

平成 30 年 6 月 5 日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(A) (一般)

研究期間：2014～2017

課題番号：26249107

研究課題名(和文) 微細組織を制御した強くて壊れにくい強靱な鋼の開発と破壊制御技術の構築

研究課題名(英文) Creation of Stronger, Tougher Steel by Microstructure Control and Development of Fracture Control Technology

研究代表者

井上 忠信 (Inoue, Tadanobu)

国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究拠点 設計・創造分野 塑性加工プロセスグループ・分野長

研究者番号：90354274

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 31,800,000円

研究成果の概要(和文)：構造用金属材料は高強度化することで脆化するため、“強靱な材料”を実現するためのアイデアと共にその実証が常に求められている。本研究では、まず温間域での塑性加工プロセスによって、800MPa級および1800MPa級の壊れにくい高強度鋼を創製した。その後、-196 から200 の温度範囲における準静的な3点曲げ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検討した。そして、破壊のメカニズム解明とともに、強靱化を実現できる組織設計指針を提示した。強靱な材料は、塑性加工プロセスによって、結晶粒の形態と方位を制御することが重要であることを明らかにした。

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, toughness decreases with increasing strength. In the present study, first, 800 MPa and 1800 MPa class steels with an ultrafine elongated grain structure were fabricated by plastic deformation process. After that, a three-point bending test was conducted in a temperature range from 200 to -196 , and stress near the initial notch were quantitatively analyzed through numerical simulation. The relationship between microstructure (grain shape, grain size, texture, existence of second particle) and fracture mechanism (micro-crack initiation and propagation) was studied in details. As a result, the strength-toughness balance of the developed steel was remarkably improved compared with conventionally structural materials. For stronger and tougher steel, it is important to not only refine crystal grains, but also control their shape and orientation.

研究分野：工学

キーワード：構造・機能材料 機械材料・材料力学 材料強靱化 破壊制御 微細組織制御 き裂伝播挙動 低合金鋼 結晶粒微細化

1. 研究開始当初の背景

強いセラミックスが構造材料として適さないのは、使用環境において一瞬に壊れる(脆性破壊)からである。構造材料にとって、ゆっくり壊れる(延性破壊)ことは破壊に伴う被害を少なくするためにも必要不可欠な機能である。しかし、既存鋼であっても高強度化すると破壊は脆性的となるため、その適用範囲が限定されてきた。軍需や航空宇宙産業において、靱性を高める合金元素(例えば、コバルト、ニッケルなど)を惜しみなく添加しても、この問題は克服できていない。すなわち、産業への適用能力(コスト、製造)という問題ではなく、従来型の合金化主体の材料設計手法(合金添加、不純物除去、均一組織設計)に明確な限界が見えていた。

一方、現在最強の工業材料と言われている直径 0.2 mm 程のピアノ線のスチールコードは強度が 4 GPa を超えながらも優れた絞りを持つ(田代, 2005)。また、地球環境の変化に順応した生物において、アワビの貝殻やシャコのハンマーなどは硬いと同時に壊れにくい特性を持つ(P.-Y.Chen ら, 2008)。これらに共通しているのは、複雑な微細積層構造を有した不均一組織であり、構造材料における強靱化の方向性の一つとして考えられる。申請者らは、これらの考えを鉄鋼材料のミクロ組織に適用させることで、高強度でありながら高絞りを有し、かつ従来金属材料の強度-衝撃靱性バランスを飛躍的に高めることに成功した(図 1)。

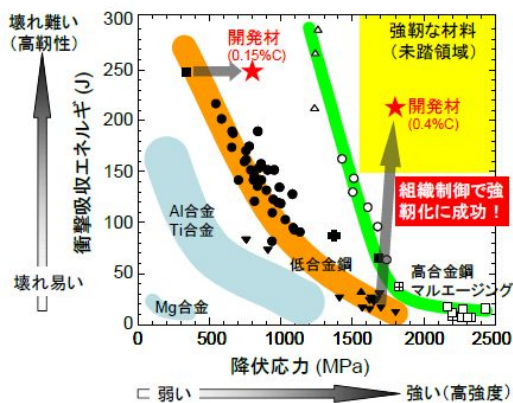


図 1 構造用金属材料の強度-衝撃靱性設計バランス

しかし、安全で信頼性の高い高強度鋼においては、特性の結果的な向上だけでなく、なぜ? どうして? を解明するき裂の発生から進展に至る破壊挙動を基礎的に検討し、その挙動と靱性向上との普遍的関係を構築することが必要である。これらの検討は、本組織設計指針の有効性や具体的な部材への適用限界、さらには材料を創成する上での加工プロセス条件を知る上で欠かすことのできない最重要課題であると同時に、いつ微視き裂が発生し、主き裂に成長し、どう分岐・進展し、いつ全体破断するのかを明確化する“破

壊制御”という新しい学術領域を切り拓くことに繋がる。

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 800 MPa 級および 1800 MPa 級の壊れにくい高強度鋼を創製し(材料創製)、-196 から 200 の温度範囲における準静的な 3 点曲げ試験(特性試験)と数値解析(有限要素シミュレーション)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(組織解析)の関係を明確にし、破壊のメカニズム解明とともに、強靱化を実現できる組織設計指針を提示し、破壊制御技術の構築(まとめ)を目的にした。

3. 研究の方法

(1) 0.4% C-2% Si-1% Cr-1% Mo 成分の中炭素低合金鋼を対象に、温間域での溝ロール圧延プロセスによって、14 mm 角×1000 mm 長さで超微細繊維状結晶粒組織を有する 1800 MPa 級の棒鋼(TF 材)を創成し、さらに TF 材に熱処理を施すことで比較的等軸な微細結晶粒組織を有する 1000 MPa 級の棒鋼(TFA 材)も作成した。また、比較のため、同成分において、通常の焼入れ後、焼戻した鋼(QT 材)および SM490 相当成分の 480 MPa 級のフェライト/パーライト組織を有する鋼(SM490 材)も創成した。その後、各棒材を対象に、-196 から 200 までの温度領域で引張り試験と 3 点曲げ試験(ノッチ先端の局率半径 0.13 mm, 10 mm 角×55 mm 長さ試験片)を実施した。また、これと並行して、各素材の組織観察とともに、強度・靱性の異方特性および数値解析に用いるための材料基礎データ取得の準備や圧延によって微細繊維状結晶粒組織を有する強度 800 MPa 級の低炭素鋼の創成を実施した。

(2) TF 材の異方性試験を -196 ~ 200 の温度範囲で実施した。強度を評価する引張り試験では、棒材の長手方向とその方向に垂直の方向から微小引張り試験片を採取した。また、靱性を評価する 3 点曲げ試験では、供試材が 14 mm 角の棒鋼のため、荷重方向(初期ノッチ方向)と圧延方向が平行な試験片を採取できない。そこで、ノッチ底近傍の組織を変化させない適切な条件を電子ビーム溶接で探索し、TF 材両端を SS400 相当鋼と溶接後、3 点曲げ試験片形状に加工した(TF90 材)。図 2 は、TF90 材の試験片抽出の概念図と溶接後の断面および硬さ分布を示す。また、ノッチ底における応力・ひずみ場は有限要素法 FEM による数値解析を用いて定量的に評価するために、3 点曲げ試験結果から得られる微視き裂発生の条件を FEM でモデル化した(図 3)。なお、FEM では微小引張り試験片で得られた異方性を考慮した応力-ひずみ線図を用いた。

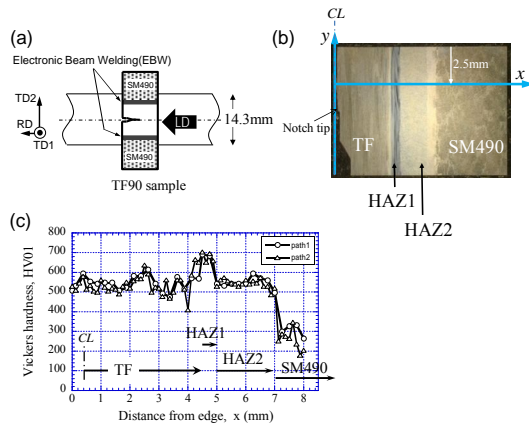


図2 TF90材の(a,b)3点曲げ試験片と(c)ノッチから溶接部の硬さ分布

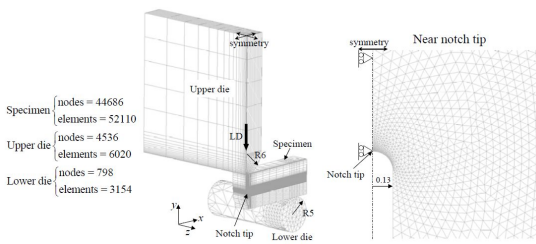
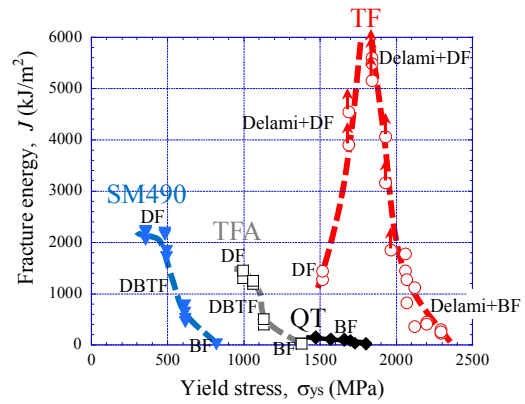


図3 3点曲げ試験のFEMモデル

(3) 微細繊維状結晶粒組織を有する 800 MPa 級の 0.15%C-0.3%Si-1.5%Mn 成分の棒鋼(AR材, WR材)を対象に, 層状破壊を引き起こす微視き裂発生クライテリアである脆性破壊応力と結晶粒径の関係について検討を行った. AR材とWR材の短軸粒径はそれぞれ 1.3 μm と 1.0 μm であった. その他として, 通常熱処理組を施し, 同成分でフェライト粒径 18 μm (CG材), および加工熱処理により創成したフェライト粒径 10 μm (FG材)のフェライト/パーライト組織を有する材料も準備した. 実験では, AR材, WR材の 14 mm 幅の両端を SS400 相当鋼と溶接後, 繊維(圧延)方向と初期ノッチ(ノッチ底の局率半径 0.13, 0.25 mm の 2 種類)の方向が平行となる 3 点曲げ試験片を作成し, 温度 -196 °C で試験(10 mm 角×55 mm 長さの試験片)を実施した.

4. 研究成果

(1) 強度 - 靱性バランスを調べた結果, TF材は -50 ~ 100 °C の温度域で顕著に層状破壊を引き起こすことで, 靱性(破壊に要するエネルギー)を飛躍的に高め, 他の全ての鋼と比較して優れた強度 - 靱性バランスを有することがわかった(図4). また, 微視き裂発生から進展にいたる挙動について, 詳細な組織観察結果を通して, TF材の壊れにくさの発現機構を検討し明らかにした.



QT sample : Martensitic structure
 TF sample : UFG structure
 TFA sample : UFG structure
 SM490 sample : Ferrite/pearlite structure

DF : Ductile Fracture
 BF : Brittle Fracture
 DBTF : Ductile-to-Brittle Transition Fracture
 Delami : Delamination Fracture

図4 強度 破壊エネルギーの関係

(2) TF90材は -196 ~ 100 °C の温度範囲で脆性的に, 200 °C で延性的に破壊した. 脆性破壊した各温度におけるノッチ底の応力分布を FEM で解析し, 各温度の脆性破壊応力 σ_F を定量化した. その結果, TF材の RD と垂直な方向の σ_F (長軸粒径に相当) は, -100 °C 以上で 3.2 GPa, -196 ~ -170 °C で 2.6 GPa であった. これらの値が層状破壊を引き起こす微視き裂発生クライテリアと考えられる. なお, 同じ強度レベルの通常の焼入れ焼戻し材 (QT 材) は -100 °C 以上で $\sigma_F=4.2$, -196 ~ -170 °C で 3.6 GPa だった. き裂進展経路の詳細な組織観察から, 破壊の有効結晶粒径は, 微細フェライト結晶粒と言うよりはむしろマルテンサイト変態で形成されるポケット径である可能性が示唆された. 圧延加工で伸張したポケット径が有効結晶粒径と仮定した場合, TF材の RD 方向の σ_F (短軸粒径に相当) は, -100 °C 以上で 6.2 GPa, -196 ~ -170 °C で 5.0 GPa と試算された. すなわち, これらの値は, QT材の σ_F に比べ 1.4 倍, TF90材のそれに比べ 1.9 倍以上高かった(表1).

表1 TF材およびQT材の脆性破壊応力と降伏応力の異方性

Sample name	Tensile direction	Fracture stress σ_F (GPa)		0.2% yield strength σ_{ys} (GPa)		
		-196°C ~ -170°C	over -100°C	-196°C	-100°C	23°C
TF sample	//RD	5.0	6.2	2.33	2.04	1.86
	∠45°RD	4.2	5.2	2.20*	1.93*	1.76*
	⊥RD	2.6	3.2	2.00*	1.75*	1.59*
QT sample	-	3.6	4.2	1.80	1.71	1.51

*Tensile test at small plate

(3) AR材, WR材, CG材, FG材の4つのサンプルは, 温度 -196 °C で全て脆性的に破壊した. ノッチ底の応力は FEM で定量化し, 実

験で脆性破壊した押し込み量におけるノッチ底の応力を脆性破壊応力 σ_F とした。結果として、脆性破壊応力 σ_F は係数×有効結晶粒径の-0.5乗に比例して増加し、結晶粒径が18mmの場合の σ_F は1.6GPa、1.0 μm の場合は6.8GPaと試算された(図5)。もし、比例関係が維持されると仮定すれば、粒径0.1 μm で σ_F は22GPaを示し、鋼の理想強度E/10に相当することが示された。ここで、Eは縦弾性係数を示す。また、このときの係数は、ホールペッチの関係にある降伏応力と結晶粒径の-0.5乗の係数の10倍以上大きくなることがわかった。これは、結晶粒微細化は、降伏応力向上に比べ、脆性破壊応力を飛躍的に向上させることを意味する。結果として、結晶粒微細化は脆性延性遷移温度DBTTを改善(低温化)させる。ただし、靱性に相当する吸収エネルギー自体は低下することに注意が必要である。よって、材料の強靱化を考える場合、微視き裂が発生しても材料自体を破断させない方向へ主き裂を誘導し、かつ多数の微視き裂発生による応力遮蔽効果を活用するための壊れない微視組織設計が求められる。材料の破壊を制御するためには、単なる結晶粒微細化ではなく、加工プロセスにより、組織の形態(粒径と粒形)と結晶方位を設計することが重要である。

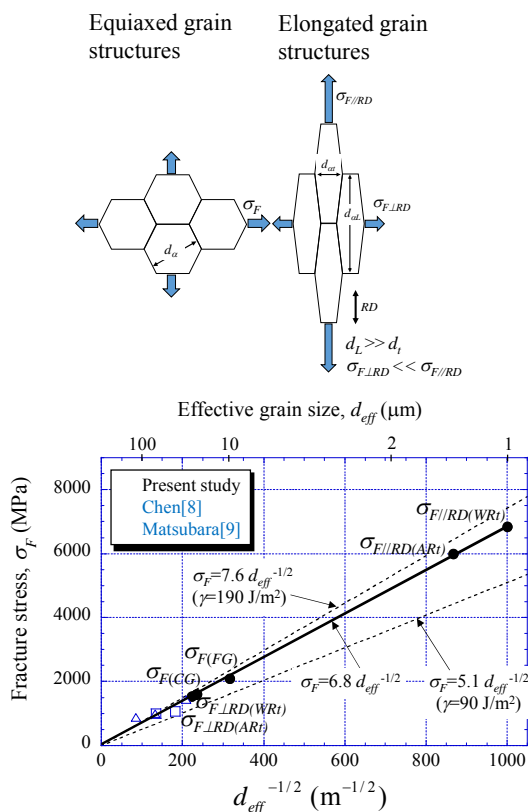


図5 強度 破壊エネルギーの関係

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: Brittle fracture stress of ultrafine-grained low-carbon steel, MATERIALS TRANSACTIONS, 査読有, 58(2017),1505-1508. DOI: 10.2320/matertrans.M2017135
- 2) R.Ueji, H.Qiu, T.Inoue: Strength and Ductility at High-speed Tensile Deformation of Low-carbon Steel with Ultrafine Grains, MATERIALS TRANSACTIONS, 査読有, 58(2017), 1487-1492. DOI: 10.2320/matertrans.M2017191
- 3) 土田紀之, 上野秀平, 井上忠信: 超微細粒鋼の塑性加工限界までの真応力 - ひずみ関係におよぼす試験片サイズの影響, TRANSACTIONS OF THE JAPAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS, 査読有, 83(2017), 16-00315(pp1-10). DOI:10.1299/transjsme.16-00315
- 4) Y.Kimura, T.Inoue: Combined Effect of Ausforming and Warm Tempforming on the Strength and Toughness of An Ultra-High Strength Steel, ISIJ INTERNATIONAL, 査読有, 56(2016),2047-2056. DOI:10.2355/isiinternationl.ISIJIN T-2016-275
- 5) 井上忠信,木村勇次: 1800MPa 級フェールセーフ鋼の微視き裂発生クライテリオン(微視組織制御からの破壊制御の構築), TRANSACTIONS OF THE JAPAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS, 査読有, 82(2016), 16-002468(pp1-14). DOI:10.1299/transjsme.16-00246
- 6) 井上忠信,木村勇次,邱海,王成鐸: 超微細粒組織を活用した 1800MPa 級超高強度鋼のき裂伝播挙動(微視組織制御からの破壊制御の構築), TRANSACTIONS OF THE JAPAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS, 査読有, 81(2015),1-13. DOI:10.1299/transjsme.15-00281
- 7) T.Inoue, Y.Kimura, H.Qiu: Strength-toughness balance of low-alloy steel by fail-safe design, MECHANICAL ENGINEERING LETTERS, 査読有, 1, 15-00358(pp.1-7), (2015). DOI:10.1299/mel.15-00358
- 8) 井上忠信: 塑性加工による超微細粒金属材料の先進的研究, 塑性と加工, 査読無, 55(2014), 1063-1067. DOI:10.9773/sosei.55.1063

(学会発表)(計7件)

- 1) 井上忠信,木村勇次: 温間加工による超微細粒鋼の強靱化, CAMP-ISIJ 第174回秋季講演大会,2017.
- 2) 井上忠信,木村勇次: 低炭素鋼の組織制御を利用した強度 - 衝撃靱性バランス向上,

材料学会第 66 期学術講演会, 2017.

- 3) 井上忠信: 超微細粒鋼の創出と強靱延性 ~ 超鉄鋼時代からの回想を含めて~, 金属塑性の理解とモデリング ~ 大橋鉄也先生記念シンポジウム~, 黒田充紀 (山形大学) 教授 & 日本機械学会 A-TS01-15 研究会『招待講演』, 2017.
- 4) 井上忠信: 塑性加工による結晶粒微細化技術と強靱鋼の創出, MF-Tokyo 2017, 日本鍛圧機械工業会&日刊工業新聞社『招待講演』, 2017.
- 5) 井上忠信: 塑性加工による結晶粒微細化技術と強靱鋼の創出, MF-Tokyo2015, 日本鍛圧機械工業会&日刊工業新聞社『招待講演』, 2015.
- 6) 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 3 報 1800MPa クラス級低合金鋼の強度, 靱性の異方性), 日本機械学会 M&M2014 材料力学カンファレンス, 2014.
- 7) 井上忠信: 塑性加工による超微細粒金属材料の先進的研究, 日本塑性加工学会平成 26 年度塑性加工春季講演会『招待講演』, 2014.

〔図書〕(計 4 件)

- 1) T. Inoue: IntechOpen, FRACTURE MECHANICS - Properties, Patterns and Behaviours - (Chapter 5 Toughening of low-alloy steel by ultrafine-grained structure (Development of fracture control from microstructure design), (2016), 330 pages(pp.103-120).
- 2) 木村勇次, 井上忠信: 株式会社 エヌ・ティー・エス, しなやかで強い鉄鋼材料の開発最前線(第 4 編第 4 節 超微細繊維状結晶粒組織を有するフェールセーフ鋼の開発), (2016), 399 頁(pp.335-343).
- 3) 井上忠信: 独立行政法人日本学術振興会, 将来加工技術 第 136 委員会 創設 50 周年記念誌 (高強度材料の創製(鉄鋼材料)における 50 年間の技術動向と今後の展望), (2016), 250 頁(pp.183-187).
- 4) 井上忠信, 木村勇次: 技術情報協会, 自動車軽量化のための材料開発と. 強度, 剛性, 強靱性の向上技術(第 6 章第 7 節 強くて壊れにくい鉄鋼材料の設計), (2015), 532 頁(pp.525-532).

〔その他〕

ホームページ等

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

6. 研究組織

(1) 研究代表者

井上 忠信 (INOUE TADANOBU)

国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究拠点 設計・創造分野 塑性加工プロセスグループ・分野長

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)

国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究拠点 設計・創造分野 塑性加工プロセスグループ・主席研究員

研究者番号: 80253483

邱 海 (Qiu Hai)

国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究拠点 設計・創造分野 塑性加工プロセスグループ・主幹研究員

研究者番号: 50391214

中里 浩二 (NAKAZATO KOJI)

国立研究開発法人物質・材料研究機構・技術開発・共用部門材料加工グループ・主任エンジニア

研究者番号: 10469778

(4) 研究協力者

上路 林太郎 (UEJI RINTARO)

国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究拠点 設計・創造分野 塑性加工プロセスグループ・主幹研究員

研究者番号: 80380145