

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 30 年 6 月 13 日現在

機関番号：82110

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2016～2017

課題番号：16K21265

研究課題名(和文)軟質分散粒子と転位の引力型相互作用の可視化技術の構築と発現機構の解明

研究課題名(英文)Quantitative analysis of relationship between soft dispersion particles in steels and cutting mechanism by synchrotron and neutron scattering

研究代表者

諸岡 聡 (Morooka, Satoshi)

国立研究開発法人日本原子力研究開発機構・原子力科学研究部門 物質科学研究センター・研究職

研究者番号：10534422

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円

研究成果の概要(和文)：軟質分散Cu粒子の分解および荷重伝播挙動は、粒子分散強化による加工硬化プロセスを制御するうえで、高強度鋼の変形能を改善するための重要な特性である。本研究では、フェライト母相中のCu析出粒子の分解および応力分配挙動が鋼の力学特性にどのように影響を及ぼすか理解するために、放射光および中性子を用いて調査を行った。圧延加工によりおよそ35nmの球状Cu析出粒子を圧延方向に伸長させた後、相当ひずみが増加するに伴い分解した。また、Cu析出粒子はフェライト母相よりも高い応力を分担する。その理由として、Cu析出粒子内に結晶粒界が存在しないこと、もしくは転位源密度が低いからであると考えられる。

研究成果の概要(英文)：A Dissolution and stress partitioning behaviors are important characteristics of soft dispersion particles in steel to improve the deformability of high strength steel by controlling the work hardening processes associated with particle dispersion strengthening. In this study, the dissolution and stress partitioning behaviors of Cu precipitate particles in a ferrite matrix were investigated by the synchrotron and neutron scattering to understand how relatively soft dispersion particles influence mechanical responses of the steel. 35 nm diameter nearly spherical Cu particles were initially elongated along the rolling direction by cold rolling, and then these were partly dissolved into the ferrite matrix as the equivalent strain increased. And the soft Cu particles were stronger than the Fe matrix. As the reason, their particles didn't present a grain boundary and/or the dislocation source density was low.

研究分野：量子ビーム工学

キーワード：鉄鋼 軟質分散Cu粒子 変形 応力分配 中性子小角散乱 高エネルギーX線小角散乱 中性子回折 高エネルギーX線回折

1. 研究開始当初の背景

鋼の高強度化は、固溶強化・析出分散強化・結晶粒微細化強化・転位強化などの一般的な強化手法や母相と異なる強度を有する第2相を利用した複合化強化などが用いられる。これらの強化手法と鋼の機能性をうまく組み合わせ、最も効果的に利用するためには、鋼の強化機構の制御方法や他の機能性に及ぼす効果を正しく評価・解釈することが必要である。また、同時に鋼の3Rを考慮すると、日本国内で溶製された鋼は、鋼スクラップにしても高品質であるため、これらの鋼を再利用することを念頭に入れた組織制御も必要である。そこで、マテリアルリサイクルが困難であるCuを強化要因とした第2相粒子に着目した。

第2相粒子による強化作用は、合金が降伏する際に粒子自体が変形できるか否かによって異なる。変形できる粒子を含む合金では、析出物が転位に切断される(転位の引力型相互作用)ことによって発生する界面や析出物内部の結合状態を変化させるエネルギーや塑性変形に要するエネルギーに対応する強化が重要な役割を果たす。土山ら[T. Tsuchiyama et al., Acta Mater., 113, 2016, pp. 48-55]は、薄鋼板の強度と加工性の両立に向けた指導原理として、変形初期は不均質組織として加工硬化に寄与し、変形後期はそれが消失・無効化し均質組織へと変化を可能性とする軟質分散Cu粒子の存在を報告し、鋼材の変形初期は、転位と強い引力型相互作用を示して材料強化因子として働き、母相の塑性変形とともに、伸長・分断するような「ヘテロ-ホモ構造変化」を駆使した組織制御を提案している。そこで、報告者はこの軟質分散Cu粒子と転位の相互作用や塑性変形の振る舞いを定量的に直接観察する手法の開発とその機能性の解明により、新たなミラクルスチールの開発に生かすことを目標に本研究に着手した。

2. 研究の目的

本研究の目標は、量子ビーム散乱を用いて、鋼の塑性変形に伴う軟質分散Cu粒子の特異な形態変化を解析し、その発現機構を解明することである。特に、Cu析出粒子と転位の引力型相互作用や母相の塑性変形に伴う形態変化から、微細析出粒子の塑性変形挙動を理解するものである。量子ビームを用いた分析法は、鋼の基地組織に拘束された状態にある微細析出粒子の形態変化・ひずみ(応力)状態などの弾-塑性変形挙動を体積平均情報として得ることができる長所がある。

3. 研究の方法

供試材は、フェライト組織を基地として、CuやVCなどの微細析出粒子を含有した合金を用いる。以下、2Cu鋼およびVC鋼と称する。Cu析出粒子は、基地組織であるフェライト(Fe)の剛性よりも低いことから、軟質分散粒子と定義し、一方で、VC析出粒子は、Feの剛性よりも高いことから、硬質分散粒子と定義

する。両鋼種のマイクロ組織は、フェライト結晶粒径 $25\mu\text{m}$ 、微細析出粒子径 35nm に調整するために、村上[村上真宏ら、鉄と鋼、97、2011、pp. 152-158]の報告を参考にして、以下の加工熱処理を施した。2Cu鋼は、熱間脆性を示さない1223Kで熱間圧延した供試材を、1173Kで0.6ksの溶体化処理後、水冷してマッシュフェライト組織とし、923Kで180ksの時効処理により軟質分散Cu粒子を析出させた。VC鋼は、1273Kで熱間圧延した供試材を、1473Kで1.8ksの溶体化処理後、水冷してマルテンサイト単一組織とし、873Kで3.6ksの時効処理により硬質分散VC粒子を析出させた。その後、1273KのオーステナイトとVCの二相温度域で180sの部分溶体化処理後、炉冷した。これらの得られた試料に対して、放射光および中性子による回折測定・小角散乱測定をそれぞれ静的観測と動的観測を実施した。実施装置は、大型放射光施設(SPring-8)に設置された産業利用ビームラインI(BL19B2)、大強度陽子加速器施設(J-PARC)に設置された中性子小角・広角散乱装置TAIKAN(BL15)、工学校材料回折装置TAKUMI(BL19)、Australian Nuclear Science and Technology Organisation(ANSTO)に設置されたQUOKKAである。また、微細析出粒子の塑性変形を容易に観測するために、50%、70%、90%の予備圧延を加えた試料を準備した。

4. 研究成果

① 塑性変形した軟質/硬質分散粒子の形態・サイズ・総界面積・体積率の変化

図1は、予備圧延を加えた2Cu鋼の中性子小角散乱プロファイルの結果を示す。基地組織であるフェライトは、圧延加工により、結晶粒が圧延方法に配向する。それに伴い、フェライト中に含まれるCu析出粒子も圧延方法に配向すると予想される。そこで、Cu析出粒子の散乱プロファイルを圧延方向に対する垂直成分(粒子形態の短軸に相当する)と圧延方向に対する平行成分(粒子形態の長軸に相当する)に分離して表している。図1を見ると、圧延加工率の増加に伴い、散乱プロファイルの形状が変化していることが分かる。これは、Cu析出粒子の形態・サイズ・総界面積(数密度・体積率)の変化に相当する。

そこで、図1に対して、ギニエプロットを用いて、慣性半径を算出し、圧延加工率と整理した結果を図2に示す。比較として、VC析出粒子の変化を挿入した。慣性半径とは、ある形状の散乱体の散乱長密度の広がりを表し、これは析出粒子のサイズに対応する。VC析出粒子は、90%の圧延加工にも関わらず、ほとんど慣性半径の変化が見られないことから、粒子自体の塑性変形は小さいことが伺える。一方で、Cu析出粒子は、圧延加工率の増加に伴い、慣性半径の大きな変化が見られ、特に、長軸方向の変化が著しい。したがって、初期の球(楕円体)形態から円盤もしくは針状形

態に変化したことが推察される。

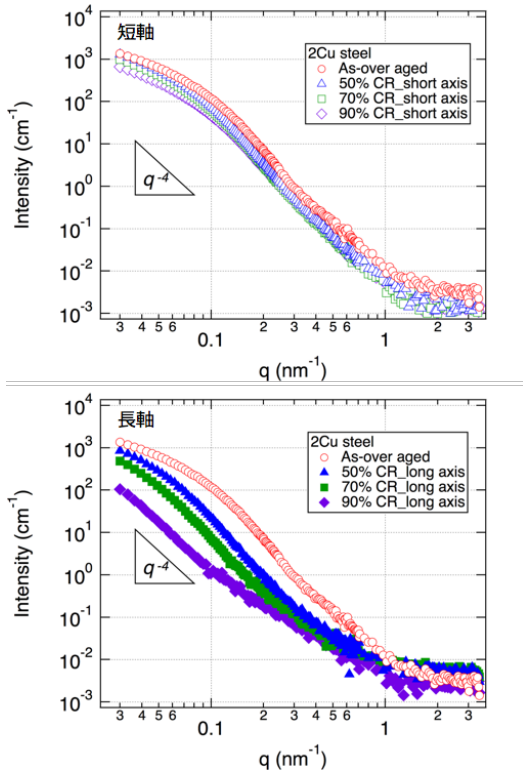


図1 2Cu 鋼の中性子小角散乱プロファイル：圧延方向に対して垂直成分(短軸：上)および圧延方向に対して平行成分(長軸：下)

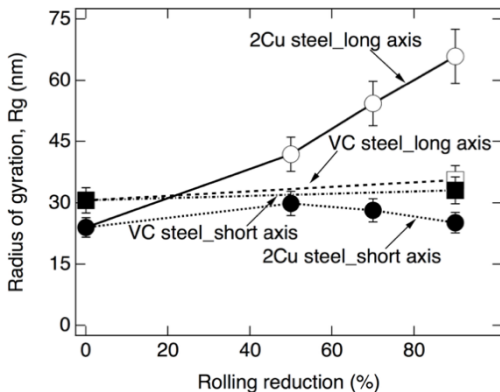


図2 2Cu 鋼と VC 鋼の慣性半径と圧延加工率の関係

次に、図1に対して、ポロド則を用いて、母相と粒子間の総界面積を算出し、圧延加工率と整理した結果を図3に示す。総界面積は、粒子形態が一様で、数密度が既知であれば、粒子径や体積率を算出することが可能となるVC析出粒子及びCu析出粒子ともに圧延加工率の増加に伴い、総界面積が減少する。特に、Cu析出粒子の総界面積の減少が著しい。ここで、1) 同一体積で表面積が最小となる形態は球状であること、2) 図2の粒子形態の変化を考慮すると、数密度(体積率)は圧延加工率の増加に伴い減少すると考えられる。これは、Cu析出粒子が圧延加工で発生した転位の引力

型相互作用(切断機構)により分解したと仮説を立てることができる。ただし、中性子小角散乱測定のみでは、本結果を実証することはできない。

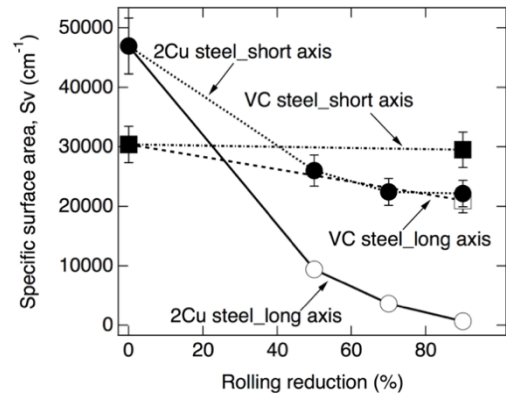


図3 2Cu 鋼と VC 鋼の総界面積と圧延加工率の関係

そこで、放射光による回折法を用いて、予備圧延を加えた2Cu鋼中のCu析出粒子の体積率を測定した。図4は、圧延加工率の異なる2Cu鋼の回折パターンを示す。比較として、析出粒子のない極低炭素鋼の回折線を挿入した。まず、基地組織であるフェライトのCu固溶量は、Fe-Cu 2元系状態図からおよそ0.5%であると確認できるため、Cu析出粒子の体積率はおよそ1.5%と予想できる。図4中の赤枠は、Cu析出粒子の回折線が現れる位置を示しており、圧延加工率の増加に伴い、回折線が消失することが観測できる。そこで、多重度因子の高いCu析出粒子の(311)回折と基地組織のフェライトの(211)回折を用いて、Cu析出粒子の体積率を換算した結果を表1に示す。Cu析出粒子の体積率は、圧延加工率の増加に伴い減少した。したがって、中性子小角散乱で得られた総界面積の減少は、体積率(数密度)の減少である確認を得ることに成功し、これは、前述の考察と同様に、Cu析出粒子が圧延加工で発生した転位による切断機構により、分解していく過程を表していると考えられる。

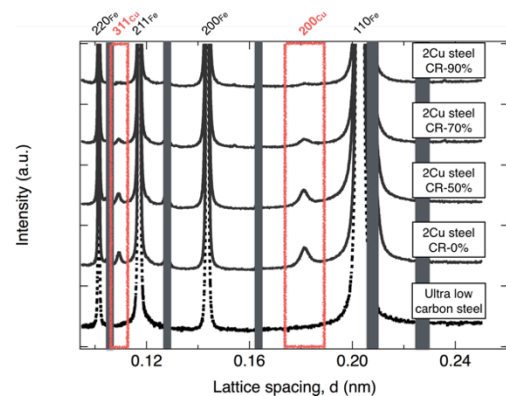


図4 圧延加工率の異なる2Cu鋼の回折パターン

表 1 圧延加工率の異なる 2Cu 鋼中の軟質分散 Cu 粒子の体積率

	2Cu steel CR-0%	2Cu steel CR-50%	2Cu steel CR-70%	2Cu steel CR-90%
Volume fraction of Cu particle (%)	1.36±0.03	0.96±0.02	0.51±0.02	0.31±0.03

② 軟質分散 Cu 粒子の弾-塑性変形挙動解析

図 5(a)、(b)は、4Cu 鋼の中性子回折法によるその場観測の結果を示す。図 5(a)では、変形前の回折パターン(赤)と変形後の回折パターン(青)である。図 4 と同様にフェライト基地組織中の Cu 析出粒子の回折パターンを得ることに成功した。図 5(b)では、外力と変形中の格子定数の相対変化(格子ひずみ)の関係である。基地組織のフェライトと Cu 析出粒子のヤング率はそれぞれ 210GPa および 130GPa であることから、Cu 析出粒子の方がフェライトよりも変形しやすい、すなわち、Cu 析出粒子の分担する強度は低くなると予想できる。しかしながら、中性子回折の結果は、Cu 析出粒子が基地組織のフェライトよりも高い強度を分担することを初めて観測した。これは、1) Cu 析出粒子がナノサイズであるため、転位源密度が低いこと、2) Cu 析出粒子が単結晶であるため、結晶粒界が存在しないという条件が整うことで再現すると考えられる。

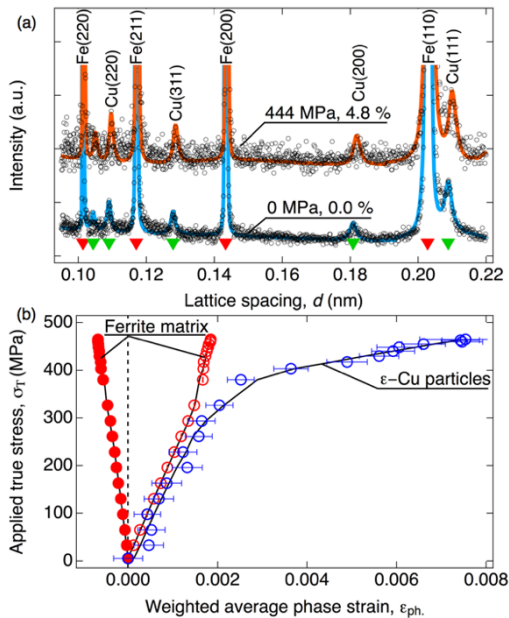


図 5 4Cu 鋼の中性子回折法によるその場観測: (a)中性子回折パターン、(b)外力と平均相ひずみの関係

放射光や中性子による散乱・回折法とその場測定を融合することは、これまで観察が困難であったマイクロ構造の時間変化を定量的に

評価できるツールとして確立している。多くの金属材料は、構造材料として実用化されているが、すべての特性発現メカニズムが解き明かされた訳ではなく、未解決問題も多く存在する。このような長年の課題に対して、メスを入れる研究として、量子ビームが存在していると考えている。今後の展望は、「量子ビーム」というカテゴリーに捉われず、多くの研究者が有効活用できる環境を整備していくとともに大型施設で得られた情報と計算科学・情報工学を相互補完することで、スムーズな材料開発に活かせるようなシステムの構築を進めていきたい。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 4 件)

- ① 諸岡 聡、鈴木 裕士、中性子回折法による材料強度研究、日本原子力学会誌、査読有、Vo. 60、No. 5、2018、pp. 289-293
- ② Y. Oba, S. Morooka, K. Ohishi et al. (他 7 名), Energy-resolved small-angle neutron scattering from steel, Journal of Applied Crystallography, 査読有, Vo. 50, 2017, pp. 334-339 DOI: 10.1107/S1600576717000279
- ③ Y. Oba, S. Morooka, K. Ohishi et al. (他 7 名), Magnetic scattering in the simultaneous measurement of small-angle neutron scattering and Bragg edge transmission from steel, Journal of Applied Crystallography, 査読有, Vo. 49, 2016, pp. 1659-1664 DOI: 10.1107/S1600576716013133
- ④ 大場 洋次郎、諸岡 聡、佐藤 博隆 (他 3 名)、中性子透過スペクトル測定を利用した新しい中性子散乱実験、日本中子科学会誌、査読有、Vo. 26, 2016, pp. 170-173

[学会発表] (計 1 件)

- ① 諸岡 聡、鋼中に含まれる硬質/軟質分散第 2 相粒子の塑性変形挙動、日本鉄鋼協会第 172 回秋季講演大会、2016

[その他]

ホームページ等

https://msrc.jaea.go.jp/center_grp.html?grp=oryoku

6. 研究組織

(1) 研究代表者

諸岡 聡 (MOROOKA, Satoshi)

国立研究開発法人日本原子力研究開発機構・原子力科学研究部門 物質科学研究センター・研究職

研究者番号：10534422

(2)研究協力者

大場 洋次郎 (OBA, Yojiro)