

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 19 日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2011～2013

課題番号：23360312

研究課題名(和文)結晶粒の形態と方位を制御した高強度高靱性鋼の破壊挙動解明

研究課題名(英文)Fracture mechanism in stronger and tougher steel controlled the size of crystal grains and their shape and orientation

研究代表者

井上 忠信 (INOUE, TADANOBU)

独立行政法人物質・材料研究機構・構造材料ユニット・グループリーダー

研究者番号：90354274

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 14,600,000円、(間接経費) 4,380,000円

研究成果の概要(和文)：構造用金属材料は高強度化すると脆化するため、“強靱な材料”が常に求められているが、従来型の合金化主体の材料設計手法では限界が見えていた。本研究では、低合金鋼を対象に、温間域溝ロール圧延加工によって超微細繊維状結晶粒組織を有する鋼を創成し、その破壊挙動を解明することで、強度と靱性を同時に向上できる組織設計指針を明示することを目的にした。結論として、単に結晶粒を微細化するだけでは靱性を向上できないことを指摘し、結晶粒の形態(粒径・粒形)と方位を同時に制御することが必要であることを見出した。そして、強くて壊れにくいフェールセーフ機能を有する強靱な鋼の創成とともに、その破壊メカニズムを明らかにした。

研究成果の概要(英文)：Structural metallic materials are usually used for key components with the highest requirements for reliability and safety. However, strength and toughness in materials are strongly correlated, and toughness decreases with increasing strength. In the present study, a high-strength low alloy steel with ultrafine elongated grain structures was fabricated by caliber rolling at warm working temperature, and the strength-toughness balance of the developed steel was remarkably improved compared with conventionally structural materials. This enhanced toughness is attributed to fracture mechanisms of the crack-arresting type, which arrests the propagation of a main crack associated with the unique hierarchical anisotropic nanostructures induced by the caliber rolling. In conclusion, the strength-toughness balance was improved by refining crystal grains and controlling their shape and orientation. The stronger and tougher fail-safe steel was developed, and its fracture mechanism was made clear.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・構造・機能材料

キーワード：靱性 材料強靱化 組織制御 結晶粒微細化 低合金鋼 フェールセーフ設計

1. 研究開始当初の背景

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。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。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、図 1 が示すように高強度化とともに靱性が低下する（脆くなる）ことから、その適用範囲が限定されているのが現状であり、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た。

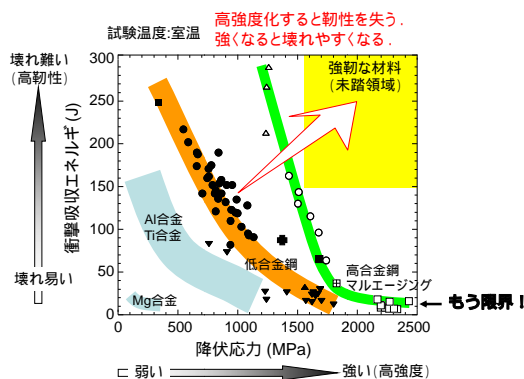


図 1 構造用金属材料の強度 衝撃靱性バランス

2. 研究の目的

本研究では、新しい着想に基づいて開発した 800MPa 級および 1800MPa 級の壊れにくい高強度鋼を創製し、-197 から室温の温度範囲における静的なき裂感受性試験と数値解析を通じ、き裂の発生条件、およびその後の進展という破壊挙動と組織の関係を明確にし、破壊のメカニズム解明とともに、さらなる特性向上に向けた最適な組織設計指針を提示することを目的にした。

3. 研究の方法

(1) 強度 1800MPa 級の中炭素鋼を対象に、0.4% C-2% Si-1% Cr-1% Mo 成分の鋼を焼入れ後、500 で減面率約 80%の温間溝ロール圧延を施し、14.3mm 角 x 1m 長さで 300nm 厚の超微細繊維状結晶粒組織を有する棒鋼を創製した(TF 材)。比較のため、同成分において、通常の焼入れ後、焼戻した鋼も創製した(QT 材)。創製した棒材から 10mm 角 x 55mm 長さの曲げ試験片を抽出し、室温域でクロスヘッドスピード 0.5mm/min、スパン長さ 40mm での三点曲

げ試験を実施した。試験後の破面観察とともに、種々の押込み量で試験を中断させ、その後試験片を切断、研磨し、き裂の発生と進展挙動を光学顕微鏡及び走査電子顕微鏡を用いて観察した。

(2) 特性の異方性と結晶粒の形状の関係を検討するため、開発材(TF 材)を 700 x 1h. 施すことで TFA 材を創成した。TF 材, TFA 材, 既存材(QT 材)から曲げ試験片を抽出し、室温および -196 で三点曲げ試験を実施した。このとき、圧延方向に垂直なき裂を付与した場合だけでなく、棒材長手方向と垂直にダミー材を溶接することで、圧延方向と平行および 45° 方向のき裂を付与した曲げ試験片も作成し、同条件で試験に施した。また、棒材の長手方向とその方向に垂直な方向から小型の引張り試験片を採取し引張り試験を実施し、特性の異方性を検討した。

(3) 温間溝ロール圧延によって 2 種類のフェライト粒厚さに制御した繊維状結晶粒組織を有する 800MPa 級の 0.15% 炭素鋼(AR 材, WR 材)を創成し、それらの破壊挙動解明を行った。また、焼きなまし処理によって様々な結晶粒に組織を制御した鋼(WR500, WR550, WR600, WR650 材)も対象とした。創成した素材から試験片を抽出し、常温での引張り試験とシャルピー衝撃試験を行い、破面・組織観察を行った。そして、強度、延性、靱性における組織の影響について検討した。最後に既存低合金鋼や微細粒鋼の既発表データとともに、本結果を降伏強度 YS - 吸収エネルギー vE の関係図上にプロットすることで、材料強靱化の方向性を探った。

4. 研究成果

(1) QT 材の 0.2% 耐力 $\sigma_{ys}=1.51\text{GPa}$ 、引張り応力 $\sigma_B=1.82\text{GPa}$ 、全伸び TEL=9.2% であり、破壊に要したエネルギー J は 129 kJ/m² と低く、典型的な脆性破面を有した。TF 材の $\sigma_{ys}=1.86\text{GPa}$ 、 $\sigma_B=1.86\text{GPa}$ 、TEL=14.8% であり、破壊エネルギーは J=5184 kJ/m² であった。ただし、TF 材はき裂が長手方向に分岐し試験片厚さ 10mm 押込んで破壊することはなく、結果的に、TF 材の破壊エネルギーは QT 材の約 40 倍まで向上した(図 2, 3)。亀裂の分岐は、結晶粒径の形態(大きさ、形状)と方位に強く依存していることを組織観察結果から明らかにした。

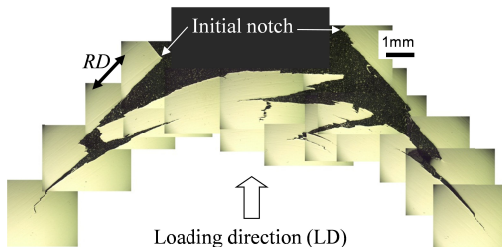


図2 10mm 押し込み後の TF 材の幅中央断面の顕微鏡写真。

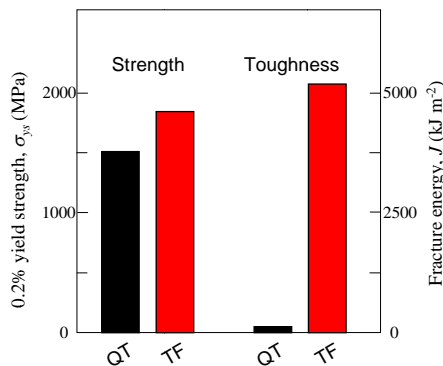


図3 QT 材および TF 材の強度と靱性

(2) 初期ノッチが棒材長手方向と直角にある場合, QT 材の強靱特性 ($\sigma_{ys} \times J$ (破壊エネルギー)) は 195GPa kJ/m²であった。一方, 超微細繊維状結晶粒組織を有する TF 材の強靱特性は 9642 GPa kJ/m²となり飛躍的に向上する。結晶粒が比較的等軸な TFA 材は 2171GPa kJ/m²であった。これらの強靱特性の相違は, -196 °Cでも同じであった。ただし, 初期ノッチの方向が棒材長手方向と平行になると, TF 材の強靱性は著しく低くなることを示し, 材料強靱化には結晶粒の形状も重要なパラメータであることを明らかにした (図4, 表1)。

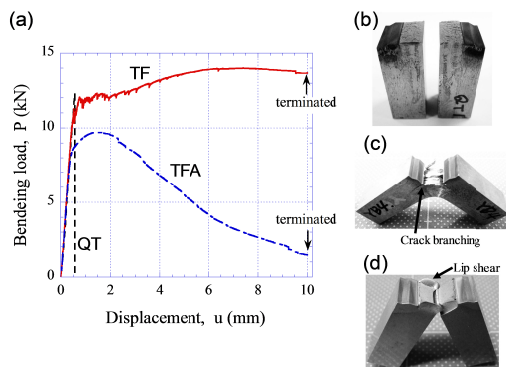


図4 (a) 3点曲げ試験における荷重と押し込み量の関係。曲げ試験後の(b)QT 材, (c)TF 材, (d)TFA 材の試験片写真。

表1 各材料の強度, 延性, 強靱性。

| | 強度(GPa) | | 延性(%) | | | 靱性(kJ/m ²) | 強靱性(GPa × kJ/m ²) | |
|------|-----------------------|---------------------|----------------------|---------------------|----------------|------------------------|-------------------------------|---------------------|
| | 降伏応力 σ_{ys} | 引張り強度 σ_B | 一様伸び ϵ_u | 全伸び ϵ_t | 絞り δ | | $\sigma_y \times J$ | $\sigma_B \times J$ |
| QT材 | 1.51 | 1.82 | 4.6 | 9.2 | 28.3 | 129 | 195 | 235 |
| TF材 | 1.86 | 1.86 | 7.0 | 14.8 | 40.2 | 5184 | 9642 | 9642 |
| TFA材 | 0.99 | 1.06 | 9.8 | 22.0 | 51.3 | 2193 | 2171 | 2325 |

(3) 結晶粒微細化による材料の強靱化を考える場合には, 単に結晶粒を微細化するだけでなく, 主き裂の進展方向を設計思想に含めて, 粒径の形状と方位を制御することが必要となる。素材長手方向に<110>方位を有する超微細繊維状結晶粒組織を有した 0.15%炭素鋼(WR 材)は, 微視き裂の発生か

ら全体破壊までの変形の裕度に優れ, 卓越した絞りを持つ。靱性においては, 微細デンプルで形成される主き裂の進展中に多数の微細き裂分岐によって, 主き裂先端の応力を緩和し力を分散させた応力遮蔽効果によって, 破壊駆動力が低下する。結果的に, 強くて壊れにくい強靱化特性を有することを明らかにした (図5)。また, 微視き裂の発生と伝播機構を明らかにするためにノッチを付与した曲げ試験を 77K で施すことで, き裂の発生場所を特定した。その結果, 結晶粒の短軸長さが 1 μ m 以下では結晶粒界で, それ以上では(100)へき界面で優先的に微視き裂が発生し, その後粒界およびへき界面に沿って伝播することを明らかにした。

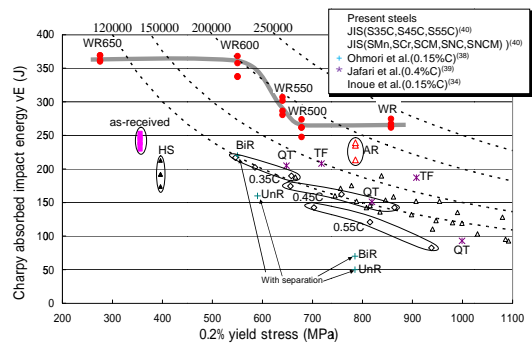


図5 開発材の強度 - 衝撃靱性バランス

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8件)

- 1) T. Inoue, Y. Kimura: Effect of initial notch orientation on fracture toughness in fail-safe steel, Journal of Materials Science, 査読有, 48(2013), 4766-4772. DOI:10.1007/s10853-012-6874-4
- 2) 井上忠信, 木村勇次: 超微細粒組織を活用した低炭素鋼の強靱化, 日本機械学会 A 編, 査読有, 79(2013), 1226-1238. DOI:10.1299/kikaia.79.1226
- 3) C. Wang, H. Qiu, T. Inoue, Delaminating Crack Paths in Ultrafine, Elongated Ferritic Steel, ISIJ International, 査読有, 53(2013), 2272-2274. DOI:10.2355/isijinternational.53.2272
- 4) T. Inoue, Y. Kimura, S. Ochiai: Shape effect of ultrafine-grained structure on static fracture toughness in low-alloy steel, Science and Technology of Advanced Materials, 査読有, 13(2012), 035005(10page) DOI:10.1088/1468-6996/13/3/035005
- 5) 井上忠信: 強くて壊れにくい“強靱鋼”の開発, MATERIAL STAGE, 査読無, 12(2012), 58-61,

http://www.gijutu.co.jp/doc/magazine/m_2012_09.htm.

- 6) T.Inoue, Y.Kimura, S.Ochiai: Static fracture toughness of fail-safe steel, SCRIPTA MATERIALIA, 査読有, 65(2011), 552-555.
DOI:10.1016/j.scriptamat.2011.06.025
- 7) 井上忠信,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, 金属, 査読無, 81(2011), 641-648,
<http://www.agne.co.jp/kinzoku/kin1081.htm#no1099>.
- 8) 井上忠信,木村勇次: 強靱性材料に関する研究 ~ 強くて壊れにくいフェールセーフ鋼を目指して~, MATERIAL STAGE, 査読無, 11(2011), 58-61,
http://www.gijutu.co.jp/doc/magazine/m_2011_12.htm.

〔学会発表〕(計14件)

- 1) 井上忠信: 加工ひずみ制御による微細粒鋼の創出, 日本鉄鋼協会 春季講演大会 『招待講演』, 2014/3/21, 東京工業大学.
- 2) 井上忠信: 塑性加工における超微細粒鋼の創成, 日本鉄鋼協会 高プロ・凝固組織形成フォーラム&創形創質・板工学フォーラム合同講演会 『招待講演』, 2013/12/4, 東京電機大学.
- 3) 井上忠信: 棒圧延による微細粒金属材料の創成と今後の展開, 日本塑性加工学会 第75回伸線技術分科会 『招待講演』, 2013/11/29, 関西大学.
- 4) 井上忠信,木村勇次: フェールセーフ設計された材料の強靱化(第2報 1800MPaクラス級低合金鋼の強度 衝撃特性バランス), 日本機械学会 M&M2013 材料力学カンファレンス, 2013/10/14, 岐阜大学.
- 5) 井上忠信: 超微細低炭素鋼の強靱化, 日本金属学会 2013年秋期(第153回)講演大会 『(基調講演)』, 2013/9/19, 金沢大学.
- 6) 井上忠信: 塑性加工による組織微細化と材料の強靱化, 大阪大学先端機械工学センター 材料加工の最前線 『招待講演』, 2013/7/9, 大阪大学.
- 7) 井上忠信: 溝ロール圧延による微細粒鋼創成とその破壊特性, 日本塑性加工学会 圧延工学分科会 第112回研究会 『招待講演』, 2012/11/29, 物質・材料研究機構.
- 8) 井上忠信,木村勇次,落合庄治郎: 超微細フェライト セメント組織鋼のシャルピー衝撃特性, 日本塑性加工学会 第63回塑性加工連合講演会, 2012/11/6, 北九州国際会議場.
- 9) 井上忠信,木村勇次,落合庄治郎: 層状破壊を活用した低合金鋼の強靱化, 日本材料学会 第56回日本学術会議材料工学連合講演会, 2012/10/30, 京都テルサ.

- 10) 井上忠信,木村勇次,落合庄治郎: フェールセーフ設計された材料の強靱化(第1報 800MPaクラス級低炭素鋼の衝撃特性), 日本機械学会 M&M2012 材料力学カンファレンス, 2012/9/23, 愛媛大学.
- 11) 井上忠信: 層状破壊を活用した超微細粒鋼の強靱化, (独)日本学術振興会第129委員会第55回材料強度と破壊総合シンポジウム 『招待講演』, 2012/3/27, 東京大学山上会館大会議室.
- 12) 井上忠信: 微細組織創製における塑性加工の役割, 日本塑性加工学会 第44回塑性加工技術フォーラム 『招待講演』, 2011/11/21, 日本大学駿河台キャンパス.
- 13) 井上忠信: 組織微細化技術とその方向性, 日本塑性加工学会 第123回塑性加工学講座 『招待講演』, 2011/10/17, 東京電機大学.
- 14) T.Inoue: Groove Design for Efficiently Creating Ultrafine-grained Steel Bar by Finite Element Simulation, International Conference on Technology of Plasticity (ICTP) 2011, 2011/9/28, Eurogress, Aachen, Germany.

〔その他〕

ホームページ情報

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

6. 研究組織

(1) 研究代表者

井上 忠信 (INOUE TADANOBU)

独立行政法人物質・材料研究機構・構造材料ユニット・グループリーダー

研究者番号: 90354274

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

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

邱 海 (Qiu Hai)

独立行政法人物質・材料研究機構・構造材料ユニット・主任研究員

研究者番号: 50391214

中里 浩二 (NAKAZATO KOJI)

独立行政法人物質・材料研究機構・材料創製・加工ステーション・主幹エンジニア

研究者番号: 10469778