研究成果報告書 科学研究費助成事業



今和 5 年 5 月 1 5 日現在

機関番号: 13301
研究種目:若手研究
研究期間: 2020 ~ 2022
課題番号: 20K14605
研究課題名(和文)異相混在による特異な低温引張特性向上を利用した高強度・高延性低温用構造材料の創製
研究課題名(英文)Development of high strength and elongation structural material for cryogenic temperature used by characteristic improvement of cryogenic tensile properties by heterogeneous phase structure.
研究代表者
古賀 紀光 (Koga, Norimitsu)
金沢大学・機械工学系・准教授
研究者番号:30735923
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):体心立方構造(bcc)のフェライト相と面心立方構造(fcc)のオーステナイト相が混在する二相鋼が低温下で優れた強度と伸びを示すことが明らかになった。加工誘起マルテンサイト変態および両相の強調変形が優れた低温引張特性発現の要因であった。二相鋼では、結晶粒の微細化が低温下での強度と伸びの改善に特に有効であることを見出した。微細結晶粒の二相鋼は、4.2 Kで従来材と同程度の延性を有しながら、著 しく高い強度を示した。

研究成果の学術的意義や社会的意義 4.2 Kでの変形では、発熱を伴うセレーションと呼ばれる局所領域の変形によってその機械的性質が変化するこ 4.2 NCの支加とは、元点を伴うビレーションと呼ばれる同所領域の支形にようとその機械的性質が変化すると とが示唆された。本結果は、極低温環境下での金属材料の変形についての基礎的知見を与えるものであり、その 学術的意義は深い。一方で、本研究で最終的に得られた二相鋼の4.2 Kでの強度特性は従来材を遥かに凌駕して おり、2 可代型体型体型体でいる。よって、本成果は、将来的に核融合炉の普及を通して社会に貢 おり、次世代型核融合炉の構造 献できる可能性を秘めている。

研究成果の概要(英文):Duplex steel consisted of ferrite with body-centered cubic structure and austenite with face-centered cubic structure exhibited excellent strength and elongation at low temperatures. Deformation-induced martensitic transformation and simultaneous deformation between ferrite and austenite provided this excellent low-temperature tensile properties. In the duplex steel, grain refinement improves strength and elongation, especially at low temperatures. Duplex steel with fine grain size exhibited a significantly higher strength than that of a conventional steel, while its elongation was approximately equal to conventional steel's one.

研究分野 : 構造材料

キーワード: 構造材料 鉄鋼材料 引張特性 極低温 二相鋼 セレーション

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等に ついては、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

1. 研究開始当初の背景

金属材料の機械的性質(強度や伸びなど)は、結晶構造によりその温度依存性が異なる。体心立 方構造(bcc)相を有する金属では、温度低下に伴う強度増加量は大きいが、延性が著しく低下す る。逆に、面心立方構造(fcc)相を有する金属は、機械的性質の温度依存性は小さく、低温下で高 強度を示さないが、高延性を示す。一方で、Fe(bcc 相)・Cu(fcc 相)二相合金において低温下にお いても伸びを損なうことなく強度が増加することが明らかになった(N. Koga et al: IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. and Eng., 279(2018), 012004)。さらに、その伸びは低温下でも高延性の Cu 単 相材と同程度であった。低温下においても Fe 相と Cu 相が協調的に変形していることが認めら れており、Cu-Fe 二相合金では Fe 相の温度低下に伴う延性低下が抑えられていた。従来理論で は二相材料の機械的性質は、両相の機械的性質と体積率によって決まると考えられており、各相 の機械的特性は各単相材と同等とみなされてきた。しかし、Cu-Fe 合金における Fe 相の低温下 での延性低下の抑制は、Cu 相の存在によって Fe 相の延性が改善したことを意味しており、 相混在によって特異な機械的性質の改善が生じているといえる。近年、引張その場中性子線回折 法やデジタル画像相関法などの解析技術が発達しており、二相材中での各相の応力状態やひず み状態が取得可能となっている。これらを応用することで異相混在による機械的特性改善のメ カニズムを解明できると考えられる。

安全でクリーンなエネルギー源である核融合炉は、核融合で発生したプラズマを強磁場によ って閉じ込める設計になっている。そこで、強磁場を得るために超電導材が用いられており、核 融合炉の一部の構造部材は極低温(4.2 K)にさらされる。1980 年代に核融合炉に適用可能な極低 温環境下に耐えうる構造材料の探索が行われ、最終的に fcc 構造のオーステナイト系ステンレス 鋼(SUS316)が採用された。しかし、近年、次世代型核融合炉では、出力増加によって従来のオ ーステナイト系ステンレス鋼では強度が不足することが指摘されている。そのため、従来鋼を超 える極低温環境下で高強度・高延性を有する構造材料が求められている。

研究の目的

本研究では、異相の存在が機械的性質および変形・破壊挙動に及ぼす影響を調査し、優れた低 温引張特性発現機構の解明を行った。最終的に、従来材(試験温度:4.2 K, 強度:1200MPa, 全伸 び:0.3)を凌駕する次世代型核融合炉構造材に利用可能な高強度・高延性低温構造用鋼の創製を 目指す。

研究の方法

試料には Fe-Cu 合金よりも高強度を示し、かつ市販鋼でもあるフェライト(bcc) - オーステナ イト(fcc)二相鋼(SUS329J4L)を用いた。本試料について、293 K から 8 K までの各温度で引張試 験を実施した。変形中の各相に付与されるひずみを取得するためにデジタル画像相関法による ひずみ分布の可視化を行った。本手法では、変形前後のデジタル画像からひずみの定量評価と分 布状態を解析可能である。各相へ付与される応力については、引張その場中性子線回折法により 評価を行った。中性子線は金属材料へ深く侵入し、表層から数 mm 深さの領域の応力状態を評 価できる。つまりは、試料の平均情報を取得することができる。中性子線回折法により得られた 応力情報の妥当性はこれまでに多くの論文で確認されている。これらのひずみ、応力解析法を用 いることで二相鋼における優れた低温引張特性の発現メカニズムを解明した。

4. 研究成果

(1) フェライト-オーステナイト二相鋼の引張特性の温度依存性 図1は、フェライト(α)-オーステナイト(γ)二相鋼の光学顕微鏡 像を示している。フェライト相とオーステナイト相は、熱間圧延 (RD)方向に層状に分布する傾向にある。このような層状構造が低 温引張特性の向上に有効であることは、Cu/Fe 積層材で明らかに なっている(Koga et al.: Mater. Sci. Eng. A, 811(2021) 141066)。二相 鋼では、一般的な熱間加工処理のみでこのような層状構造を形成 することが特徴である。これは、凝固時に形成する樹枝状のデン ドライト組織がその後の圧延加工で一方向に配向するためであ る。フェライト相の体積率は57%であった。

†RD ND 20µm

図2は、293Kから8Kの各温度における公称応力-公称ひずみ (SS)曲線を示している。温度低下に伴って強度は単調に増加して おり、bcc 相と同様の強度の温度依存性を示していることがわか (Koga et al.: Mater. Sci. Eng. A,

図1 二相鋼の光学顕微鏡像。 801(2021) 140442.

る。一方で、全伸びに着目すると 77 K までは伸びは一定であり、40K で低下 し、8Kでは再び増加する特異な挙動を 示している。このような全伸びの変化 は、オーステナイト相の加工誘起マル テンサイト変態と相関した。 つまり、77 K では加工誘起マルテンサイト変態量 が多く良好な全伸びを示し、40Kにお いては加工誘起マルテンサイトが形成 しないために全伸びが低下した。8Kで は全伸びは再び増加に転じるが、これ は加工誘起マルテンサイト量が再び増 加するためであった。8Kでは、図2中 で鋸状に見られる局所領域に変形が集 中するセレーションが生じている。こ のようなセレーションは、加工発熱に よる金属材料の軟化によって生じるこ とが知られている。よって、8Kにおい てはセレーションにより変形時には温 度が上昇しており、これが全伸びの改善 に寄与している。図3は、各温度におけ る引張強度と全伸びの関係を示してい る。一般に、引張強度と全伸びはトレー ドオフの関係にあり、引張強度の増加 は、全伸びの低下をもたらす。しかし、 二相鋼では、77 K までは温度低下によ って引張強度-全伸びのバランスが改善 している。40 K では、これらのバラン スは低下するが、8Kではセレーション の影響もあり、再びそのバランスが改善 し、77 K と同程度のレベルとなってい る。

以上から二相鋼では、Cu-Fe 合金と同 様に優れた機械的性質の温度依存性を 示すことがわかった。特に8Kにおける 引張強度-全伸びバランスの改善は、セ



レーションという極低温環境下に特有の変形によってもたらされていた。本結果は、世界的にも 初めて見出された知見であり、極低温環境下での金属材料の変形や機械的性質の理解について の基礎的知見を与えるものでもある。また、極低温環境下での金属材料の変形という学術的な興 味とともに、実使用環境下での金属材料の機械的性質の制御指針を与える工業的な意義も深い 成果ともいえる。今後セレーション変形に伴う温度上昇や局所ひずみの定量評価などを行いよ り詳細にセレーション現象を解明する必要がある。

(2) フェライト相とオーステナイト相へのひずみ・応力分配

図 4 は、293 K にて引張変形を付与した 試料のデジタル画像相関法を用いて可視化 した Exx ひずみ分布を示している。カラーバ ーに示す色がひずみを示しており、最大ひ ずみは平均ひずみ(0.02)の2倍としている。 図中白線はフェライト/オーステナイト界 面を示している。ひずみは、不均一に分布し ており、平均ひずみの2倍以上の高ひずみ 領域とひずみがほぼ0の低ひずみ領域が混 在している。同様の不均一なひずみ分布は 他の鉄鋼材料においても広く認められてい る(Koga et al.: ISIJ Int., 62(2022), 2025, Koga et al.: Mater. Char., 177(2021) 111197, Koga et al.: Mater. Trans., 62(2021) 1424 など)。よっ て、不均一な変形は鉄鋼材料の変形におけ る一般的な性質といえる。

表1は、各温度におけるフェライト相と オーステナイト相のひずみと平均ひずみの 差を示している。なお、各相のひずみは、各



図 4 293 K にて引張変形を付与した試料の ε_{xx} ひずみ分布。(Koga *et al.*: Mater. Sci. Eng. A, 801(2021) 140442.

温度で図4と同様の Exx ひずみ分布 を作成し、両相のひずみを分離して 得られた平均値である。いずれの温 度においても両相のひずみ差は僅 かであった。293 K と 200 K では、 オーステナイト相のひずみがフェ ライト相のひずみよりも僅かに大 きいことがわかる。表1のひずみ差 は変形初期のひずみ分布から算出

表1 各温度におけるフェライト相とオーステナイト相の ひずみと平均ひずみの差(Koga *et al.*: Mater. Sci. Eng. A,

801(2021) 140442.

	293 K	200 K	77 K	40 K	8 K
Ferrite	-0.004	-0.003	0.001	-0.003	-0.003
Austenite	0.008	0.006	-0.001	0.008	0.004

した。一般に、オーステナイト相の降伏応力はフェライト相よりも低いことから変形初期にはオ ーステナイト相が優先的に変形していることは妥当である。一方で、77 K では両相のひずみ差 がほぼなくなり、協調変形が生じている。このような協調変形は77 K における優れた全伸びを もたらす要因の一つといえる。40 K および8 K では再び両相にひずみ差が生じているが、40 K よりも8 K におけるひずみ差の方が小さい。これは、全伸びが40 K よりも8 K の方が優れてい ることにも合致する。つまり、両相間でのひずみ差はボイド形成を促進するため(K. Park *et al.*: Mater. Sci. Eng. A, 604(2014) 135)、小さなひずみ差が8 K での高い全伸びの一因といえる。

図5は、引張その場中性子線回折法を用いて測定された(a)293Kおよび(b)200Kにおける各相の担う応力を示している。いずれの温度においてもフェライト相がオーステナイト相よりも大きな応力を担っていることがわかる。また、温度低下によってフェライト相とオーステナイト相の応力はともに増加していることもわかる。前述のように fcc 構造であるオーステナイト相は、強度の温度依存性が小さいはずであるため、本結果は一般的な理解とは反する。近年、オーステナイト相中に窒素が存在する場合に同様の低温下での高強度化が発現することが報告されている(Tuchiyama et al.: Steel Res., 2200428(2022)1.)。本二相鋼においても 0.1mass%の窒素が添加されており、そのためにこのようなオーステナイト相の特異な強度の温度依存性を示したと理解できる。図5(c)は、各相が全応力に対して担う応力の割合を示している。いずれの温度においても70%近くの応力をフェライト相が担っており、二相鋼においてフェライト相が強度特性に特に貢献していることがわかる。一方、温度が低下しても各相の全応力への寄与はほぼ同程度であった。つまりは、本二相鋼ではオーステナイト相が温度低下により硬化するが、フェライト相の強度増加は従来知見通り大きく、低温下での強度増加は、フェライト相の硬度増加によるところが大きい。

以上から、二相鋼において低温下における各相の役割は以下のように考えられる。フェライト 相は、大きな応力を担い、温度低下に伴う強度増加に貢献する。一方で、8Kにおいてもひずみ 差が比較的小さかったことからフェライト相の低温下での脆性破壊は抑制されているといえる。 隣接のオーステナイト相がこのようなフェライト相の脆性破壊の抑制の一因になっていると考 えらえる。さらに、オーステナイト相は、加工誘起マルテンサイト変態を起こすことで優れた伸 びを発現する。つまりは、低温下においてフェライト相は強度の改善に、オーステナイト相は延 性の改善にそれぞれ寄与しているといえる。今後、オーステナイト相に窒素を添加することで更 なる高強度化を達成できる可能性があり、更なる調査を行う予定である。







(3) フェライト-オーステナイト二相鋼の低温引張特性に及ぼす結晶粒微細化の影響

一般に、結晶粒の微細化により延性(靱性)を損なうことなく金属材料を高強度化することが 可能である。そこで、結晶粒の微細化による二相鋼の更なる特性改善を試みた。図6は、微細粒 材と粗大粒材の293Kと77KにおけるSS曲線を示している。293Kにおいて結晶粒の微細化に より強度と全伸びがともに改善している。一方で、77Kでは、同様に微細化により両特性が増 加しているがその増加量は293Kと比較していずれも大きくなっている。つまりは、結晶粒の微 細化が低温下における引張特性の改善に特に有効であることを意味する。この77Kにおける微 細化による顕著な特性改善には、低温下では結晶粒微細化による強度増加が大きくなること、加 工誘起マルテンサイト量が微細化により増加することが寄与していた。 (4) 微細粒フェライト-オーステナイト二相 鋼の極低温引張特性

図7は、微細粒の二相鋼を液体ヘリウム(4.2 K)中で引張試験した結果より得られたSS曲線である。試験は二度実施し、それぞれの結果を示している。図2の8Kと同様にセレーションが現れている。二度の試験の結果から、引張強度1700MPa、全伸び0.2が達成された。これは、従来材の引張強度1200MPa、全伸び0.3と比較して、著しく高い強度特性を達成できたといえる。他方、全伸びについては従来材よりも下回った。この要因として、今回用いた試験片の厚さが薄かったことが原因と考えられる。図7中に、各試験片の厚さを示しており、厚い試験片が良好な全伸





Eng., 1241(2022) 012002.

びを示していることがわかる。図8に破断後の試料の全体像を示す。いずれの試料においても図 中矢印で例示するように、最大せん断応力方向に沿うように、しわ状の変形帯と呼ばれる領域が 形成している。これらの変形帯はセレーションの痕跡であり、その数は図7中の応力低下の回数 と合致している。つまりは、セレーション変形下では局所領域に著しく変形が集中するために、 試験片が薄い場合には表面性状などの影響によって早期に破断が生じる可能性がある。今後、さ らに厚い試験片を用いて評価を行う予定である。

以上から当初目標とする従来材を凌駕する二相鋼の創製の目標は、強度に関しては達成され、 延性については達成することができなかった。しかし、試験片を厚くすることや更なる微細化な どによって延性も目標値を超える可能性が十分に高い。1.で述べたように本成果は、二相鋼が次 世代型核融合炉の構造部材と成りえることを示している。次世代型核融合炉の構造部材には、ハ イエントロピー合金や高窒素オーステナイト鋼などがその候補として研究されている。しかし、 いずれの材料も高価であることや特殊な合金元素を添加しているなど汎用的な材料ではない。 一方で、本研究で用いた二相鋼は、市販鋼であるために入手が容易であり、安価といった利点が ある。二相鋼は極低温環境下で従来材を遥かに上回る強度を発現しており、さらに、結晶粒の更 なる微細化により高強度化と高延性化を達成できる可能性も秘めている。以上から本成果は、次 世代型核融合炉の構造部材の探索に大きなインパクトを与えるものといえる。







図 8 試験後の試料の全体像. (a)Thickness 0.6 mm, (b) Thickness 0.4 mm

5.主な発表論文等

[雑誌論文] 計9件(うち査読付論文 9件/うち国際共著 1件/うちオープンアクセス 0件)

1.者首名	4.奁
Koga Norimitsu、Kanehira Yuki、Huyen Pham Thi Thanh、Hori Kazuya、Umezawa Osamu	61
2 . 論文標題	5 . 発行年
Effect of Aging on Low-temperature Tensile Properties of Ultra-low Carbon Steel	2021年
3.雑誌名	6.最初と最後の頁
ISIJ International	2308~2316
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子)	査読の有無
10.2355/isijinternational.ISIJINT-2021-143	有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著

1.著者名 Yajima Yuto、Koga Norimitsu、Watanabe Chihiro	4.巻 177
2.論文標題	5.発行年
Influential factors on the deformability of colonies in pearlitic steel	2021年
3.雑誌名	6.最初と最後の頁
Materials Characterization	111197 ~ 111197
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子)	査読の有無
10.1016/j.matchar.2021.111197	有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	-

1.著者名	4.巻
Yamashita Takavuki, Koga Norimitsu, Kawasaki Takuro, Morooka Satoshi, Tomono Shohei, Umezawa	819
Osamu, Harjo Stefanus	
2.論文標題	5 . 発行年
Work hardening behavior of dual phase copper-iron alloy at low temperature	2021年
	-
3. 雑誌名	6.最初と最後の頁
Materials Science and Engineering: A	141509 ~ 141509
掲載論文のD01(デジタルオブジェクト識別子)	査読の有無
10.1016/j.msea.2021.141509	有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	-

1.著者名	4.巻
Koga Norimitsu、Fujita Motoki、Watanabe Chihiro	⁶²
2 . 論文標題 Visualization of Microscopic-Scale Strain Distributions in Martensitic Steel over a Wide Range of Tensile Strain by Using Digital Image Correlation Method on Replica Film	5 . 発行年 2021年
3.雑誌名	6 . 最初と最後の頁
MATERIALS TRANSACTIONS	1424~1427
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子)	査読の有無
10.2320/matertrans.MT-M2021118	有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著

1.著者名	4.巻
Koga Norimitsu、Sakamaki Yuta、Kaseya Akihiro、Umezawa Osamu、Nakata Hiroshi、Toyoda Shunsuke	¹⁸⁵
2.論文標題 Visualization of strain distribution around fatigue crack developed by low cycle fatigue test in high-strength steels using digital image correlation method for replica films	5 . 発行年 2022年
3.雑誌名	6.最初と最後の頁
Materials Characterization	111731~111731
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子)	査読の有無
10.1016/j.matchar.2022.111731	有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	
1.著者名	4.巻
Koga Norimitsu、Tanahara Kento、Umezawa Osamu	⁵³
2.論文標題 Deformation Structure Around a Crack in -Fe4N Layer of Nitrided Extra-Low-Carbon Steel Subjected to Cyclic Tensile Test	5 . 発行年 2022年
3.雑誌名	6 . 最初と最後の頁
Metallurgical and Materials Transactions A	1150~1155
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 10.1007/s11661-022-06607-3	査読の有無有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	
1.著者名 Koga Norimitsu、Suzuki Shinya、Jiang Hua、Watanabe Tatsuki、Watanabe Chihiro、Miyajima Yoji、 Miura Hiromi	4.巻 ⁵⁷
2.論文標題 Role of ferrite and austenite phases on the deformation behavior and mechanical properties in heterogeneous nanostructured duplex stainless steel aged at different temperatures	5 . 発行年 2022年
3.雑誌名	6 . 最初と最後の貞
Journal of Materials Science	5606~5619
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 10.1007/s10853-022-06924-3	 査読の有無 有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	
1.著者名	4.巻
Koga Norimitsu、Nameki Tatsuya、Umezawa Osamu、Tschan Valentin、Weiss Klaus-Peter	801
2.論文標題 Tensile properties and deformation behavior of ferrite and austenite duplex stainless steel at cryogenic temperatures	5 .発行年 2021年
3.雑誌名	6.最初と最後の頁
Materials Science and Engineering: A	140442~140442
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 10.1016/j.msea.2020.140442	査読の有無有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	該当する

1.著者名	4.巻
Koga Norimitsu, Tomono Shohei, Umezawa Osamu	811
2.論文標題	5 . 発行年
Low-temperature tensile properties of Cu-Fe laminated sheets with various number of layers	2021年
3. 雑誌名	6.最初と最後の頁
Materials Science and Engineering: A	141066 ~ 141066
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子)	査読の有無
10.1016/j.msea.2021.141066	有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	-

〔学会発表〕 計4件(うち招待講演 1件/うち国際学会 3件)

1.発表者名 野口将希、古賀紀光、渡邊千尋

2.発表標題

フェライト+オーステナイトニ相ステンレス鋼の低温引張特性に及ぼす結晶粒径の影響

3.学会等名日本鉄鋼協会第182回秋季講演大会

4 . 発表年 2021年

1.発表者名

Norimitsu Koga, Shohei Tomono, Osamu Umezawa

2.発表標題

Crystallographic orientation on raft-like structure developed by tensile deformation in Cu-Fe dual phase alloy sheet

3 . 学会等名

ICOTOM2019(国際学会)

4.発表年 2021年

1.発表者名

Norimitsu Koga, Osamu Umezawa

2.発表標題

Temperature dependence of tensile properties in bcc+fcc dual phase materials

3 . 学会等名

Materials science world forum (招待講演) (国際学会)

4.発表年 2021年

1.発表者名

Norimitsu Koga, Tatsuya Nameki, Osamu Umezawa

2.発表標題

Effects of grain size and strain rate on the low-temperature tensile properties of ferrite-austenite duplex stainless steel

3 . 学会等名

CEC/ICMC2021(国際学会)

4 . 発表年

2021年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

金沢大学_研究者情報 https://ridb.kanazawa-u.ac.jp/public/detail.php?id=4785

6.研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究考察号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
(研究有留亏)		

7.科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8.本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------