

結晶粒の形態と方位を制御した壊れにくい超高強度鋼の破壊挙動解明

研究代表者 (独) 物質・材料研究機構 井上 忠信

1. はじめに

希少合金元素の枯渇や資源循環型社会の醸成を背景に、合金設計に基づく材料開発から、プロセス設計に基づく材料開発への転換が期待されている[1,2]. 鉄鋼を始めアルミニウム合金やマグネシウム合金など、様々な金属材料の組織を微細にして機械的および機能的特性を向上させる研究が活発に行われている[3,4]. その中で、鉄鋼材料は合金成分と加工熱処理を組み合わせることで約 200MPa~4GPa 程度までの広範囲の引張強度をカバーできる万能かつコストパフォーマンスに優れた構造材料である. しかし、数千年以上の歴史を有する鉄鋼材料においても、高強度化とともに靱性が低下する（脆くなる）ことから（図 1 参照）、その適用範囲が限定されているのが現状であり[5,6]、この点をブレークスルーするための組織設計アイデアとその組織を有する材料を創成するプロセスが求められている.

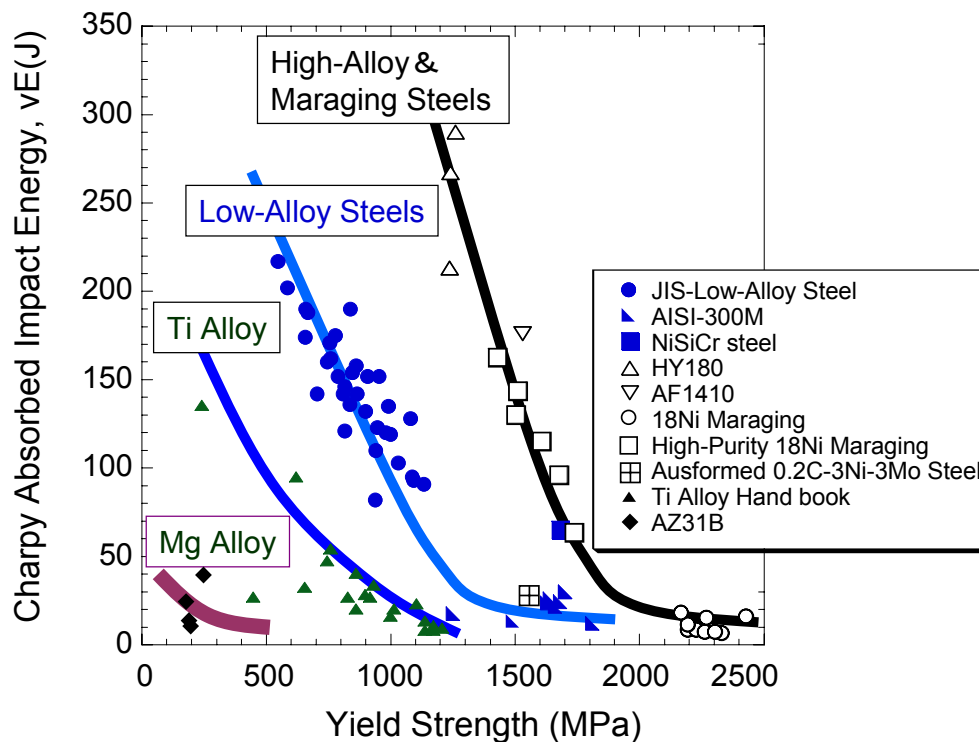


図 1 室温時での降伏応力とシャルピー吸収エネルギーの関係[5,6]

材料の組織は塑性加工で導入されるひずみと強い関係を持つことはよく知られている. 結晶粒を微細にするためには、塑性加工によって材料内部に大きなひずみを導入させることが必要であるため、様々な強加工プロセスが提案されている[3,4]. しかし、これらのプロセスではひずみに関する定量的データが希薄であるため、各加工プロセス間での組織の比較が困難であり、ひずみ変化における微細組織形成を普遍的に理解することが難しい. また、微細粒組織の多くは連続再結晶や動的回復と言われる粒の分

断や転位回復をベースとして形成するため、加工の影響を強く受ける[7,8]。このため、微細粒材の破壊特性においては、粒径サイズが小さくなるにつれ強度が向上するホールペッチ則[9]のように結晶粒径だけでは単純に整理できず、結晶粒の形状や結晶方位に強く依存することに注意が必要である。

図2は、温間域での薄板圧延によって1.3 μm に微細化された低炭素鋼のシャルピー衝撃試験結果を示す[10]。温間圧延前($d_a=6.8\mu\text{m}$)に比べ、上部棚エネルギーが低下し、DBTTが改善しているように見える。なお、ここではDBTTはエネルギー遷移温度として定義されている。しかし、破面にはセパレーションが観察され、試験温度低下と共にその数は増加しているのがわかる。このセパレーションは、強圧下によって衝撃方向に平行に集積した $\{100\}$ へき開面あるいは結晶粒界と考えられ[11]、衝撃負荷の瞬間にノッチ底における三軸応力によって割れが発生することで、その後の吸収エネルギー値は微細粒薄板を積み重ねた場合に相当することが考えられる。シャルピー試験の板厚効果による影響は、古くから検討されており、板厚の減少と共に上部棚エネルギーは低下し、見かけ上DBTTが改善することが明示されている[12] (図3参照)。すなわち、圧延に付随した微細粒鋼特有のセパレーションの発生は、ノッチ底での応力三軸度を変化(塑性拘束を緩和)させるため、微細化の影響だけでなく、ノッチ底の応力状態の影響もDBTT改善に寄与しており、結晶粒微細化が強度—靱性バランスに優れているという系統的データは少ないと言える。むしろ、従来の合金化主体の材料と同様に、結晶粒微細化による強度向上によって室温靱性は低下する。よって、特定の方位に集積しない微細粒組織を創成し、検討することが望まれるが、現状このようなバルク材を創成することは困難である。一方、靱性特性改善に向け、微細化に付随する加工組織の特徴を積極的に活用する視点が必要であり、単に結晶粒サイズを小さくするだけでなく、粒の形状や方位を同時に制御することが求められる。

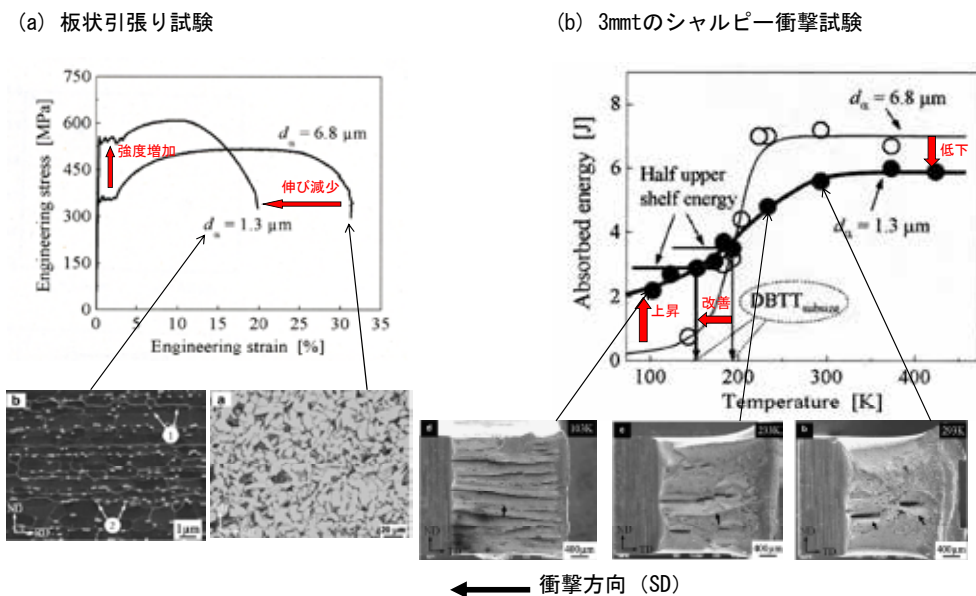


図2 初期結晶粒径 $d_a=6.8\mu\text{m}$ の 0.22C-0.2Si-0.74Mn 鋼と 550°Cで4パス (33%/pass) 圧延後、550°Cで2h焼鈍された材料 ($d_s=1.3\mu\text{m}$) の機械的特性の比較[10]

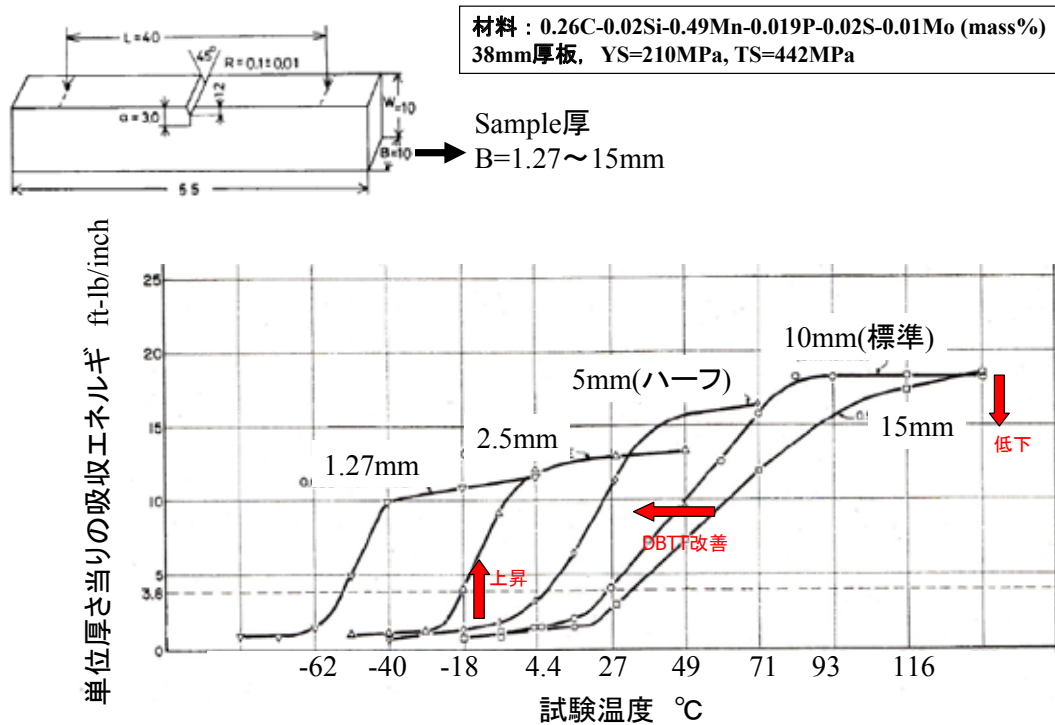


図3 シャルピー衝撃吸収エネルギー値の板厚依存性[12]

2. 自然界に学ぶ強くて壊れにくい微細積層組織構造

複数の素材を接合・結合させて創製する複合材料やラミネート材、クラッド材では、静的および動的な破壊試験において、き裂が荷重方向とほぼ直角に分岐する層状破壊 (lamella fracture) を示し、靱性が改善することが報告されている[13,14]. これは、層状破壊によってき裂先端が鈍化し、破壊を支配するプロセスゾーンの応力三軸度 (塑性拘束度) が変化するためである (図4左). このような靱性向上のための組織設計指針は、Al-Li (アルミ-リチウム) 合金を使ったスペースシャトルの燃料タンク [15,16] やラインパイプ鋼 [17] で適用されている. しかし、これらの材料は組織に内包する弱い面を上手く活用しているが、強靱化における最適な組織デザインを有しているとは言い難い.

自然物の “gold standard” であるアワビの貝殻は、厚さ約 500 nm の炭酸カルシウムプレートと軟らかい有機相 (厚さ 20~30 nm) の積層構造 (貝殻厚さ 1mm に約 2 千枚積層されている) を持つ [18,19]. このような微細な積層構造を鋼の組織設計に適用するには、結晶粒を数百ナノレベルまで微細化することが求められる. 従来の技術でここまで超微細化したバルク材を創製することは難しかったが、超鉄鋼プロジェクト [20,21] での知見により既存の棒圧延プロセスで数百ナノレベルまで超微細化したバルク鋼を創製することは可能であった. また、鋼の結晶には接合界面やアワビの有機相に相当する比較的弱い面 ($\{100\}$ へき界面や結晶粒界) が存在する. よって、微細積層組織構造を活用することで、結晶粒微細化による強度向上だけでなく、破壊に際してこれらの弱い面のサイズは小さくなるため、力を分散・吸収させることが可能となり [6] (図4右), 強度-靱性バランスを飛躍的に向上できると考えた.

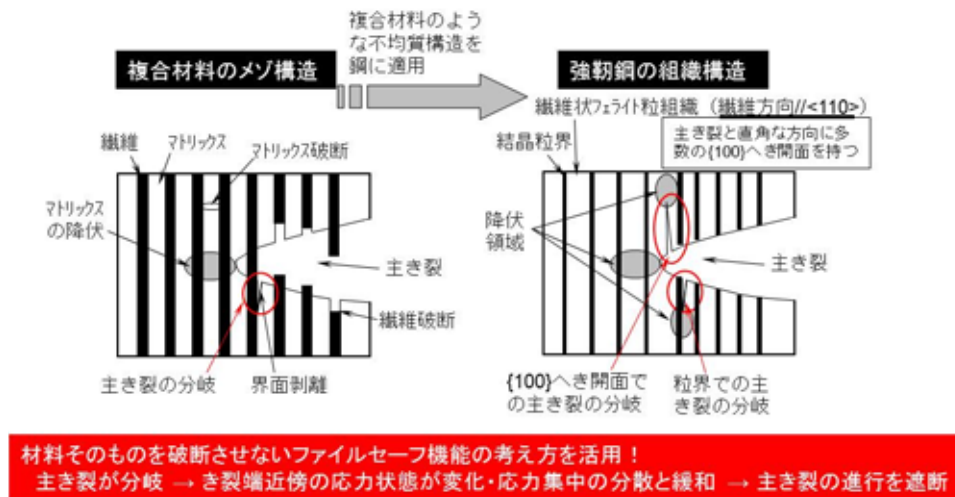


図4 繊維強化複合材料のメゾ構造[14]と強靱鋼の組織設計コンセプト

我々はこれまでに棒圧延によって結晶粒の形態（形と大きさ）と方位を制御し、層状破壊を意図的に発現させることで、低合金鋼の強度－衝撃靱性バランスを飛躍的に向上させることに成功してきた[22-24]。しかし、シャルピー衝撃試験のような高速試験の場合、き裂の発生と進展がほぼ同時に起こるため、破壊挙動を詳細に検討することは困難である。そこで、静的な破壊試験を通じてき裂の発生から進展に至る破壊挙動を明らかにすることが必要である。これらの検討は、次世代の構造用金属材料開発において、層状破壊を活用した靱性向上の組織設計指針や具体的な部材への適用限界を知る上で重要な情報となる。本研究では、500℃の焼戻しによって室温で1800MPaの引張り強度が得られるように合金設計した中炭素低合金鋼を対象に、溝ロール圧延による加工ひずみ制御によって超微細繊維状結晶粒組織を有する材料を創成し、引張り試験、3点曲げ試験、そして電子線後方散乱回折（Electron Backscatter Diffraction Pattern; EBSD）および透過型電子顕微鏡（Transmission Electron Microscope; TEM）による組織観察を行い、強度－靱性バランスとともにき裂の進展挙動と組織の関係について検討を行った。

3. 実験方法

供試材として0.4%C-2%Si-1%Cr-1%Moの鋼を用いた。まず、断面積16cm²、長さ12cmの角材に1200℃で1h溶体化処理を施し、熱間圧延で断面積約9cm²の角棒材とした後水焼入れした。次に、焼入れ材を500℃で1h焼戻した後、図5に示すスクエア孔型を有する溝ロール圧延[25]によって断面積2cm²、長さ約1mの角棒材とし室温まで空冷した（以後、TF材と呼ぶ）。また、断面積2cm²の角棒鋼を950℃で0.5hオーステナイト化後油焼入れし、500℃で1h焼戻後水冷して得られた棒材を比較材として用いた（以後、QT材と呼ぶ）。ここで、TF材の0.2%耐力は1840MPa、引張強さ1850MPa、全伸び15%、そして絞りひずみは50%であり、QT材のそれらは1470MPa、1770MPa、10%、そして35%であった[6]。各棒材の中央から10mm角×55mm長さの試験片を抽出し、押込み速度0.5mm/min、スパン長さ40mmでの3点曲げ試験を実施した。ここでは、開発鋼の組織的特徴から疲労予き裂が分岐し、初期き裂を導入できないことが考えられたため、0.1mm径ワイヤーを用いた放電加工で深さ5mm、先端曲率半径0.13mmの初期ノッチを導入した[26]。破壊靱性値は、弾塑性破壊力学に基づいたASTM E1820-01に従って評価した。

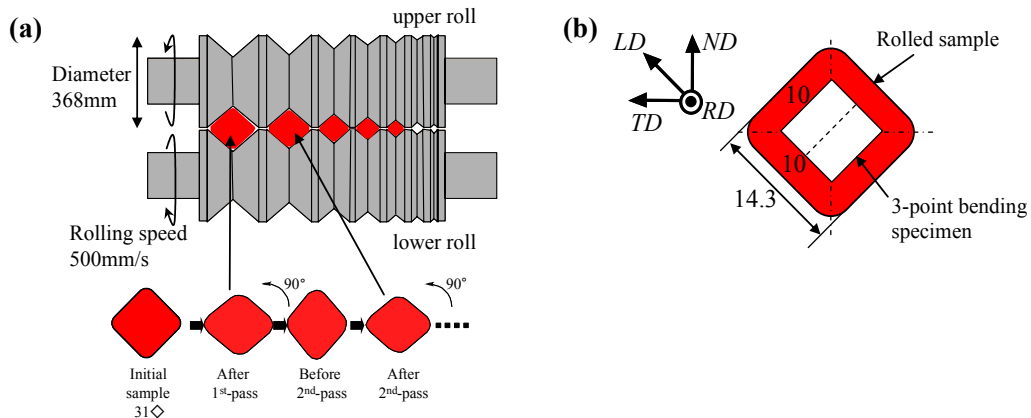


図5 (a) 溝ロール圧延の模式図と(b)圧延材と曲げ試験片の位置関係

4. 結果および考察

図6は、TF材のEBSPおよびTEMによる組織観察結果を示す。TF材は $\langle 110 \rangle$ //圧延方向 (RD) の強い加工集合組織を有する超微細繊維状フェライト粒組織（平均短軸径は約 300 nm）が形成されており、特に $\{110\}\langle 110 \rangle$ と $\{100\}\langle 110 \rangle$ の結晶方位が発達していることがわかる。これらの方位は溝ロール圧延でのひずみ制御によって形成されるものである[27]。また、TEM 観察の結果から、基地中に 50 nm 以下のナノ炭化物粒子が球状に分散していることが観察できる[22]。この組織は、荷重方向 (LD) とは垂直に $\{100\}$ へき開面や粒界を、 $\pm 45^\circ$ の方向に $\{100\}$ へき開面を多く含むのに対し、その方向とは平行に $\{100\}$ 面をほとんど持たない特徴を持つ。

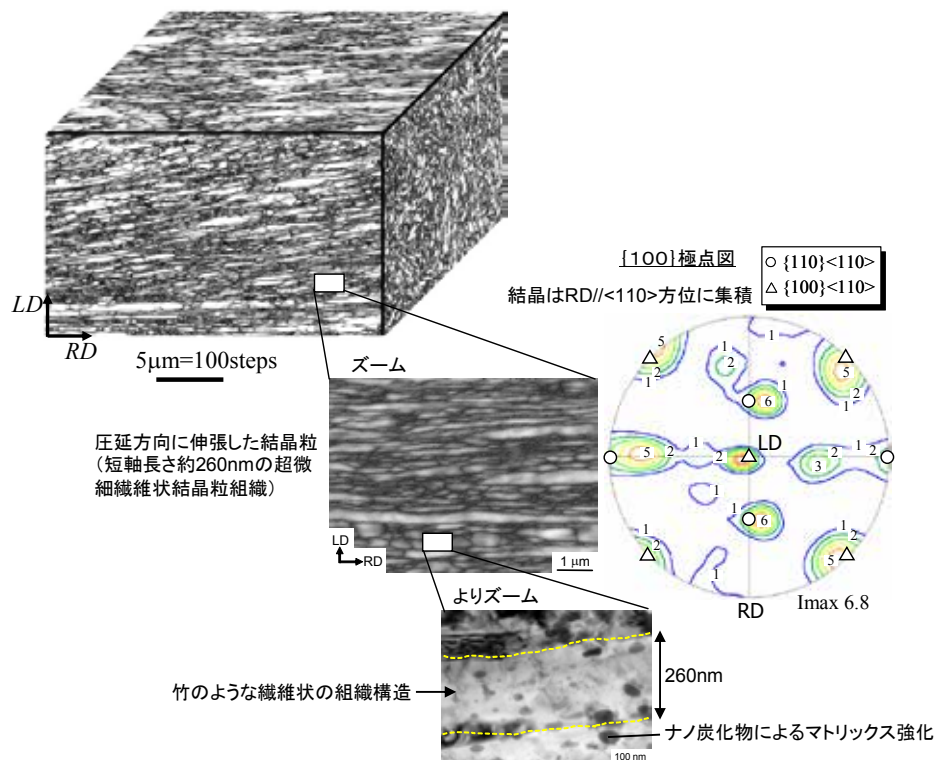


図6 EBSD および TEM より得られた TF 材の組織

図7は、TF 材および QT 材の曲げ荷重 P と変位 u の関係を示す。また、図8は試験後の外観、そして TF 材のノッチ底近傍における光顕写真である。QT 材では、典型的な脆性破壊挙動を示し、き裂が荷重方向と平行に伝播して真二つに破断する通常の壊れ方をする。一方、TF 材では多数の小さな荷重低下を伴いながら荷重が増加するという特異な $P-u$ 関係を示す。そして、き裂が荷重方向とは直角（すなわち試験片長手方向）に伝播する層状破壊を起こしているのがわかる。なお、TF 材では試験片厚さに相当する量を押し込んでも試験片は破壊しなかったため、試験は 10mm 押し込んだ時点で中断された。図8(c)に示した TF 材の試験片中央断面上の観察結果からわかるように、き裂が荷重方向とは平行ではない様々な方向に分岐し、かつ直線的ではなくジグザグに進展している様子がわかる。これらのジグザグき裂は、2つのマイクロクラック（ $\text{cracks} \perp \text{LD}$ と $\text{cracks} \angle 45^\circ \text{LD}$ ）が発生→連結することで伝播した結果である[6]。

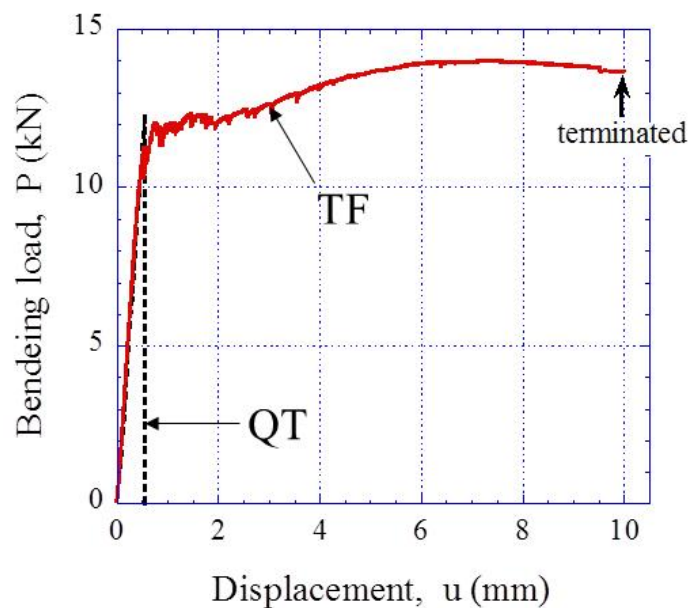


図7 曲げ試験で得られた荷重 P —変位 u 曲線

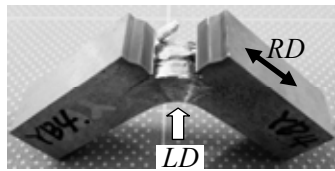
(a) QT材

脆性的な破壊
0.56mm押し込んで破壊



(b) YB材

き裂は荷重方向と直角な方向に進展
10mm押し込んで全体破壊せず



(c) YB材

き裂は様々な方向に分岐
することで力が分散する

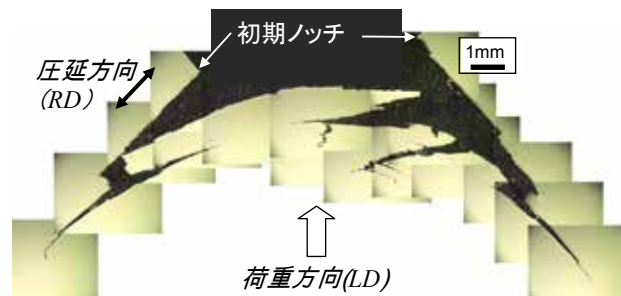


図8 曲げ試験後の試験片外観と TF 材の試験片中央断面上の光顕写真

図9は、図6に示した RD-LD 面上の組織における $\{100\}<110>$ および $\{110\}<110>$ 結晶粒の存在分布と押し込み方向と結晶格子の関係を模式的に示したものである。この図において、 $\{100\}<110>$ および $\{110\}<110>$ 結晶粒の占める割合はそれぞれ 20% および 34% であった[26]。 $\text{cracks} \perp \text{LD}$ は、 $\{100\}<110>$

結晶粒の{100}へき界面および結晶粒界に、cracks $\angle$ 45°LD は{110}<110>結晶粒のへき界面に起因すると考えられる。すなわち、層状破壊の発現は、図6に示した強い<110>//RD 集合組織を有する圧延方向に伸張した超微細繊維状結晶粒組織に依存したものである。このような層状破壊の発現により、曲げ荷重で負荷された力が材料内で分散し、結果的に材料は二つに壊れることなく、TF 材はQT 材の約 40 倍に相当する高い破壊エネルギー向上を示した。図10で示した結果から、結晶粒の形態（サイズ、形状）と方位を精緻に制御した TF 材は強度—靱性バランスに優れていることがわかる。TF 材は、ここで紹介した強度、延性、破壊靱性だけでなく、遅れ破壊[28]にも優れていることがわかっている。また、疲労特性は QT 材と同等の特性を有する[29]。

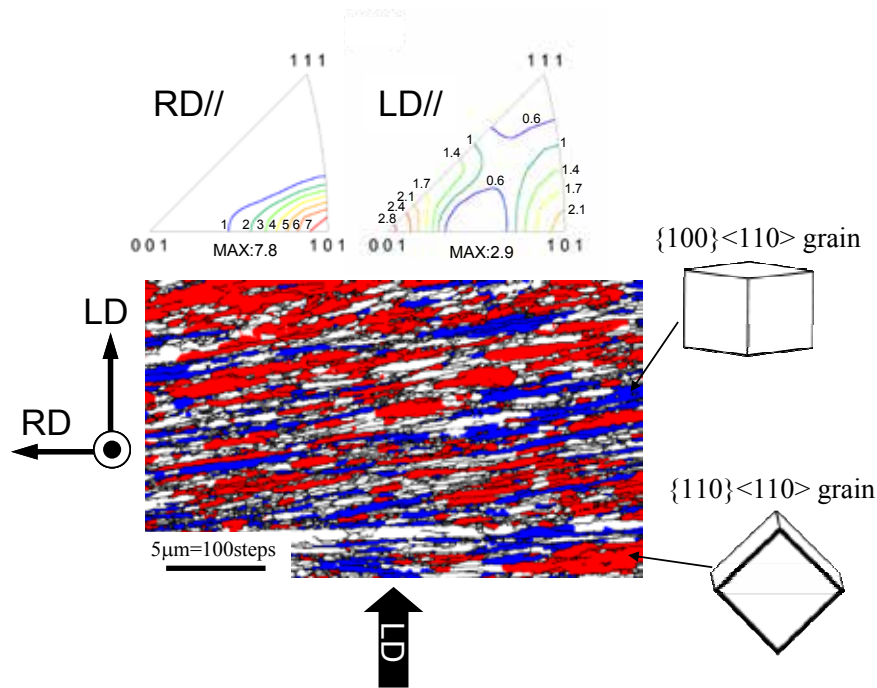


図9 TF 材の{100}<110>および{110}<110>結晶粒の存在位置

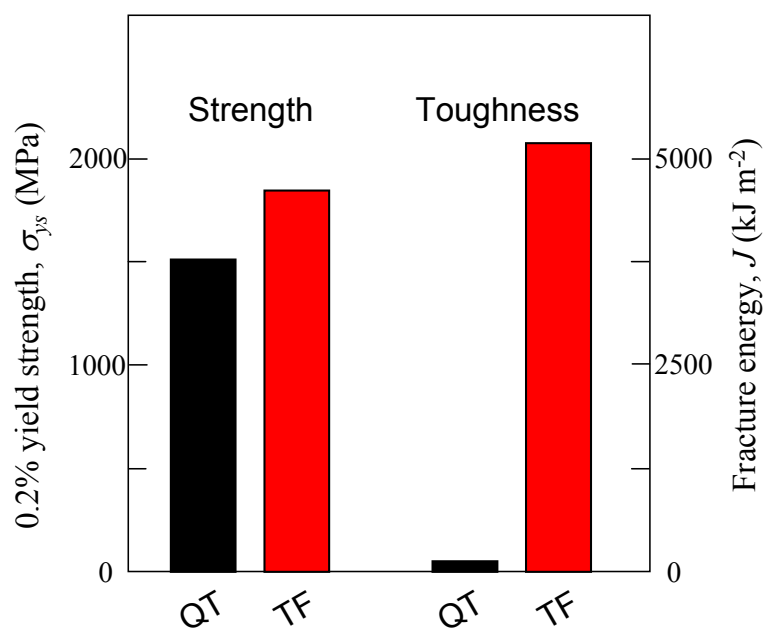


図10 QT 材およびTF 材の強度と靱性

5. おわりに

複合材料に内包する組織設計を構造用金属材料に展開し、相反関係にある強度－靱性特性を同時に向上させた中炭素低合金鋼について紹介した。本強靱鋼は、従来型の材料研究の発想を大きく転換し、希少元素を極力使わずに（元素戦略）、超微細繊維状の組織構造（異方性活用）を有した鋼を既存の装置による塑性加工技術[30]によって創成したものである。この鋼は、強いと同時に壊れにくい特性を引き出す組織構造を持ち、その他の構造用金属材料へも適用可能である。ただし、当然ながら特性に異方性を伴うため、どのような環境下で使用される材料（＝製品）かを十分に理解することが求められ、同時にその環境に適応した組織構造を迅速かつ的確に探索すると共に、その組織を有する材料を効率的に創製する俯瞰的な視点が必要である。

謝 辞

本研究の一部は、公益財団法人 JFE21 世紀財団の技術研究助成(2010 年度)により実施されたものであり、ここに深甚なる謝意を表します。

参考文献

- 1) 原田幸明・河西純一，“動き出したレアメタル代替戦略”，日刊工業新聞社，(2010).
- 2) 井上忠信，長井寿，材料，52(2003)，1107.
- 3) T.Inoue, Y. Todaka, Z.Horita, Special Issue on Severe Plastic Deformation for Production of Ultrafine Structures and Unusual Mechanics Properties, Mater. Trans., **50**-1 (2009), 1-116.
- 4) 文部科学省科学研究費補助金「新学術領域研究」，バルクナノメタル～常識を覆す新しい構造材料の科学，<http://www.bnm.mtl.kyoto-u.ac.jp/>.
- 5) 木村勇次，ふえらむ，**14** (2009)，154.
- 6) T.Inoue, Y.Kimura, S.Ochiai, Sci. Technol. Adv. Mater., **13** (2012), 035005(10p).
- 7) 酒井拓：ふえらむ，8-8(2003)，571.
- 8) T.Inoue, Z.Horita, H.Somekawa, K.Ogawa: Acta Mater., 56-20 (2008), .6291.
- 9) 材料強度学，(1997)，p.49，日本材料学会，京都.
- 10) R.Song, D.Ponge, D.Raabe: Acta. Mater: **53** (2005) 4881.
- 11) D.L.Bourell, O.D.Sherby: Metall. Trans. A 14 (1983) 2563.
- 12) R.C.McNicol: Welding J., Research Suppl (1965) 385.
- 13) D.W.Kum, T.Oyama, J.Wadsworth, O.D.Sherby, J. Mech. Phys., **31**-2 (1983), 173-186.
- 14) 三木光範・福田武人・元木信弥・北條正樹，“複合材料”，共立出版，(1997).
- 15) 松澤和夫，軽金属，**62** (2012)，185.
- 16) M.E. Launey, R.O. Ritchie, Adv. Mater. 21 (2009), 2103
- 17) 松田昭一・川島善樹果・関口昭一・岡本正幸，鉄と鋼，**68** (1982)，435.
- 18) 石田秀輝・下村政嗣監修，“自然にまなぶ！ネイチャー・テクノロジー：暮らしをかえる新素材・新技術”，学研パブリッシング，(2011).

- 19) H. Kakisawa, T. Sumitomo, Sci. Technol. Adv. Mater., **12** (2011), 064710(14p).
- 20) 長井寿, “超鉄鋼—強度 2 倍×寿命 2 倍の実力と可能性”, 日刊工業新聞社, (2006).
- 21) 井上忠信・木村勇次, 金属, **81** (2011), 641.
- 22) Y. Kimura, T. Inoue, F. Yin, K. Tsuzaki, Science, **320** (2008), 1057.
- 23) T. Inoue, F. Yin, Y. Kimura, K. Tsuzaki, S. Ochiai, Metall. Mater. Trans., **A40** (2010), 341.
- 24) 井上忠信, 木村勇次, マテリアルステージ, **11**(2011), 58.
- 25) T. Inoue, F. Yin and Y. Kimura, Mater. Sci. Eng., **A466** (2007), 114.
- 26) T. Inoue, Y. Kimura, J. Mater. Sci., (2012), . DOI 10.1007/s10853-012-6874-4
- 27) T. Inoue, F. Yin, Y. Kimura: *Mater. Trans.*, 48 (2007), 2028.
- 28) Y. Nie, Y. Kimura, T. Inoue, F. Yin, E. Akiyama, K. Tsuzaki, Metall. Mater. Trans., **A43** (2012), 1670.
- 29) 長島伸夫, 古谷佳之, 木村勇次, 井上忠信, 日本機械学会論文集 A 編, **78-790** (2012), 923.
- 30) 井上忠信監修, “金属加工が一番わかる”, 技術評論社, (2011).