

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 29 年 6 月 26 日現在

機関番号：17102

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26289262

研究課題名(和文) 軟質粒子分散強化材の塑性加工に伴う粒子変形・分解挙動の評価と応用

研究課題名(英文) Characterization and application of deformation and dissolution behavior of soft particles during plastic deformation in soft particle dispersion strengthening steel

研究代表者

土山 聡宏 (Tsuchiyama, Toshihiro)

九州大学・工学(系)研究科(研究院)・准教授

研究者番号：40315106

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 11,000,000円

研究成果の概要(和文)：鉄鋼材料の高強度化に利用される分散粒子のうち、本研究では鉄基地に対して軟質であるCu粒子の変形と破壊における役割について調査を行った。炭化物や窒化物などの一般的な硬質分散粒子は、それを基点として破壊を誘発するため、高強度化には有効であるが、延性は著しく損なう傾向にある。しかし、軟質Cu粒子は、鋼の延性をあまり損なうことなく強度を上昇させることを可能にすることを明らかにした。その理由として、材料の冷間加工に伴い粒子自身が塑性変形、高ひずみでは分解を生じて、粒子界面近傍での応力・ひずみ集中を軽減する機構を明らかにした。得られた知見は、鋼のさらなる高強度化に重要な指針を与えることを示唆している。

研究成果の概要(英文)：Among the dispersion particles used for strengthening steel, Cu particles, which are softer than iron matrix, were investigated in terms of their role in deformation and fracture of ferritic steel. In general, hard dispersion particles such as carbide and nitride induce ductile fracture originated at these particles, and thus, hard particles tend to reduce the ductility of steel although they are effective for strengthening. However, it was revealed that the soft Cu particles increase strength without reducing ductility too much. The superior mechanical property was explained by the mechanism that the soft particles undergo plastic deformation or dissolution in high strain regime during cold working, which leads to relaxation of stress/strain concentration at the particle interfaces. The results obtained indicates an important guideline for further strengthening of steels.

研究分野：構造材料工学

キーワード：粒子分散強化 延性破壊 加工硬化 塑性加工 ポイド生成 局部伸び

### 1. 研究開始当初の背景

自動車用材料をはじめとする加工用薄鋼板においては、構造物の安全性の向上、ならびに軽量化を実現するため、その強度を現状以上に高めることが社会的に強く望まれている。加工用薄鋼板を高強度化するには、材料工学的手法である4つの手法、すなわち、固溶強化、転位強化、結晶粒微細化強化、粒子分散強化(析出強化)が利用可能であり、なかでも粒子分散強化は、少量の合金元素添加と熱処理のみで大幅な強度上昇を達成することができるため、工業的にもしばしば利用される手法である。しかしながら、一般的に粒子分散強化で鋼材の高強度化を図ると、逆に延性が大きく低下し、加工用薄鋼板に最も重要な特性であるプレス加工性が損なわれることになる。したがって、材料開発の立場における最重要の課題は、延性の低下を抑制しつつ、いかに鋼板の強度を高めていくかということになる。近年の研究により、粒子のサイズをナノサイズまで微小にすることでそれが達成できるとの報告がなされているが、報告者はそれとは全く異なる新しい方針である「粒子自身の性質」の改善に着目した。その考えを発展させ、今後の材料開発指針に生かすことを目標に本研究に着手した次第である。

### 2. 研究の目的

母相金属よりも低剛性・低降伏強度の析出粒子で高強度化した軟質粒子分散強化材は、一般的な硬質粒子による分散強化材よりも局部伸びや絞りに対して優れた特性を発現することが知られている。その理由として、材料の塑性変形に伴って生じる析出粒子の変形や分解による局所的な応力集中の緩和が関与していることが示唆されている。しかし、そのような微細粒子の変形・分解挙動の評価手法は未だ確立されておらず、その挙動とマクロな力学特性との相関関係も定性的な理解に留まっている。本研究では、塑性加工に伴うナノサイズ軟質粒子の変形・分解挙動の定量評価法を確立し、それとマクロ特性の関係を明確化することを目的とする。そして最終的には加工用薄板の強度-加工性バランスの向上を目指した組織設計指針を示すことを目標とする。

### 3. 研究の方法

Fe-Cu合金の塑性加工に伴うナノサイズCu粒子の塑性変形量と分解量を実測するために、最新の解析技術を駆使して原子レベルからマクロにわたるマルチスケールのアプローチを試みた。具体的な解析手法としては、低加速電圧FE-SEM、STEMおよびSTEM-EDS、3Dアトムプローブ、電気抵抗測定、格子定数測定、中性子回折などを用いた。それらの手法を種々の分散粒子を含む析出強化鋼に適用し、各種分散粒子の性質の評価を行った。さらに並行して実施する引張試

験や圧延・伸線加工によって得られる材料の加工硬化、局部伸び、絞りなどのマクロな材料特性と関連づけた。

### 4. 研究成果

(1) 軟質粒子分散鋼(Fe-Cu合金)および硬質粒子分散鋼(Fe-V-C合金)における応力-ひずみ曲線と延性破壊挙動

Fe-2%Cu合金およびFe-0.9%V-0.19%C合金にそれぞれ異なる熱処理を施し、同一サイズで同一体積率の軟質Cuおよび硬質VC粒子を分散させた。図1に両試料のTEM組織を示す。粒子径はいずれも40nm弱、体積率は1.4vol.%である。これらの試料の引張試験により得られた応力-ひずみ曲線を図2に示す。

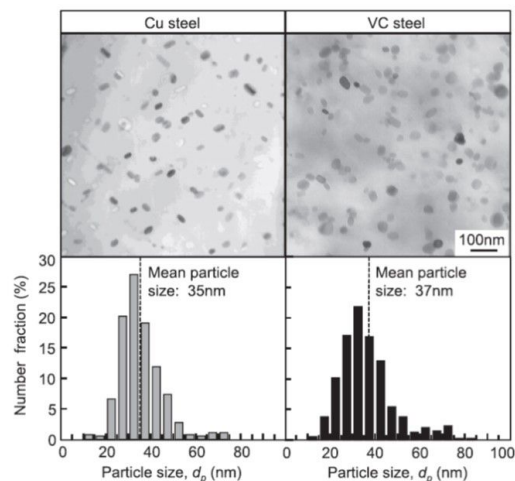


図1 軟質Cu粒子分散鋼および硬質VC粒子分散鋼のTEM組織と粒子サイズ分布

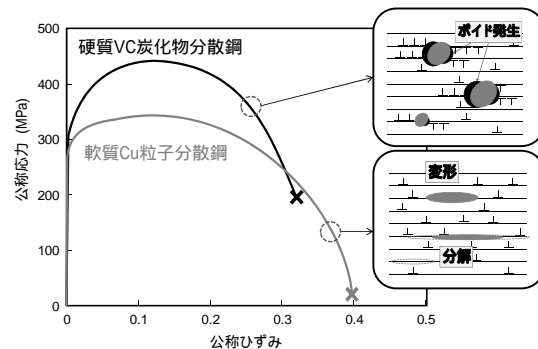


図2 軟質Cu粒子分散鋼および硬質VC粒子分散鋼の応力-ひずみ曲線

硬質粒子分散鋼の応力-ひずみ曲線は顕著な加工硬化に特徴付けられ、軟質粒子分散鋼では非常に大きな絞りが発現することがわかった。FE-SEMで破面近傍に存在する粒子の形状を観察したところ、図中の模式図に示すように、硬質粒子は引張試験後も粒子の形状が変化せず球状のままであったが、Cu粒子は引張変形方向に大きく伸張していた。また、硬質粒子を起点としたナノボイドの発生が確認されたが、軟質粒子ではそれが見られなかった。つまり、従来から予想されていた、

粒子界面での応力/ひずみ集中が粒子自身の塑性変形により緩和されることが実証されたことになる。

(2) 冷間圧延に伴う軟質 Cu 粒子の塑性変形および分解挙動<sup>[1]</sup>

図1に示したCu分散鋼を最大80%までの冷間圧延を施し、塑性変形を生じたCu粒子の観察を行った。図3は、80%冷間圧延材に分散する一つのCu粒子のについて高分解TEMを用いて観察した結果を示す。

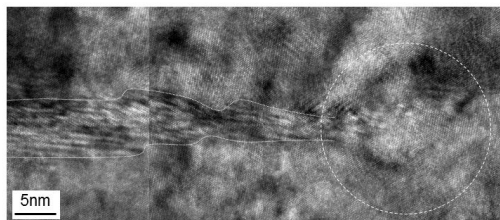


図3 80%冷間圧延材で観察されたCu粒子<sup>[1]</sup>

伸長されたCu粒子は界面が著しく湾曲しており、内部には転位などの格子欠陥を多く含んでいた。また粒子の先端では、鉄基地との界面が不明瞭になっており、析出していたCuが基地に溶け込んでいく様子が観察される。その粒子先端部でEDS線分析を行ったところ、粒子から鉄基地に向けて、Cu粒子が不規則に減少していく結果が得られた。Cuが鉄基地に分解していることを証明するため、冷間圧延に伴う格子定数の変化を測定した。Cu原子はFe原子よりもサイズが大きい。鉄基地に溶け込んでその平均濃度が増大すると、格子定数も増大すると予想される。図4はCu粒子分散鋼と純鉄における圧延加工に伴うフェライトの格子定数の変化を示す。

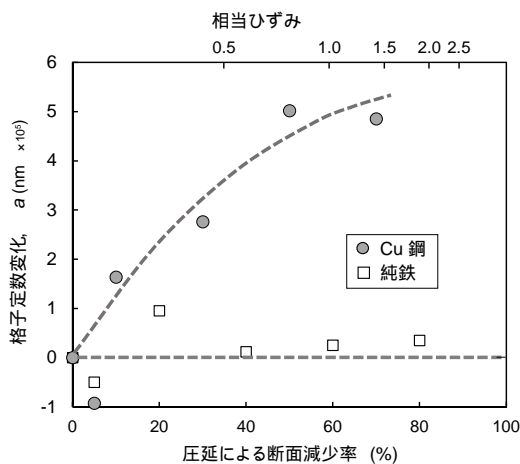


図4 Fe-2%Cu合金と純鉄の格子定数と圧延加工率の関係<sup>[1]</sup>

Cu粒子が存在しない純鉄の格子定数は圧延加工を施しても変化はないが、Cu粒子分散

鋼の格子定数は明らかに上昇傾向を示している。つまり、Cu粒子が圧延加工により分解し、フェライト中のCu固溶量が増大していることを示している。さらに、冷間圧延後のCu粒子分散鋼を熱分析(DSC)に供したところ、昇温過程でCu析出を示す明瞭な発熱ピークが観測された。この結果も圧延によってCu粒子が一部分解したことを証明している。

(3) 冷間加工に伴うCu粒子分解量の定量評価<sup>[2]</sup>

記述のCu粒子分解挙動を明確にするために、さらに強ひずみでの加工が可能な冷間伸線加工を用いて、硬さ、転位密度、電気抵抗に及ぼす冷間加工の影響を調査した結果を図5に示す。このときの初期Cu粒子径は約10nmであり、時効処理でピーク硬さが得られる試料である。なお比較材としてCuが完全に固溶している溶体化材を用いている。

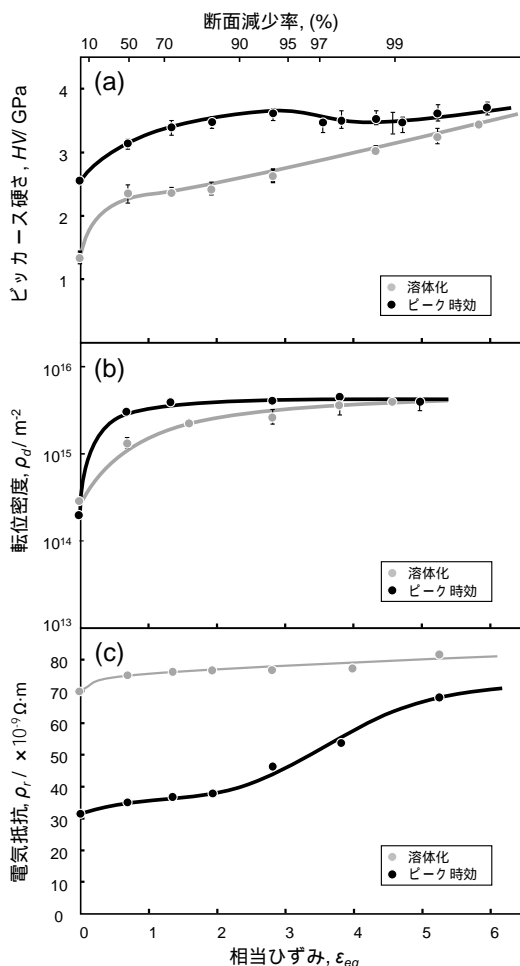


図5 冷間伸線加工に伴うFe-2%Cu合金の(a)硬さ、(b)転位密度、(c)電気抵抗の変化<sup>[2]</sup>

まず(a)の硬さ変化から、Cu粒子分散鋼は常に溶体化材より高い硬さを示しているが、その変化は不規則であり、相当ひずみの値が3を越える辺りでは加工軟化が生じていることが確認される。その間、転位密度(b)はほとんど変化していないことから、この軟化は

Cu による粒子分散強化の寄与が低減された結果であると推察される。電気抵抗変化(c)に着目すると、そのひずみ領域で著しい電気抵抗上昇が生じている。すなわち、ひずみが3を越えるとCuの分解(固溶Cu量の増大)が急速に進行し、その結果、硬さへの粒子分散強化の寄与が低下したことによって固溶軟化が発現したと結論された。このようなCuの分解挙動は3Dアトムプローブでも確認されている。図6は、伸線加工によりそれぞれ1.2および5.1の相当ひずみを与えたFe-2%Cu合金における観察結果を示す。

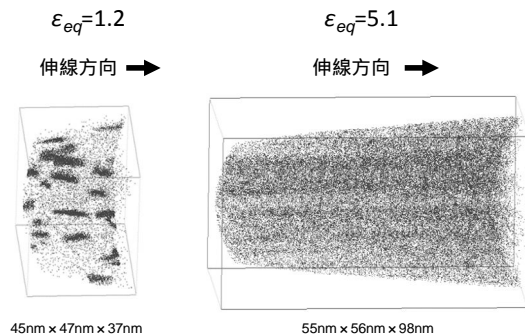


図6 伸線加工した Fe-2%Cu 合金の 3DAP 観察結果<sup>[2]</sup>

相当ひずみが1.2では、Cu粒子が伸長はしているものの完全に粒子の形状が維持されているが、相当ひずみ5.1になると、もはや粒子形状は残されておらず、ほぼ均一にCu原子が分散していることがわかる。

以上のように、粒子サイズの依存性はあるものの、鉄中に分散した軟質Cu粒子は、冷間加工によって変形および分解を生じ、粒子界面で生じていた応力/ひずみ集中を緩和する働きを有することが明らかとなった。この現象が高ひずみ域でのポイド成長を抑制し、局部伸び・絞りの増大、ひいてはプレス加工性の増大に繋がると考えられる。今後の薄鋼板の開発において、「延性を損なわない高強度化手法」としての軟質粒子の有効利用が開発されていくことが望まれる。

#### <引用文献>

- [1] T. Tsuchiyama, S. Yamamoto, S. Hata, M. Murayama, D. Akama, S. Takaki, Acta Mater., 113, 2016, 48-55  
 [2] M. Asano, T. Tsuchiyama, S. Takaki, J. Takahashi, K. Ushioda, Scripta Mater., accepted.

#### 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6件)

M. Asano, T. Tsuchiyama, S. Takaki, J. Takahashi, K. Ushioda, Quantitative

evaluation of Cu particle dissolution in cold-worked ferritic steel, Scripta Mater., 査読有, 2017, accepted.

T. Tsuchiyama, S. Yamamoto, S. Hata, M. Murayama, D. Akama, S. Takaki, Plastic deformation and dissolution of  $\epsilon$ -Cu particles by cold rolling in an over-aged particle dispersion strengthening Fe-2mass%Cu alloy, Acta Mater., 査読有, vol.113, 2016, 48-55  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.03.018>

荒木 理, 下地いずみ, 赤間大地, 土山 聡宏, 高木節雄, 低加速電圧走査電子顕微鏡(LV-SEM)を用いた分散粒子起点ナノポイド発生挙動の観察、熱処理、査読有、55巻、2015、255-256

波多 聡, 佐藤和久, 村山光宏, 土山 聡宏, 中島英治, 鉄鋼材料における定量的三次元組織解析手法: 電子線トモグラフィーの強磁性材料への適用に向けて、鉄と鋼、査読有、vol. 100、2014、889-896  
<http://dx.doi.org/10.2355/tetsutohagane.100.889>

[学会発表](計10件)

T. Tsuchiyama, Deformation and ductile fracture behaviors of a ferritic steel strengthened by Cu dispersion particles, 2016.8.4, PRICM9, ICC Kyoto (京都)

T. Tsuchiyama, Dissolution of Cu dispersion particles during severe plastic deformation and its effect on mechanical property of aged Fe-Cu binary alloy, 2016.8.4, PRICM9, ICC Kyoto (京都)

土山 聡宏, Fe-Cu合金の強ひずみ域における析出Cu粒子の分解、日本鉄鋼協会 第171回春季講演大会、2016.3.24、東京理科大学(東京)

土山 聡宏, Fe-Cu合金における析出Cu粒子の冷間圧延に伴う再固溶現象の定量評価、平成27年度九州支部合同学術講演会、2015.6.6、九州国際会議場(福岡)

土山 聡宏, 高強度鋼板の塑性変形に伴う軟質分散粒子のヘテロ→ホモ構造変化の有用性評価 ~ 軟質Cu粒子分散鋼の加工硬化と延性破壊 ~、2014.9.25、名古屋大学(愛知)

#### 6. 研究組織

(1)研究代表者

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

(2)研究分担者

中田 伸生 (NAKADA, Nobuo)  
九州大学・大学院工学研究院・助教  
(現：東京工業大学・准教授)  
研究者番号：50380580

赤間 大地 (AKAMA, Daichi)  
九州大学・大学院工学研究院・特任助教  
研究者番号：80612118

(3)連携研究者

波多 聡 (HATA, Satoshi)  
九州大学・大学院総合理工学研究院・教授  
研究者番号：60264107

諸岡 聡 (MOROOKA, Satoshi)  
首都大学東京・システムデザイン研究会・  
助教 (現：日本原子力研究開発機構)  
研究者番号：10534422

宗藤 伸治 (MUNETO, Shinji)  
九州大学・大学院工学研究院・准教授  
研究者番号：20380587

(4)研究協力者

村山 光宏 (MURAYAMA, Mitsuhiro)  
バージニア工科大学