

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 24 年 6 月 22 日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2009～2011

課題番号：21560763

研究課題名（和文） 層状破壊様式を活用した超高強度鋼の靱化

研究課題名（英文） Toughening of ultra high strength steel using delamination

研究代表者

木村 勇次（KIMURA YUUJI）

独立行政法人物質・材料研究機構・構造材料ユニット・主幹研究員

研究者番号：80253483

研究成果の概要（和文）：

本研究では、焼戻マルテンサイト組織の温間加工（温間テンプレフォーム）で作製される超微細粒鋼の層状破壊を活用した靱性向上に有効な組織因子の抽出を目的とした。まず、低合金鋼に種々の温度、減面率で温間テンプレフォームを施し、基地結晶の短軸粒径や形状、集合組織などの組織因子の異なる超微細粒鋼を得た。ついで、超微細粒鋼の引張特性とシャルピー衝撃試験の関係を組織因子と関連づけて調査した。その結果、超微細粒鋼の層状破壊は基地結晶粒の短軸粒径、形状および集合組織の組み合わせで有効に制御できることを明らかにした。

研究成果の概要（英文）：

The present study was undertaken to make clear the specific microstructural factors which control the delamination toughening in ultrafine grain (UFG) structure steel processed by deformation of tempered martensitic structure at elevated temperature (i.e., warm tempforming). The warm tempforming was applied to low-alloy steels at different rolling temperatures and rolling reductions to obtain the UFG structures with different microstructural factors such as the transverse grain size, the grain shape, the texture, etc. The tensile and Charpy impact properties of the UFG samples were investigated in association with these microstructural factors. It was concluded that the dominating factors controlling the delamination toughening were the transverse grain size, the grain shape and the $\langle 110 \rangle // RD$ fiber deformation texture.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009 年度	1,700,000	510,000	2,210,000
2010 年度	1,600,000	480,000	2,080,000
2011 年度	400,000	120,000	520,000
年度			
年度			
総計	3,700,000	1,110,000	4,810,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学、材料加工・処理

キーワード：結晶・組織制御、構造・機能材料、材料加工・熱処理

1. 研究開始当初の背景

CO₂削減による地球温暖化防止のための輸送機器の軽量化や次世代構造物の実現を目指し、超高強度の構造用金属材料およびその部

材の開発への期待が最近益々高まっている。とくに鋼の降伏強さを 1500MPa 以上に高めると比強度（＝強度/密度）が航空機等で使われている超々ジュラルミンの比強度以上と

なり、輸送機等の大幅な軽量化が期待できる。独立行政法人 物質・材料研究機構（以下 NIMS）では、強度 2 倍・寿命 2 倍の超鉄鋼材料の実現を目指して、超鉄鋼プロジェクト（総称）を 1997 年度から 2005 年度まで推進した。我々は、その中の研究テーマのひとつとして、希少元素を極力使わずに経済性、リサイクル性に優れた単純かつ低合金組成で耐遅れ破壊特性、疲労特性に優れた 1500MPa 超級低合金鋼の開発研究を遂行するとともに開発した鋼を用いた超高力ボルトの創製を試行した。しかしながら、疲労特性や耐遅れ破壊特性を向上させた 1800MPa 級鋼材でも衝撃吸収エネルギーが 30J 程度と低い問題点があった。

通常、材料は冷間鍛造などの手法で部品形状に成形される。1000MPa 級の高力ボルトなどの高強度部品の製造では、軟質化した鋼材を冷間鍛造によって成形したのちに調質処理が施され、強度と遅れ破壊、疲労、靱性などの特性が付与される。とくに少量の合金元素の添加で 1500MPa 以上の超高強度を実現するには炭素量の増加が不可欠であるが、その一方で軟質化が困難になる。しかも材料を複雑形状部品に成形した場合、例えばボルトでは、高炭素量に起因して、熱処理の際にネジ底部で焼割れが生じやすくなる問題点もあった。つまり、1500MPa 超級の超高強度部品を実現するには、材料の特性だけでなく従来の部品製造プロセスも根本的に見直す必要があった。

我々は、さらに超高力ボルトへの加工熱処理プロセスを思考する中で、鋼を焼入れして得られるマルテンサイト組織を 500°C で焼戻後、500°C で既存の溝ロール圧延機を用いて減面率 77% (真歪 1.7) で棒材に加工すると、**図 1** に示すように 1800Ma 級の引張強さでも靱性が大幅に向上することを見出した。用いた鋼は 0.4wt% C 鋼に 2wt% の Si と 1wt% の Cr と 1wt% の Mo を添加しただけの低合金鋼である。

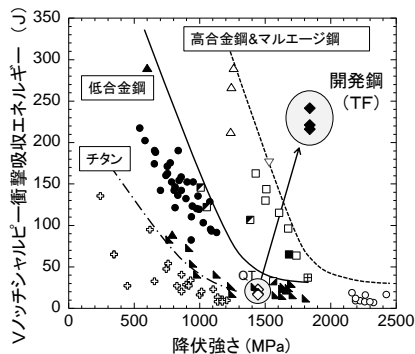


図 1 各種合金の降伏強さと V ノッチシャルピー衝撃吸収エネルギーの関係

衝撃試験後の試験片の外観を**図 2** に示すように、開発鋼では、衝撃方向とは直角に割れが進展する層状破壊を起こし割れが衝撃方向に進展しにくい。とくに-20°C から-60°C の温度域では図中に↑で示すように 500 J の衝撃エネルギーでは、竹を折ったときのように試験片が完全に破断しないものもあった。このような層状破壊は、焼戻マルテンサイト組織の温間加工で形成された超微細繊維状結晶粒組織（伸長フェライト粒の短軸平均粒径 0.26 μm）の形成に起因すると考える。

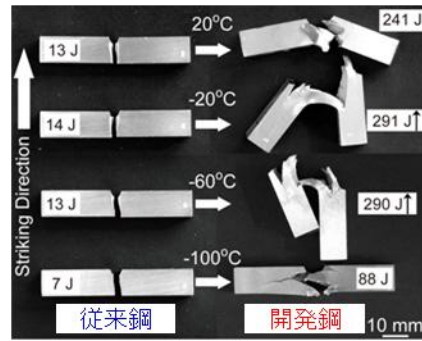


図 2 シャルピー衝撃試験後の V ノッチ試験片の外観。図中の矢印は 500 J の衝撃エネルギーで完全に破断なかった試験片を示す。

2. 研究の目的

本研究では、低合金鋼について、層状破壊の発生機構を明確にし、靱性向上に有効な組織因子の抽出を目的とする。まず、焼戻マルテンサイト組織の温間加工（以下温間テンプレフォーム）による超微細繊維状結晶粒組織の形成過程を調査し、基底結晶の粒径や形状、第 2 相粒子径、集合組織、転位密度などの組織因子を有効に変化できる加工プロセス条件を調査した。ついで、適正化されたプロセス条件で得た材料について、引張試験、衝撃試験を種々の温度で実施し、組織因子と層状破壊の関係を系統的に調査し、層状破壊に有効な組織因子を抽出した。

3. 研究の方法

鋼材は 100kg 真空溶解により溶製した。**図 3** に温間テンプレフォームの概略を示す。NIMS の材料支援ステーションが保有する溝ロール圧延機および大型鍛造用熱処理炉を用いてマルテンサイト組織鋼材を種々の加工温度またはひずみ量で温間加工した。得られた材料の組織は、光学顕微鏡法、走査型電子顕微鏡法 (SEM)、電子後方散乱回折法 (EBSP)、X 線回折法、透過型電子顕微鏡法 (TEM) により解析した。また室温での引張変形特性およびシャルピー衝撃特性評価を行い、組織と加工温度、加工歪量と層状破壊との関係を調査した。また、微小引張試験片を鋼材から採り特性の異方性も調査した。

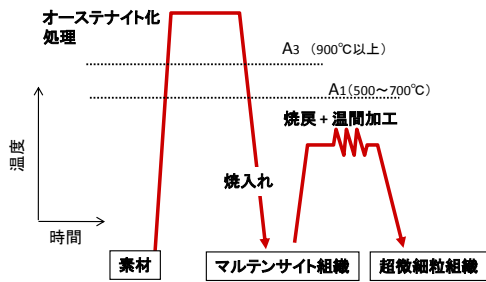


図3 温間テンプレフォーミング処理の概略図

4. 研究成果

4.1 温間加工温度の影響

温間加工温度の影響は、500~700°Cの焼戻処理で炭化物の種類が変わらない0.6% C-2%Si-1%Cr鋼材を用いて調査した。まず、断面積が10cm²の角棒材を1200°Cで60min溶体化処理後水焼入れした。ついで、焼入れ材を500°C、600°Cならびに700°Cで90min焼戻した後、それぞれの温度において溝ロール圧延機で3→3→4の10パスの加工（累積減面率：80%）を施して約14mm角（断面積：2cm²）の棒材とし空冷した（TF材）。また焼ならし材を880°Cで30minオーステナイト化後油焼入れし、500~700°Cで90min焼戻後水冷して得られた材料を比較材として用いた（QT材）。TF材では、図4に示すように、いずれの加工温度でも強い<110>/RD繊維集合組織を有する超微細結晶粒組織が形成された。加工温度が500°Cから700°Cへと高くなるにつれて、短軸の平均結晶粒径は0.34から0.97μmへと大きくなり、結晶粒の形状も繊維状から等軸状へと変化した。室温での0.2%耐力および引張強さは加工温度が500°Cでそれぞれ1364MPa、1456MPaであり、700°Cではそれぞれ840MPa、983MPaであった。短軸結晶粒径と0.2%耐力の間にはホールペッチの関係が確認された。

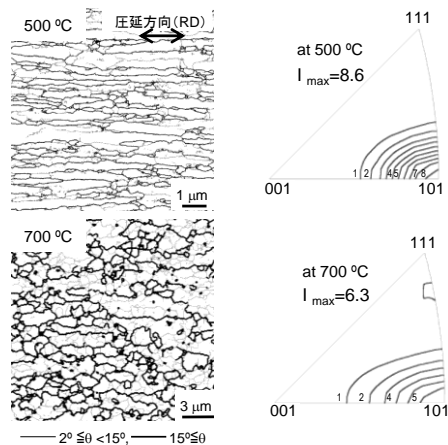


図4 500°Cおよび700°Cで温間テンプレフォーミング処理した0.6% C-2%Si-1%Cr鋼の組織および圧延方向(RD)に関する逆極点図

図5は、500°Cおよび700°Cでテンプレフォーミングした材料のシャルピー衝撃試験結果を示す。いずれのTF材でも、層状破壊に起因した衝撃吸収エネルギーの逆温度依存性が確認されるが、加工温度が低くなるほど顕著になることがわかった。

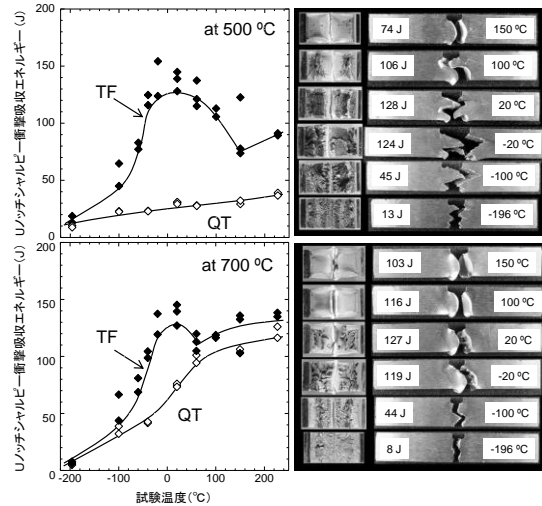


図5 500°Cおよび700°Cで温間テンプレフォーミング処理した0.6% C-2%Si-1%Cr鋼のシャルピー衝撃特性と試験後の試験片の外観

4.2 温間加工ひずみ量（減面率）の影響

減面率の影響は、0.4% C-2%Si-1%Cr-1%Mo鋼材で調査した。まず、断面積16cm²、長さ12cmの角材に1200°Cで60min溶体化処理を施し、溝ロール圧延機を用いた熱間圧延により断面積9cm²の角棒材とした後水焼入れした。ついで、焼入れ材を、前記4.1の結果で最も顕著な層状破壊が生じた500°Cで60min焼戻した後、溝ロール圧延機で累積減面率：0~80%の温間テンプレフォームを施したのち室温まで空冷した（TF材）。その結果、減面率が大きいほど超微細繊維状結晶粒組織の割合が高くなり80%の減面率で材料のほぼ全域で目的とする超微細繊維状結晶粒組織が得られることがわかった。一方、材料の室温降伏強さは減面率が高いほど顕著に上昇した。室温のVノッチシャルピー衝撃試験では、減面率が高くなるほど層状破壊が顕著となり、吸収エネルギーも上昇することを確認した。シャルピー衝撃試験を227°Cから-196°Cの範囲で行った結果、80%の減面率で加工した材料では層状破壊に起因した衝撃靱性の逆温度依存性が認められ、同じ1800MPaの引張強度レベルの通常焼入れ・焼戻材と比べて靱性が大幅に改善されることをわかった。

図6は微小試験片の室温引張試験結果を示す。焼入れ・焼戻材（QT材）は等方的な特性を示す。一方TF材は顕著な引張変形特性の異方性を示し、RD方向と垂直な引張方向で降

伏強さおよび破断強度が小さい。延性脆性遷移はクラック先端のプロセスゾーンの最大引張応力（降伏応力の3~5倍）が脆性破壊応力を上回ったときに起こる。鉄ではとくに低温域で降伏強さが急激に上昇するため顕著な延性脆性遷移挙動を示す。すなわち、降伏強さの増大に伴って、TF材では結晶粒組織の異方性に起因してRD方向とは平行な面での破壊が促進されて層状破壊が顕著になる結果、衝撃靱性の逆温度依存性が発現したと考える。

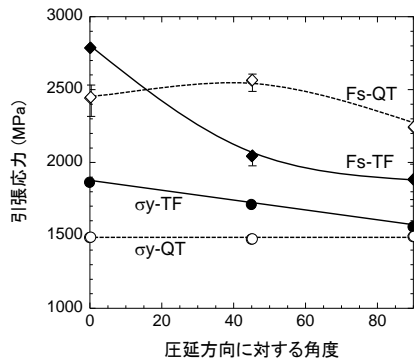


図6 500℃で温間テンプレフォーミング処理した0.4%C-2%Si-1%Cr-1%Mo鋼(TF)の降伏強さおよび真破断強の異方性。通常の焼入れおよび焼戻材(QT)のデータも示す。

以上の結果から、超微細粒鋼の層状破壊は基地結晶粒の短軸粒径、形状および集合組織の組み合わせによって有効に制御できる。とくに超微細粒鋼の降伏強さと衝撃靱性の向上には短軸粒径が重要な組織因子であることがわかった。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計1件)

- ① Y. KIMURA, T. INOUE, F. YIN, K. TSUZAKI, Delamination toughening of ultrafine grain structure steels processed through tempforming at elevated temperatures, *ISIJ International*, 査読有, vol. 50, (2010), pp. 152-161.

[学会発表] (計5件)

- ① 木村勇次、井上忠信、殷福星、津崎兼彰, 温間テンプレフォーミングで作製した超微細結晶粒鋼の層状破壊挙動, 第162回日本鉄鋼協会春季講演大会、大阪大学、(2011/9/21)
- ② Y. KIMURA, T. INOUE, F. YIN, K. TSUZAKI, Strength and Impact Toughness of Ultrafine Grained Steels Processed by Warm Tempforming, Proc. *ICAS 2010*, eds. Y. WENG, H. DONG, Y. GAN, Nov. 9-11,

(2010), Guilin, China, Beijing Metallurgical Industry Press, in CD.

- ③ Y. KIMURA, Development of Stronger and Tougher Steel at Low Temperatures, Einladung zum Kolloquium der Abteilung V "Werkstofftechnik", (2010/9/22), BAM, Berlin, Germany. (招待講演)
- ④ 木村勇次、井上忠信、殷福星、津崎兼彰, 温間テンプレフォーミングで作製した超微細粒鋼の衝撃靱性、第159回日本鉄鋼協会春季講演大会、筑波大学、(2010/3/30).
- ⑤ Y. KIMURA, T. INOUE, F. YIN, K. TSUZAKI, Enhanced Toughness in An Ultrafine Fibrous Grain Structure Steel Processed by Tempforming Treatment, *THERMEC 2009*, Aug. 25-29, (2009), Berlin, Germany, abstract. (招待講演)

[図書] (計3件)

- ① 木村勇次, 加工プロセスによる組織微細化と材料の強靱化 (解説)、環境・エネルギーハンドブック、物質・材料研究機構監修、(2011)、pp. 300-307
- ② 木村勇次、井上忠信、殷福星、津崎兼彰: 超高強度鋼 (解説)、工業材料、第58巻、1号、(2010)、pp. 46-47.
- ③ 木村勇次, 加工熱処理による低合金鋼の強靱化 (解説)、ふえらむ、第14巻第3号、(2009)、pp. 154-161.

[その他]

ホームページ等

<http://www.nims.go.jp/smc-5/>

<http://www.nims.go.jp/pmg/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

木村 勇次 (KIMURA YUUJI)

独立行政法人 物質・材料研究機構・

主幹研究員

研究者番号：80253483

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

井上 忠信 (INOUE TADANOBU)

独立行政法人 物質・材料研究機構・

主幹研究員

研究者番号：90354274

殷 福星 (YIN FUXING)

独立行政法人 物質・材料研究機構・

主席研究員

研究者番号：80354273