温間棒圧延による超微細繊維状結晶粒鋼の創製プロセス技術開発

国立研究開発法人物質・材料研究機構 構造材料研究拠点

主席研究員 木村 勇次

(平成 25 年度一般研究開発助成 AF-2013005)

キーワード: 低合金鋼、温間加工、機械的特性

1. 研究の目的と背景

省資源化、省エネルギー化そして CO₂ 排出量削減を目 的とした輸送機の更なる軽量化や次世代鋼構造物の実現 を目指し、構造用金属材料のより一層の高強度化およびそ の部材開発への要求が高まっている。

低合金鋼は安価に製造でき、強度×靭性バランスに優れ ることから最も多く使われている構造用金属材料であり、 降伏強さを1500 MPa以上に高めると比強度(=降伏強さ /密度)を超々ジュラルミンの比強度の190 MPa・m³/Mg 以上に高めることができる。しかしながら降伏強さが 1500 MPa以上の低合金鋼では衝撃靭性¹⁾、耐遅れ破壊特 性²⁾などの破壊特性が低いことからその適用範囲が限定 されてきた。しかも、合金元素の添加を抑えて降伏強さを 1500 MPa以上に高めるには炭素の添加が必要であるが、 炭素量の増加によって鋼材の軟質化や部材への冷間成形 は困難になる。つまり、超高強度低合金鋼では部材への成 形も大きな技術課題である。

焼戻マルテンサイト組織は、図1³⁾に示すように、旧 オーステナイト粒→パケット→ブロック→ラスからなる 階層的な組織構造の基地組織中に炭化物粒子が分散した 微細複相組織である。例えば、JIS-SCM440 鋼ではマルテ ンサイトの有効結晶粒径と考えられるブロックの幅は 0.5 μ m と微細である⁴⁾。我々は、このような焼戻マルテンサ イト組織の微細階層組織の不均一性(微細へテロ構造)に 着目し、焼戻マルテンサイト組織の温間加工プロセスを開 発してきた。その結果、焼戻マルテンサイト組織に多パス の溝ロール圧延(減面率約 80%)による温間加工を施すと、 1) <110>//圧延方向(RD)繊維集合組織を有する超微 細繊維状結晶粒組織が得られ、2)シャルピー衝撃試験で は衝撃方向とほぼ直角にき裂が進展する層状破壊が発生 して1400 MPaを超える降伏強さでもシャルピー衝撃特性 が著しく向上することなどを見出してきた ⁵⁾⁻⁹⁾。

田村がまとめた鋼の加工熱処理法の分類¹⁰⁾によれば、 焼戻マルテンサイト組織の加工は、ストレインテンパリン グ(Strain-tempering)、テンプフォーミング(Tempforming) などと呼称される。関ロら¹¹⁾は、鍛造などの2次加工 に適用可能な加工熱処理法として焼入れ材に短時間の焼 戻しを施した後にその温度で塑性加工を与えるという手 法を提案し、これを焼戻温間鍛造法(Warm Temper-Forging) と名付けた。本研究では、焼戻マルテンサイトの温間加工 を温間テンプフォーミング(Warm Tempforming)と記す。



図1 焼戻マルテンサイト組織の模式図

温間テンプフォーミングでは、軟質化プロセスを省略で きることがプロセス上のメリットであり、実際に超微細繊 維状結晶粒材を素材とした 1800 MPa 級超高強度ボルトの 試作にも成功した¹²⁾。しかしながら、1500 MPa 以上の 降伏強さは冷間金型の強度にも匹敵し、このような焼戻マ ルテンサイト組織を 500 ℃付近で温間加工することは従 来の常識からすると"厳しい塑性加工"である。そのため、 圧延負荷を低減した温間加工プロセスの確立が望まれる。

温間テンプフォーミング材の機械的特性は、温間溝ロー ルにおける減面率、加工温度、ならびに加工前組織に影響 を受けることはわかっている。本研究では、異方性のある 金属組織を低減面率の温間テンプフォーミングで得るた めの加工前組織として、未再結晶オーステナイト域での加 工および焼入れ処理(以下、オースフォーミング)で得ら れるマルテンサイト組織に着目した。中炭素低合金鋼につ いて、減面率70%のオースフォーミングで得られるマルテ ンサイト組織を加工前組織として、500 ℃での温間テンプ フォーミングで得られる材料の引張変形特性およびシャ ルピー衝撃特性を調査した。またオースフォーミング材の オーステナイト化条件を決定するために、旧オーステナイ ト粒径が異なる未オースフォーム材に対しても温間テン プフォーミングを施し、機械的特性を調査した。

2. 金属組織の異方性を活用した靱性設計

構造材料の破壊特性の向上には、1)材料固有の破壊に 対する抵抗を高めることと、2)主き裂先端での応力集中 を緩和することの2つの方策がある³⁾。前者に対する方策 としては、①脆化原因となるP、Sなどの不純物元素や介 在物の低減、②炭素の低減、③Niなどの合金元素の添加、 ④結晶粒微細化などがある。一方、後者に対する方策とし

ては、層状破壊の活用があげられる。複合材料では、材料 内部で生じる微視的なクラックや界面剥離の利用が靭性 向上に有効であることが確かめられている。例えば、図2 は、切欠き試験片に X 方向に引張荷重を負荷した場合の 等軸粒組織および伸長粒組織における脆性き裂の伝播経 路を模式的に示す³⁾。いま、粒界破壊を考えると、粒界 破壊に必要な応力(粒界破壊応力、og)は有効結晶粒径(Deff) の平方根の逆数に比例する $(\sigma_g \propto D_{eff}^{-1/2})$ 。この関係は粒内 脆性破壊でも同様に成り立つ。等軸粒材では、切欠き先端 で生ずる 3 軸応力 ($\sigma_{tv} < \sigma_{tx}$) とその等方的な力学的性質 (σ_{gy}=σ_{gx})からき裂が主き裂方向(Y方向)に進展しやす いため、脆性き裂が発生すると材料は直ちに破断する。一 方、伸長粒材において、結晶粒の形状($\sigma_{gv} < \sigma_{gx}$)と切欠 き先端で生ずる σ_{tv} により、引張方向と平行(主き裂方向 とは直角)に脆性き裂が優先的に発生・伝播する場合では、 さらに大きな荷重が付加されて主き裂方向のき裂が進展 するまでは材料は破断しない。このような層状破壊の発生 は、き裂先端の鈍化による3軸応力度の緩和をもたらすと ともに、主き裂伝播の遮断にもつながる。すなわち、異方 性のある金属組織を作り込み、超高強度低合金鋼の力学特 性の向上に脆性破壊をむしろ有効に活用しようというの が本研究のねらいである。



図 2 等軸粒材および伸長粒材における脆性き裂の伝播経路を示す模式図

3. 実験方法

供試材として0.4%C-2%Cr-1%Mo-2%Ni鋼(mass%)を100 kg真空溶解、鋳造で溶製した。なお、P、S、Oなどの不純 物元素は極力低減した。インゴットは1200℃で1 hの均質 化焼鈍後、4 cmの厚さまで熱間圧延した後、空冷した。熱 間圧延材から切り出した4 cm×4 cm×12 cmの角材について、 次の3つの加工熱処理を施した。

 ① 角材に1200℃で0.5 hの溶体化処理を施し、溝口 ール圧延機を用いた熱間圧延により断面積が 15.2 cm²の角棒材とした後に空冷した。空冷材は 850℃で1 hのオーステナイト化処理後に溝ロー ル圧延機を用いて減面率74%のオースフォーミ ング処理を施し、断面積が3.9 cm²の角棒材とし た(AF材)。

- ② 角材に1200℃で0.5 hの溶体化処理を施し、溝口 ール圧延機を用いた熱間圧延により断面積が8.1 cm²の角棒材とした後に空冷した。空冷材は 850℃で1 hのオーステナイト化処理後に焼入れ した。(未AF①材)。
- ③ 上記②の空冷材を1200℃で1 hのオーステナイト
 化処理後に焼入れした。(未AF②材)。

上記①から③の加工熱処理で得られたAF材、未AF①材、 ならびに未AF②材は500℃で1hの焼戻し後、多パスの温間 溝ロール圧延により断面積が2.1 cm²の角棒材とし室温ま で空冷した。AF材、未AF材の減面率は、それぞれ、46% と74%である。なお、試料は3または4パスごとに500℃で5 minの再加熱処理を施した。最終パスは断面形状を正方形 に近づけるために同じロール溝(14.3 mm角)に角材を90° 回転させて通した。比較材として、AF材、未AF①材、な らびに未AF②材を500℃で1hの焼戻し後、空冷した材料も 作製した。試料座標系は、図 3に示すように、角棒材の長 手方向に平行な圧延方向(RD)を基準として、角材の最 終圧下方向をND、NDとRDに直行する方向をTDと定義し た。

金属組織は、光学顕微鏡、電界放出型走査電子顕微鏡 (FE-SEM)に搭載された電子後方散乱回折像(EBSD) 装置による結晶方位解析(FE-SEM/EBSD法)で観察した。 引張試験は、平行部直径が6mm、平行部長さが42mmの JIS-14 A 号試験片について、0.85mm/minのクロスヘッド スピードで実施した。引張方向はRDと平行である。降伏 強さは0.2%耐力で評価した。シャルピー衝撃試験(秤量: 500 J)は、フルサイズの2mm-Vノッチ試験片を用いて行 った。衝撃方向(SD)は、TD、NDに対して約45°の角度 をなす(図3)。



図 3 溝ロールの模式図と溝ロール材の試料座標系と衝撃試験方向(SD)との関係を示す模式図

4. 結果と考察

4.1 温間テンプフォーミング材の機械的特性に及ぼす旧 オーステナイト粒径の影響

図4は、500℃温間テンプフォーミング前後の組織の一 例を示す。温間テンプフォーミング前の未 AF 材では、等 軸状の旧オーステナイト粒がバケットによって分割され ている。ここで用いた試料は 1200℃でオーステナイト化 処理した材料(未 AF②材)であり、平均オーステナイト 粒径 (D,) は 320 µm であった。一方、温間テンプフォー ミングでは、図中に矢印で示すようにパケットがバンド状 に RD に引き伸ばされた伸長粒組織が形成され、旧オース テナイト粒界を区別することは難しい。これらの展伸され たパケットをここではパケットバンドと呼ぶこととする。 図5に、850℃でオーステナイト化処理した材料(未 AF ①材)について、パケッドバンド中の結晶粒組織の一例を 示す。なお、未 AF①材の D,は 18 µm であった。パケット バンドの中には、短軸方向の平均切片長さが約 0.3 µm の 超微細な繊維状結晶粒組織が形成された。このような超微 細繊維状結晶粒組織はパケット内部のブロック組織の変 形によって主に形成されたと考えられる。また、RD に関 する逆極点図から、強い<110>//RD 繊維集合組織が形成さ れていることは確認している。温間テンプフォーミング材 で未AF①材と未AF②を比較した場合、パケットバンドの 大きさに顕著な差が認められた。



図 4 1200℃でオーステナイト化処理した材料(未 AF2) 材)の光顕組織:500℃温間テンプフォーミング処理前(a) および処理後(b). 図中の矢印はパケットを示す.



図5 減面率74%の温間テンプフォーミングによって形成 された超微細繊維状結晶粒組織の一例:未 AF①材. Image quality map 中には結晶方位差が 10°以上の結晶粒界も示 す.

表1は未AF材の引張変形特性をまとめる。減面率(r) が74%の温間テンプフォーミングを施すと強度および全 伸び(EL)はともに上昇する。温間加工前(r=0%)では D_y が小さい未AF材①の方で降伏強さ(σ_y)および全伸び (EL)が高いのに対して、温間テンプフォーミング後に は強度および EL に及ぼす D_y の影響は認められなくなっ ている。このことは、温間テンプフォーミング材の引張変 形特性がパケットバンド内に形成された超微細繊維状結 晶粒組織に影響を受けることを示している。

表 1 未 AF 材①(D_γ=18 μm)と未 AF 材② (D_γ=320 μm)の 引張変形特性. 表中の r は温間テンプフォーミングの減面 率を示す.

D_{γ}	r	σ_{y}	$\sigma_{\!B}$	EL
(µm)	(%)	(MPa)	(MPa)	(%)
18	0	1333	1572	12.6
	74	1704	1714	15.3
320	0	1243	1528	10.2
	74	1748	1769	14.2

図6は、未AF材のVノッチシャルピー衝撃試験結果を 示す。温間テンプフォーミング前(r=0%)のシャルピー 衝撃吸収エネルギー(vE)は室温でも30 J程度と低く、衝 撃特性に及ぼす D_y の影響は小さい。これに対し、温間テ ンプフォーミング後ではvEの著しい上昇が認められた。 とくに D_y が18 µmの未AF①では低温ほどvEが上昇する という靱性の逆温度依存性が観察された。温間テンプフォ ーミング材における高いvEは、いずれの D_y でも衝撃試験 片の長軸方向(//RD)に沿ってき裂が分岐する層状破壊の 発現に起因するものであった。すなわち、 D_y が細かいほ ど低温域で顕著な層状破壊が発生し、優れた衝撃特性が得 られることが確認された。層状破壊の発生の違いは、パ



図 6 減面率 0%と 74%で温間テンプフォーミングした未 AF 材①(D_{γ} =18 µm)と未 AF 材② (D_{γ} =320 µm)の V ノッチ シャルピー衝撃エネルギー (νE) と試験温度の関係

ケットバンドのサイズと関連付けることができた⁹⁾。以上 より、AF処理材のオーステナイト化温度として、 D_y の微 細化が図れて靱性の向上が期待できる 850℃を選んだ。

4.2 温間テンプフォーミング材の機械的特性に及ぼすオ ースフォーミングの影響

表2は減面率74%でAFした材料(AF材)の引張変形 特性を示す。なお、74%のAF処理では、伸長オーステナ イト粒からなるマルテンサイト組織が得られた。減面率 0%でAF材と未AF材を比較すると、AF材の方で強度× 延性バランスが優れている。AF材にさらに減面率46%の 温間テンプフォーミングを施すと74%の温間テンプフォ ーミングを施した未AF材と同じ強度×延性バランスが得 られることがわかった。

表 2 74%AF 材の引張変形特性.表中の r は温間テンプフ オーミングの減面率を示す.

r	σ_y	$\sigma_{\rm B}$	EL
(%)	(MPa)	(MPa)	(%)
0	1539	1744	13.3
46	1724	1754	14.7

図 7 は、AF 材のシャルピー衝撃試験結果を示す。同じ 試験温度では温間テンプフォーミング前(r=0%)の AF 材の vE は未 AF 材の vE とほぼ同じであり、シャルピー衝 撃特性に及ぼす AF の効果は小さい。ところが、46%の温 間テンプフォーミングによって AF 材の vE は室温から -60℃の温度範囲で 100 J以上に上昇した(vE の値は、室 温では D_y が 18 µm の未 AF①、-60℃では D_y が 320 µm の 未 AF②の vE にそれぞれ匹敵する。)。すなわち、AF と組 み合わせることによって、温間テンプフォーミングの低減 面率化が図れることが明らかとなった。



図7 減面率 0%と 46%で温間テンプフォーミング (TF) した 74%AF 材の V ノッチシャルピー衝撃エネルギー(vE) と試験温度の関係

5. 結 言

微細オーステナイト粒組織について、減面率74%のオー スフォーミングで得られるマルテンサイト組織を加工前 組織とすることで、500℃で減面率46%の温間テンプフォ ーミングでも1700 MPaの超高強度鋼の大幅な靱性向上を 図れることが確認できた。

謝 辞

溝ロール圧延は、黒田秀治氏、飯田一彦氏、組織観察は 広田ゆり子氏の助力により行われた。本研究は、公益財団 法人天田財団に一般研究開発助成によって行われたもの であり、ここに厚く謝意を表する。

参考文献

- 1) Y. Tomita: Int. Mater. Rev., 45 (2000), 27.
- 2) T. Fujita and Y. Yamada: NACE-5 (1977), 736.
- 3) Y. Kimura and T. Inoue: Bull. ISIJ, 17 (2012), 829.
- M. Hayakawa., S. Terasaki, T. Hara, K. Tsuzaki and S. Matsuoka: J. Japan Inst. Metals, 66(2002), 745.
- Y. Kimura, T. Inoue, F. Yin and K. Tsuzaki: Science, 320(2008), 1057.
- Y. Kimura, T. Inoue, F. Yin and K. Tsuzaki: *ISIJ Int.*, 50(2010), 152.
- Y. Kimura and T. Inoue: *Metall. Mater. Trans. A*, 44A(2013), 560.
- 8) Y. Kimura and T. Inoue: ISIJ Int., 55(2015), 1135.
- 9) Y. Kimura and T. Inoue: ISIJ Int., 55(2015), 1762.
- 10) I. Tamura: Bull. JIM, 2 (1963), 426.
- H. Sekiguchi, K. Kobatake, K. Osakada and K. Kubo: J. JSTP, 24 (1983), 873.
- 12) http://www.nims.go.jp/news/press/2009/10/p200910050.ht
 ml. 最新研究映像 NIMS の力(竹のようにしなやかな鉄
 2016 年 5 月 11 日公開)