく、変形による形状の変化によって粒界自身が強化されているか、あるいは粒界への応力集中が緩和されることによる寄与を含んでいる。変形がさらに大きくなって粒界破断が起こらなくなると、T.S.は粒内の破壊強度に対応するはずであるから、加工による粒内の強度増

加に依存して T.S. が増加することになる。

破面の走査型電顕での観察結果によると、粒界強度の高い試料を深絞り加工後常温で衝撃破壊させた場合、および冷間加工を与えないで liq. N₂ 中で引張った場合は粒内でへき開破壊していたが、粒界強度の低い試料を冷間圧延して S/A を増し、粒内で破壊させた場合は dimple pattern を示している。このことは冷間加工による可動転位密度の増加、および結晶粒形状の変化が、すべり変形応力とへき開応力との相対的強度関係を変化させた結果と考えられる。

Fig. 15 において、liq. N₂ 中で L 方向に引張った場合と C 方向に引張った場合に、破断伸びの値は冷間圧下率が異なっても S/A で処理するとほぼ同じ曲線上に乗ることが示された。このことは 1 次加工によって粒形状の変化、粒界強度自身の变化、粒内の加工硬化による変形抵抗の増加、および転位の pile up による粒界への応力集中度の変化等の多くの変化が起こっているはずなので、本来これらは破断強度 (T.S.) や粒内で破壊する場合の破壊挙動 (へき開破壊するか延性破壊するか) にはかなり影響するはずであるが、今回の場合それによって粒界で脆性破壊する現象そのものが左右されるほどには影響しないことを示している。

これらの結果から、2 次加工脆性でも低温脆性でも粒界で破断するかどうかは、粒界強度と粒内の変形抵抗との相対的關係で決まるが、2 次加工脆性の顕著な異方性は主として S/A の異方性によってもたらされと考えられる。

したがって 2 次加工脆性が 1 次加工の際、強度の圧縮変形を受けた部分がそれと逆の引張応力を受けたとき起こりやすい理由としては、1 次加工による転位の pile up とか双晶の発生等の微視的現象¹⁸⁾よりも、まず粒界面積と試片の幾何学的断面積の比 S/A の減少という、比較的巨視的な現象によって支配されていると考えられる。

6. 総 括

脱炭脱窒焼鈍した極低炭素冷延鋼板の深絞り加

工後の脆化に関する今回の実験の結果から、つぎのことが明らかになった。

1) 2 次加工脆性は、原板の粒界破断に基づく低温脆性と本質的に同じ理由によって起こる現象で、粒界強度が本質的に弱い場合に、加工硬化または温度低下によって粒内の変形抵抗が強まり、粒界強度を上廻るようになると、引張応力によって粒界で脆く破断することがその原因である。

2) 粒界強度は化学分析はもちろん、内耗の Snoek's peak でも検出できない程度の極微量の C 含有量によって支配され、リムド鋼中に通常含まれる程度の濃度範囲では O, S 等の不純物濃度はそれほど影響しない。時効性も極微量の C 含有量によって顕著に変化するが、時効指数が急激に増加する C 含有量は粒界強度が急激に増加する C 含有量より高い。したがって非時効性で、かつ 2 次加工脆性を起こさない C 濃度範囲が存在するが、その範囲は非常に狭く、焼鈍時の雰囲気組成から求めた理論平衡 C 濃度では 0.6~3ppm である。

3) 2 次加工脆性は、1 次加工で深絞り加工を受けた場合に起こりやすいが、引張りまたは張出し加工を受けた場合には起こらない。これは 1 次変形が圧縮変形でなければ、粒内の変形抵抗が粒界強度を上廻るほどの加工硬化を生じ得ないことおよび粒界面積と断面積の比が低下しないことに起因する。また 1 次加工の際、圧縮変形を受けた部分が 2 次加工でそれと逆の方向の引張り力を受けたとき起こりやすく、他の方向の応力では起こりにくいのは、この方向に引張ったとき、粒界面積と試片の幾何学的断面積の比 (S/A) がもっとも少さくなることによる。

4) liq. N₂ 中で引張ると粒界で脆性破壊する試料でも、あらかじめ冷間圧延して S/A を増すことによって粒界破壊を防止できる。また冷間圧下率が同じで加工硬化による粒内の変形抵抗の増加が同程度の試料でも、引張方向によって S/A が変化するので、粒界破壊したり粒内破壊したりし、また El. も同時に変化する。

参 考 文 献

- 1) D.J. Blickwede : J. Metals, **13** (1961), 548
- 2) 高橋, 須藤, 猪野, 中田 : 塑性加工学会講演予稿, (1973-5), 297
- 3) 小久保, 柴田, 岩井, 大木 : 塑性加工学会講演予稿, (1973-11), 149 : 鉄と鋼, **86** (1973), S489
- 4) 須藤, 大木, 柴田, 小久保 : 塑性加工学会講演予稿, (1973-11) : 鉄と鋼, **86** (1973), S490
- 5) 松藤, 由田 : 塑性加工学会講演予稿, (1973-11), 141, 鉄と鋼, **86** (1973), S491
- 6) 松藤, 由田 : 塑性加工学会講演予稿, (1973-11), 145 : 鉄と鋼, **86** (1973), S492
- 7) 清水 : 学位論文
- 8) J.K. Stanley : Trans. ASM, **44** (1952), 1097
- 9) W.P. Rees, B.E. Hopkins : JISI, **190** (1952), 403
- 10) R. Honda, H. Taga : Met. Sci. J., **2** (1968), 172
- 11) 塚原, 吉川 : Proceedings ICSTICS, (1971), 1259 : 金材技術研究報告, **15** (1972), 61
- 12) R.L. Smith, U.L. Rutherford : J. of Metals, **9** (1957), 857
- 13) J.R. Low Jr., R.G. Feustel : Acta Met., **1** (1953), 185
- 14) I.M. Bernstein, B.B. Rath : Metallurgical Trans., **4** (1973), 1545
- 15) C.J. Mc Mahon Jr. : Acta Met., **14** (1966), 839
- 16) J.R. Low Jr. : Trans. AIME, **245** (1969), 2481
- 17) B.E. Hopkins, H.R. Tipler : JISI, **192** (1954), 110
- 18) A.W. Sleeswyk, J.N. Helle and A. Geus : JISI, **202** (1964), 330
- 19) R. Honda, K. Namba : Trans. JIM, **9** (1968), Supplement 101
- 20) E.A. Almond, D.H. Timbres and J.D. Embury : Phil. Mag. (1971), 971
- 21) 吉川 : 金材技研研究報告, **15** (1972), 66
- 22) 田賀, 吉川 : 金材技研研究報告, **15** (1972), 57
- 23) T.H. Webster, R.E. Smallman and I.L. Dillamore : Metal Sci. J., **8** (1971), 68
- 24) E. Anderson, J. Spreadborough : JISI, **206** (1968), 101
- 25) R. Honda, K. Namba : Trans. JIM, **9** (1968), 101
- 26) R.M. Hudson et al. : Trans. AIME, **233** (1965), 879
- 27) C.A. Wert : Trans. AIME, **188** (1950), 1242
- 28) D. McLean : Grain Boundaries in Metals, Oxford (1957), 118