

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 5 月 20 日現在

機関番号：17102

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2011～2013

課題番号：23360310

研究課題名(和文)鉄鋼材料の結晶粒微細化強化に関する合金設計の見直し

研究課題名(英文) Re-examination of alloy designing for grain refinement strengthening in iron and steel

研究代表者

高木 節雄 (Takaki, Setsuo)

九州大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：90150490

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,300,000円、(間接経費) 3,690,000円

研究成果の概要(和文)：鉄鋼材料の結晶粒微細化強化に関する真のデータベース構築を目的に、以下の2つの研究を実施した。(1)結晶粒微細化強化に及ぼす炭素と窒素の効果を調査し、粒界偏析の観点から、両者の違いを検討する。(2)炭素や窒素をTi(C,N)として完全に固定したIF鋼を用いて各種合金元素が鉄の結晶粒微細化強化係数に及ぼす影響を系統的に調査する。その結果、(1)粒界偏析量に依存して、窒素よりも炭素の方が、結晶粒微細化強化係数を増加させるが、熱処理によって窒素でも十分な結晶粒微細化強化を発現できることを明らかにし、(2)結晶粒微細化強化に及ぼすCr、P、Niの単独効果を評価することができた。

研究成果の概要(英文)：In order to create a database for grain refinement strengthening of iron and steel, the following two researches were carried out. (1) the effects of carbon and nitrogen on grain refinement strengthening were investigated and the difference between carbon and nitrogen was discussed in terms of grain boundary segregation. (2) the effect of individual alloy elements on grain refinement strengthening, so-called Hall-Petch coefficient, was evaluated using interstitial free atoms free (IF) steel. As a result, (1) it was confirmed that carbon increases H-P coefficient more effectively than nitrogen due to a high amount of grain boundary segregation, but the tendency is able to be controlled by heat treatment. (2) the change in H-P coefficient depending on Cr, P and Ni could be evaluated individually.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学

キーワード：鉄鋼材料 結晶粒微細化強化 構造・機能材料

1. 研究開始当初の背景

金属材料の結晶粒径; d は降伏強度を左右する最重要の組織因子であり、 $d^{1/2}$ に比例して強度が増大することは Hall-Petch の関係としてよく知られている。工業的に広く使用されている鉄鋼材料では、材質のバラツキを小さくすることが競争力に直結するため、 $d^{1/2}$ に対する強化係数(H-P 係数)に関して合金元素の影響が数多く調査されてきた。Si や Cr などの置換型固溶元素については、一般的に強化係数を大きくすると理解されており、なかでも粒界偏析の傾向が強い P については、470ppm 程度の添加で強化係数が著しく増大するとの報告がある。ところが、申請者が、固溶炭素や窒素が存在しない IF 鋼を用いて同様に P の影響を調査した結果、P はむしろ H-P 係数を小さくするといった全く逆の結果が得られた。この違いは、明らかに微量炭素(56ppm)の有無によるものである。これまでの研究では、同様に数十 ppm のレベルで存在する微量の C や N の影響はほとんど無視されており、得られた結果が、添加した合金元素の影響として評価されてきたところに大きな問題がある。つまり、鉄鋼材料の結晶粒微細化強化について合金元素の影響を評価する場合、固溶 C や N の影響が無い IF 鋼を用いて調査が行われるべきであり、工業的に高度の信頼性が要求される鉄鋼材料については、改めてこれまでのデータを再評価する必要がある。

2. 研究の目的

固溶 C ならびに N の影響を除外し、他の合金元素が結晶粒微細化強化に及ぼす影響を正確に評価するためには、まず(1)固溶した C と N が H-P 係数を顕著に上昇させる機構を明らかにし、ついで(2)固溶 C と N の影響がない IF 鋼を用いて、他の合金元素の影響を調査することとした。

3. 研究の方法

上記の目的を達成するため、以下2つの実験を実施した。

(1) 粒界偏析による C と N の H-P 係数上昇機構解明

合金元素の添加によって H-P 係数が上昇する機構の一つとして粒界偏析が考えられる。そこで、3次元アトムプローブを用いて、粒界偏析した C と N の定量分析を試みた。そして、測定した偏析量と H-P 係数の相関性を吟味し、粒界偏析による結晶粒微細化強化機構を検討した。

(2) IF 鋼を用いた主要添加合金元素の H-P 係数再評価

鉄鋼材料の中でも主要な添加合金元素として利用され、かつ粒界偏析し易い合金元素として Cr、P、Ni を選定し、それぞれの添加量を変化させた Ti 添加 IF 鋼を作製し、その H-P 係数を測定した。同時に、種々の電子顕

微鏡を用いて、各合金元素の粒界偏析挙動も調査した。

4. 研究成果

(1) 粒界偏析による C と N の H-P 係数上昇機構解明

軽元素であり、微量にしか添加していない C と N の粒界偏析挙動を把握することは大変困難なことであるが、3次元アトムプローブを利用することでこれらを直接観察することに成功した。図2および3は、60ppm の C と N を単独添加したフェライト鋼において、C と N が粒界偏析する様子をそれぞれ示している。前者では、粒界に C が優先的に偏析しており、従来知見と同様に C が粒界偏析し易い元素であることがわかる。一方で後者では、N も粒界偏析している様子がうかがえるが、その挙動は不純物程度に混入する微量の C(5ppm)と同程度であることがわかる。これらの結果は、C は N に比べて粒界偏析し易いことを示すと同時に、わずかでも C が固溶しているとこれらが優先して粒界偏析することを示唆している。この結果をもとに定量評価した C と N の粒界偏析量から単位原子量当たりの H-P 係数上昇効果を見積もったところ、C は N の約 8 倍もの上昇効果を持つことが明らかとなった。つまり、C は粒界偏析し易いことに加えて、粒界エネルギーを上昇させる効果が高いため、顕著に H-P 係数を上昇させたと考えら得られる。なお、時効処理によって、粒界偏析を助長した場合、N 添加鋼においても H-P 係数が上昇することが確認され、結晶粒微細化強化を見積もる際には、粒界偏析を考慮した臨界粒界強度の議論が重要であることが示唆された。

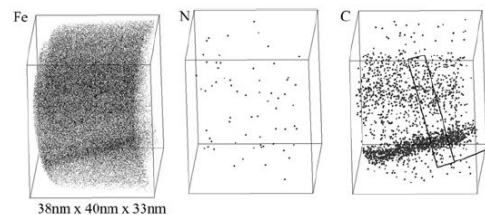


図 1. 60ppmC 鋼のフェライト粒界に偏析する炭素と窒素

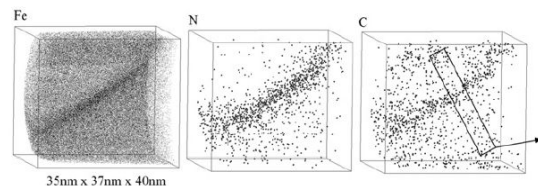


図 2. 60ppmN 鋼のフェライト粒界に偏析する炭素と窒素

(2) IF鋼を用いた主要添加合金元素のH-P係数再評価

Cr、P、Niの添加量を変化させたIF鋼に対して、加工熱処理を適用することで結晶粒径を変化させ、H-P係数に及ぼす各合金元素の定量的に評価した。同時に行った電子顕微鏡観察の結果、いずれの合金元素もフェライト粒界に偏析する様子が観察されたが、CrとPはH-P係数をほとんど変化させないのに対して、Niは大きく上昇させることが確認された。これらの結果は、合金元素の種類によって臨界粒界強度が大きく変化することを意味している。つまり、偏析挙動に加えて、臨界粒界強度に及ぼす合金元素の影響を把握できれば、鉄鋼材料の結晶粒微細化強化をより定量的に制御できるものと考えられる。以上の結果に加えて、Ni添加IF鋼においては、図3に示すような不連続降伏現象が確認された。これまで、不連続降伏はCやNによるコッテレル固着説で説明されてきたが、IF鋼において不連続降伏が発現した本研究結果は従来の認識を変える大変重要な知見である。今後、ひずみ時効特性なども含めて、新たな理論の構築が望まれる。

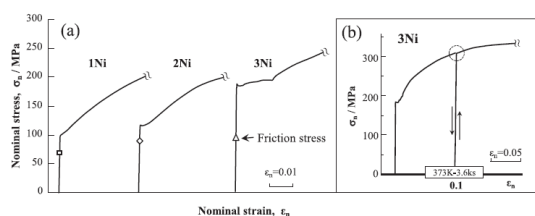


図3. (1~3)%Ni添加IF鋼の応力 - ひずみ曲線

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3件)

1. S. Takaki, D. Akama, N. Nakada, T. Tsuchiyama, Effect of Grain Boundary Segregation of Interstitial Elements on Hall-Petch Coefficient in Steels, *Materials Trans.*, **55**(2014), pp.28-34.

2. D. Akama, N. Nakada, T. Tsuchiyama, S. Takaki, A. Hironaka, Discontinuous yielding induced by the addition of nickel to interstitial-free steel, *Scripta Materialia*, **82**(2014), pp.13-16.

3. J. Takahashi, K. Kawakami, K. Ushioda, S. Takaki, N. Nakada and T. Tsuchiyama, Quantitative analysis of grain boundaries in carbon- and nitrogen-added ferritic steels by atom probe tomography, *Scripta Materialia*, **66**(2012), pp.207-210.

〔学会発表〕(計6件)

1. 藤井浩平、赤間大地、中田伸生、土山聡宏、高木節雄、微量炭素・窒素を含むフェライト鋼のHall-Petch係数に及ぼす低温時効の影響、鉄鋼協会秋季講演大会、2012.09.17.

2. 高橋淳、川上和人、潮田浩作、高木節雄、中田伸生、土山聡宏、炭素及び窒素添加フェライト鋼の3DAP粒界偏析定量観察、鉄鋼協会春季講演大会、2012.03.28.

3. 高木節雄、中田伸生、土山聡宏、高橋淳、潮田浩作、フェライト鋼における炭素と窒素の粒界偏析エネルギーの見積もり、鉄鋼協会春季講演大会、2012.03.28.

4. 赤間大地、中田伸生、土山聡宏、高木節雄、弘中明、Ni含有IF鋼における降伏点現象の発現、鉄鋼協会秋季講演大会、2011.09.22.

5. 弘中明、中田伸生、土山聡宏、高木節雄、フェライト系ステンレス鋼のHall-Petch係数に及ぼすCrの影響、鉄鋼協会秋季講演大会、2011.09.22.

6. Akira Hironaka, Nobuo Nakada, Toshihiro Tsuchiyama, Setsuo Takaki, Influence of Chromium on the Hall-Petch Coefficient in Ferritic Stainless Steel, THERMEC 2011 (INTERNATIONAL CONFERENCE on PROCESSING & MANUFACTURING OF ADVANCED MATERIALS), 2011.08.04.

〔図書〕(計0件)
なし

〔産業財産権〕
出願状況(計0件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
国内外の別：

取得状況(計0件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
取得年月日：
国内外の別：

〔その他〕
ホームページ等
なし

6 . 研究組織

(1)研究代表者

高木 節雄 (TAKAKI SETSUO)
九州大学・工学研究院・教授
研究者番号：90150490

(2)研究分担者

土山 聡宏 (TOSHIHIRO TSUCHIYAMA)
九州大学・工学研究院・准教授
研究者番号：40315106

(3)連携研究者

中田 伸生 (NAKADA NOBUO)
九州大学・工学研究院・助教
研究者番号：50380580