

生物の持つ強靱化発現機構を模倣した強靱な鋼の創成と破壊メカニズムの解明

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 Gr.

分野長 井上 忠信

(平成 27 年度 一般研究開発助成 AF-2015023)

キーワード：鉄鋼材料，組織微細化，3点曲げ試験，材料強靱化，温間圧延

1. 研究の目的と背景

地球環境を守り、かつ持続可能な豊かな社会の構築に向けて、一層の高強度化と共に安全・安心な高強度鋼の出現が切望されている。しかし、図1に示すように、強度向上と共に靱性は低下するため、両特性を同時に向上させる方策が構造材料にとって永遠の課題となっている。

我々は、これまで強度－衝撃特性バランスを飛躍的に向上させた超微細繊維状結晶粒組織を有する低合金鋼を開発してきた¹⁾。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検討し、究極の強靱性を有する鋼の組織設計指針を提示することが必要である。この検討は、本設計思想の有効性や具体的な部材への適用限界、さらには材料を創製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課題の一つである。

ヤガイやアワビなど貝殻の真珠層は、厚さ約 0.5 μm の炭酸カルシウムの結晶プレートと有機相であるタンパク質（厚さ 0.025 μm ）が交互に重なった積層構造を有しており、組織構造に起因した界面剥離や微視き裂の偏向による応力遮断効果によって、カルシウム単体の数千倍の靱性を示し、その強靱性は海中と陸上では大きく異なる³⁾。すなわち、真珠層が持つ強靱化の本質は単なる微細積層構造ではなく、内包する弱い面が上手く配置されていることで、微視き裂が発生しても直ちに壊れることなく、その後複数の微視き裂を発生させることで応力を吸収・分散させることにある。この考えを具現化した例として、複合材料、Al-Li合金を使ったスペースシャトルの燃料タンクやラインパイプ鋼が挙げられる。しかし、これらの材料は弱い面を上手く利用し、全体破断しないように設計されているが、生物並みの微細構造を有していないため、その強靱化発現機構を十分に活用できていない。

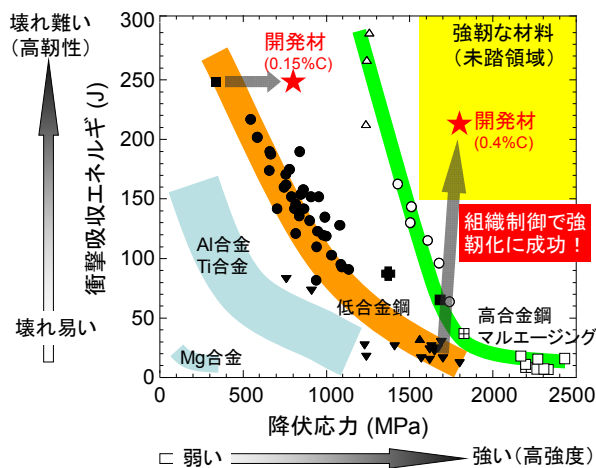


図1 構造金属材料の強度－衝撃靱性バランス

さて、自然界には、人工物が及ばない優れた強靱な“もの”がある。良く知られた例として、アワビの貝殻、蟹の第1歩脚（はさみ）、シャコのハンマーや木、竹などがあり、これらは長い歳月をかけて地球環境の変化に順応し、強いと同時に壊れにくい特性を最大限に引き出す不均質な微細組織構造を有している²⁾。図2に示すように、アコ

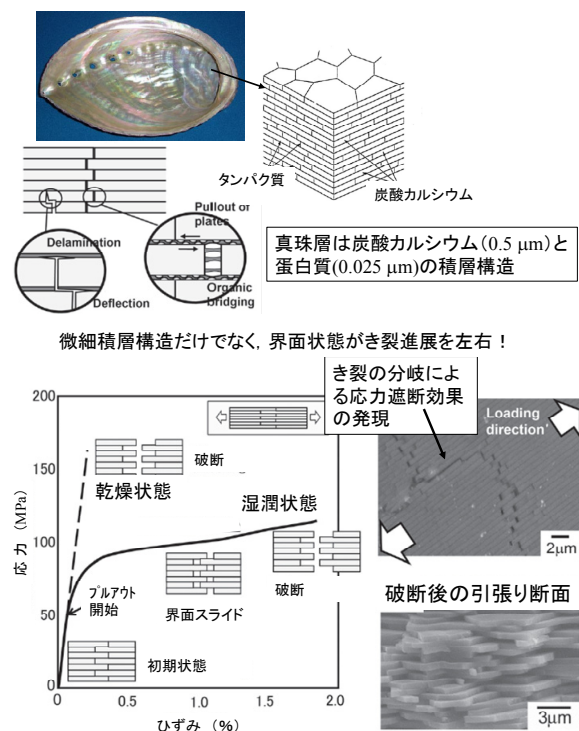


図2 アワビの真珠層の微細積層構造と応力遮断効果による強靱化発現機構

従来の技術で生物並みに超微細化した組織を有するバルク鋼材を創成することは困難であるが、温間域での棒圧延プロセスによって、 $0.3\ \mu\text{m}$ レベルまで超微細化した組織を有する $\phi 14\ \text{mm} \times 1\ \text{m}$ 長さのバルク鋼を創成することが可能である¹⁾。また、幸か不幸か鋼の多結晶体中には弱い脆弱な面（へき界面や結晶粒界）が存在する。よって、生物並みのレベルまで超微細化した結晶組織によって、弱い面のサイズは小さくなるため、真珠層と同様な応力遮断効果を十分に機能させ、究極の強靱化を発現させる組織設計指針を示すことができるかもしれない。

本論文では、 500°C の焼戻しによって $1800\ \text{MPa}$ の引張り強度が得られるように合金設計した中炭素低合金鋼を対象に、溝ロール圧延による加工ひずみ制御によって超微細繊維状結晶粒組織を有する棒材を創成し、引張り試験、3点曲げ試験、そして組織観察を通じて、初期ノッチ底からのき裂伝播挙動と組織の関係について検討を行った⁴⁾。

2. 実験条件と数値解析条件

2.1 溝ロール圧延における材料創製

供試材として、低合金鋼成分で $1800\ \text{MPa}$ 級の超高強度を実現できる $0.39\%\text{C}-2\%\text{Si}-0.2\%\text{Mn}-1\%\text{Cr}-1\%\text{Mo}$ の鋼を用いた。まず、 $40\ \text{mm}$ 角、 $120\ \text{mm}$ 長さの角材に 1200°C で $1\ \text{h}$ 溶体化処理を施し、熱間圧延で約 $30\ \text{mm}$ 角の棒材とした後水焼入れした。次に、焼入れ材を 500°C で $1\ \text{h}$ 焼戻した後、スクエア孔型を有する溝ロール圧延⁵⁾によって約 $14\ \text{mm}$ 角、約 $1000\ \text{mm}$ 長さ（減面率 78% に相当）の棒材とし室温まで空冷した（以後、TF材と呼ぶ）。また、約 $14\ \text{mm}$ 角の棒鋼を 950°C で $0.5\ \text{h}$ オーステナイト化後油焼入れし、 500°C で $1\ \text{h}$ 焼戻後水冷して得られた棒材を比較材として用いた（以後、QT材と呼ぶ）。試料座標系は、図3に示すように、棒材の長手方向、すなわち圧延方向をRDとし、最終圧下方向をND、それと $\pm 45^\circ$ の方向をTD1, TD2とした。

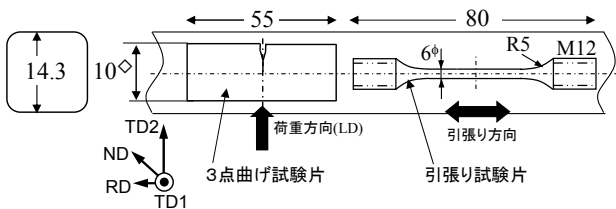


図3 溝ロール圧延後の棒鋼から抽出された3点曲げ試験片と引張り試験片

2.2 組織と機械的特性

引張りおよび3点曲げ試験片は、各棒材の中央から採取し、 $-196^\circ\text{C} \sim 200^\circ\text{C}$ の温度域で試験を行った。棒鋼からの試験片採取と引張り方向および押し込み荷重方向

(LD=TD2)の関係を図3に示す。引張り試験は、直径 $6\ \text{mm}$ 、平行部長さ $30\ \text{mm}$ の丸棒試験片（JIS14A試験片）について、 $0.85\ \text{mm}/\text{min}$ のクロスヘッド速度一定（初期ひずみ速度 $5 \times 10^{-4}/\text{s}$ ）で実施した。3点曲げ試験は、図4に示したように $10\ \text{mm}$ 角 $\times 55\ \text{mm}$ 長さの試験片を対象に、スパン長さ $40\ \text{mm}$ 、押し込み速度 $0.5\ \text{mm}/\text{min}$ の変位制御で、1条件の試験数 $1 \sim 4$ にて実施した。TF材の組織的特徴から疲労予き裂が分岐し、初期き裂を安定的に導入できないことが考えられたため、 $0.1\ \text{mm}$ 径ワイヤーを用いた放電加工で深さ $5\ \text{mm}$ 、先端曲率半径 $0.13\ \text{mm}$ （実測値）の初期ノッチを導入した。ノッチ先端は、棒鋼断面中心に位置付くように加工を行った⁶⁾。3点曲げ試験後の外観やマクロ破面は、デジタル顕微鏡（Digital Microscope; DM）やデジタルカメラによって、ミクロ破面は走査電子顕微鏡（Scanning Electron Microscope; SEM）によって観察した。また、各棒鋼のRDおよびLDに垂直な断面上の中心近傍について、SEMによる組織観察と電子線後方散乱回折（Electron Backscatter Diffraction Pattern; EBSP）による結晶方位測定を行った。

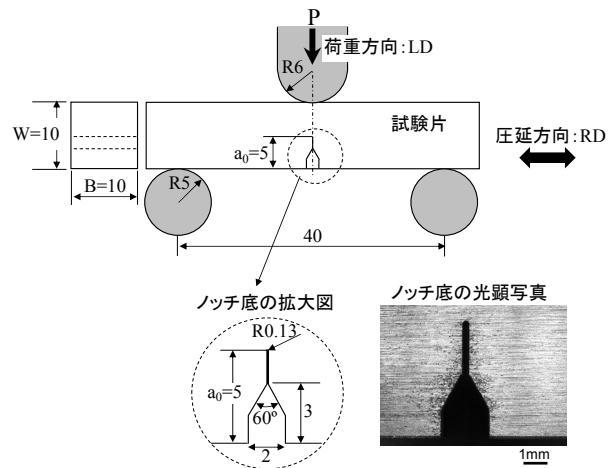


図4 3点曲げ試験片の概要図と放電加工後のノッチ底の写真

3. 結果と考察

3.1 組織

図5は、TF材のEBSPによる組織観察結果を逆極点図と共に示す。TF材は、RDに伸張した超微細な繊維状のフェライト粒組織（平均短軸径は約 $0.3\ \mu\text{m}$ ）を有し、かつ強い α ファイバー集合組織（RD// $\langle 110 \rangle$ ）を伴う。逆極点図より、特に $\{110\} \langle 110 \rangle$ と $\{100\} \langle 110 \rangle$ の結晶方位が発達していることがわかる。なお、TEM観察の結果から、基底中に $50\ \text{nm}$ 以下のナノ炭化物粒子が球状に分散していることを観察している¹⁾。この組織は、LDとは垂直および $\pm 45^\circ$ 方向に $\{100\}$ へき開面、垂直方向に結晶粒界を多く含むの

に対し、LD とは平行に{100}面をほとんど持たない組織的特徴を持つ。

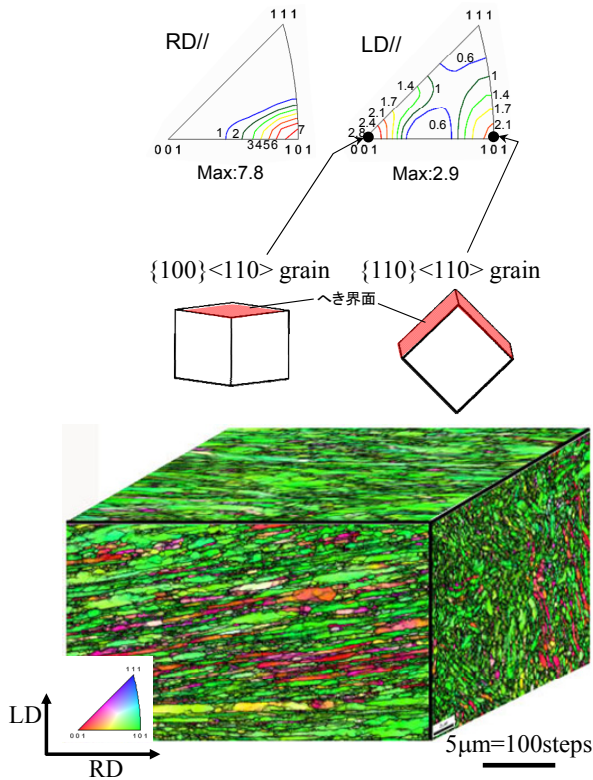


図5 TF材の方位マップと逆極点図

3・2 引張り特性

図6は、QT材およびTF材の応力-ひずみ線図を示す。QT材は焼戻しマルテンサイトの典型的なラウンドカーブを示し、絞りRAは150°Cで41%、23°Cで31%、-100°Cで27%、-196°Cで4%となり、温度と共に低下した。一方、超微細繊維状結晶粒組織を有するTF材は、微細粒材の特徴の一つである変形初期に降伏点降下が観察され、かつ高い降伏比を示した。各温度150、23、-100、-196°CにおけるRAは、48%、47%、47%、39%であった。TF材およびQT材の降伏応力YS(0.2%耐力)は、TF材の方がQT材よりも大きい、どちらも温度の低下とともにYSは直線的に増加し、-100°C以降でより増加する傾向を持った。

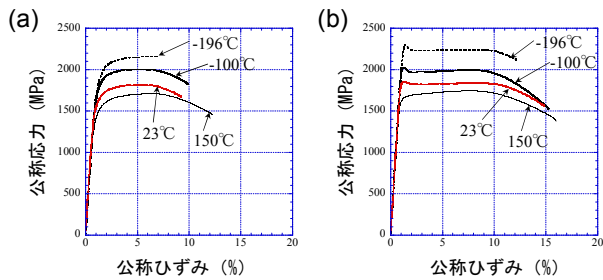


図6 (a)QT材と(b)TF材の引張り試験結果

3・3 3点曲げ特性

図7は、TF材の曲げ荷重 P と変位 u の関係および23°C試験後の外観を示す。荷重 P_1 で小さなload dropが生じ、その後、多数の小さなload dropを伴いながら荷重が増加あるいは低下するという特異な $P-u$ 関係を示す。荷重が増加する傾向は、23°Cでより顕著となり、 $P_1=10.0$ kN(そのとき、 $u_1=0.44$ mm)後、荷重は $P_{max}=14.0$ kN($u=7.4$ mm)まで増加し続けた。試験片外観写真から、主き裂が荷重方向とは直角(すなわち試験片長手方向)に伝播する層状破壊を起こしているのがわかる。なお、試験片は-80°C以上の温度では試験片厚さに相当する量を押込んでも破断しなかったため、これらの場合は10mm押込んだ時点で試験を中断した。なお、QT材は、全ての温度において典型的な脆性破壊挙動を示し、最大曲げ荷重 P_{max} で直ちにき裂がLDと平行に伝播して真二つに破断する通常の壊れ方をした。破断荷重に相当する P_{max} は、温度とともに低下した。

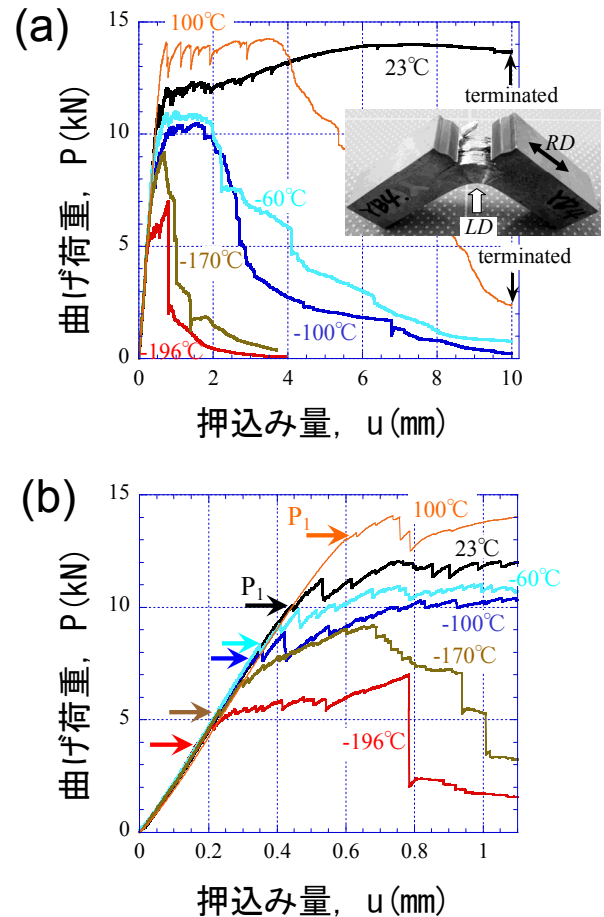


図7 (a)TF材の3点曲げ試験結果と23°C試験片後の試験片外観写真。(b)最初の荷重低下 P_1 における $P-u$ 線図。

3・4 TF材のき裂伝播挙動

図8(a)は23°Cで $u=10$ mm押込んだ後のTF材の試験片中央断面上のマクロ写真と層状破壊面のSEM組織を示す。

これらの観察結果から、主き裂が LD と平行ではない方向に分岐し、直線的ではなくジグザグに長手方向に進展しているのがわかる。また、長手方向に進展した主き裂端近傍では、 $\text{cracks} \perp \text{LD}$ と $\text{cracks} \angle 45^\circ \text{LD}$ の微小き裂も観察できる。これらのジグザグき裂は、図5に示した TF 材の組織的特徴から、2つの微視き裂 ($\text{cracks} \perp \text{LD}$ と $\text{cracks} \angle 45^\circ \text{LD}$) が発生→連結することで伝播した結果である。 $\text{cracks} \perp \text{LD}$ は、 $\{100\} \langle 110 \rangle$ 結晶粒の $\{100\}$ へき界面および結晶粒界に、 $\text{cracks} \angle 45^\circ \text{LD}$ は $\{110\} \langle 110 \rangle$ 結晶粒のへき界面に関連したものである。破面観察結果から、ジグザグき裂は RD とほぼ垂直な面(step)における微細ディンプル (図8(b)の矢印部分) と平行な面(terrace)における擬へき開で構成されている。このような step/terrace の層状破面は、試験温度が低下しても同様に観察された。また、23°C ではノッチ底近傍から発生した微視き裂は主き裂に成長しながらジグザグに RD とほぼ平行に進展する。なお、温度が-100°C以下ではミクロ的には step/terrace のジグザグき裂は観察されたが、 $\text{cracks} \angle 45^\circ \text{LD}$ の微視き裂が主き裂に成長することで試験片は二つに破断した。これは、温度低下による強度向上とともに壊れにくさの機能が失われていくことを意味するものである。

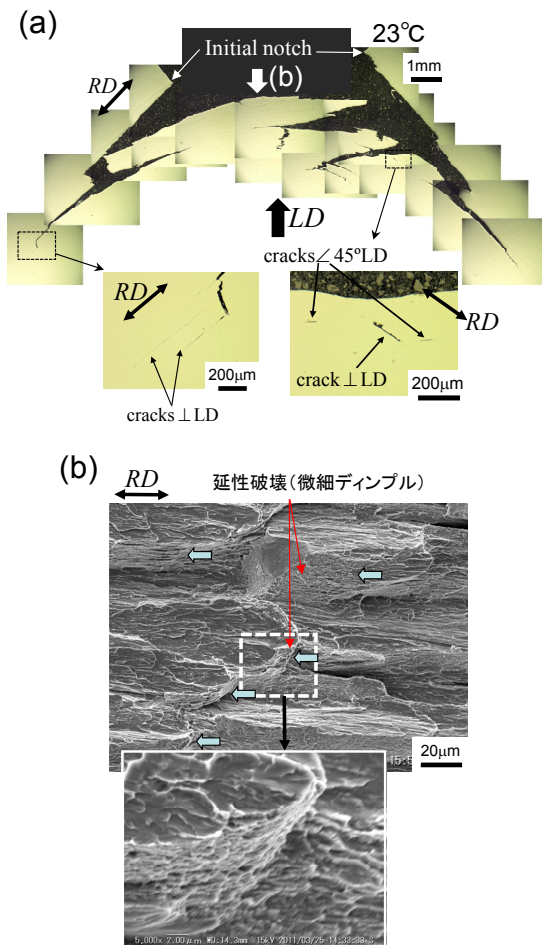


図8 (a)TF 材の 23°Cでの 3 点曲げ試験後の試験片断面と (b)層状き裂の SEM 破面。

き裂の伝播挙動は、ノッチ底近傍での微視き裂の発生箇所強く依存するので、試験を途中で止めて、塑性拘束度の高い試験片中央断面を追い込み研磨した。超微細結晶粒により、微視き裂の最小単位がかなり小さいため、 P_1 発生直後で止めた試験片では、微視き裂を見つけることが困難だった。そこで、温度 23°C、-40°C、-100°Cではき裂をある程度進展させるため、幾つかの荷重低下を経た後に試験を停止した。図9は、各試験温度でのノッチ底近傍のマクロ写真を $P-u$ 関係とともに示す。ここで、(a, c, d)は鏡面仕上げままでハイダイナミックレンジ機能 (RGB 各画素 16bit 階調) を有する DM で観察したものであり、(b, e)は薄いエッチング後に SEM 観察したものである。これらの観察結果から言えることは、微視き裂の発生はノッチ底周辺あるいはノッチ底より 0.1 mm 程離れた箇所と考えられ、初期き裂は LD と直角 ($\text{cracks} \perp \text{LD}$) あるいは $\angle 45^\circ$ の角度 ($\text{cracks} \angle 45^\circ \text{LD}$) を有し、その後ジグザグに長手方向に進展していることが確認できる。

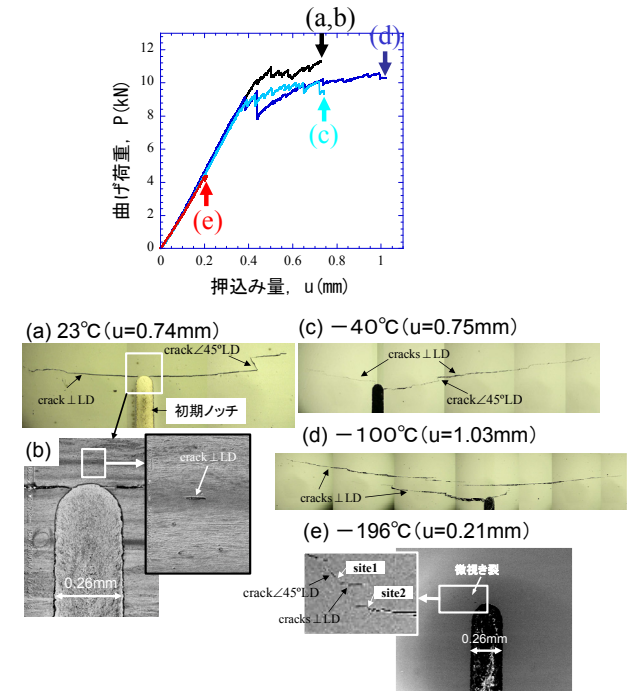


図9 (a)TF 材の 23°Cでの 3 点曲げ試験後の試験片断面と (b)層状き裂の SEM 破面。

3・5 TF 材の壊れにくさの発現機構

QT 材で見られたように、一般的にはノッチ底近傍の 3 軸応力状態において、LD と直角な方向の応力 σ_{xx} が最大であり、その応力が脆性破壊応力 σ_F を超えることで、脆性き裂は LD と平行に進展する。しかし、TF 材の場合、脆性破壊応力は異方性を有し、伸張した結晶粒の長手方向と平行な脆性破壊応力 $\sigma_{F//RD}$ は、それと直角な脆性破壊応力 $\sigma_{F\perp LD}$ に比べ著しく大きい。また、図5に模式的に示した

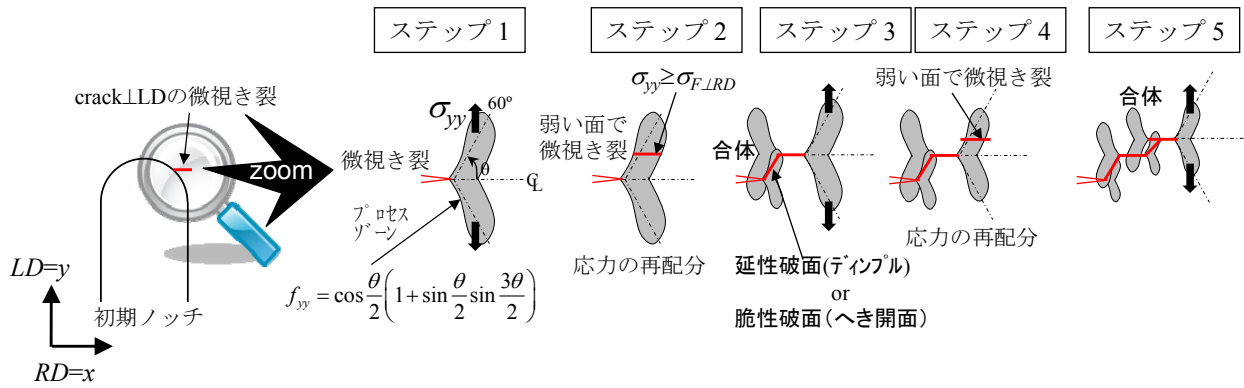


図10 (a)TF材の23°Cでの3点曲げ試験後の試験片断面と(b)層状き裂のSEM破面。

ように、弱い面（へき開面、結晶粒界、パケット境界）はLDとは垂直および±45°方向に多く存在する。よって、図7に示したload dropは層状破壊を引き起こす微小き裂がノッチ底近傍に発生したことが主因である。

図10は、LDと直角な微小き裂 $crack \perp LD$ （45°の微小き裂 $crack \angle 45^\circ LD$ の場合もある）がノッチ底で発生した場合を示す。ノッチやき裂を付与した靱性試験において、RDに平行（すなわち、荷重負荷方向LDに直角）あるいは45°方向の微小（脆性）き裂が発生すると、そのき裂は隣接する結晶粒界等で停止し、これによってノッチ底近傍の応力は再配分され、一時的にその領域の応力は低下し、応力分布は大きく変化する。その後、さらに押込むことによって、荷重 P の増加とともに発生した微小き裂端近傍において、微小き裂と直角方向の応力は $\theta = \pm 60^\circ$ で最大⁷⁾となる分布を持つ（図10のステップ1）。よって、き裂端近傍のプロセスゾーンにおいて微視組織が多くの損傷を受ける（超微小なき裂が生じる）中で、 $\theta = \pm 60^\circ$ での最大垂直応力が駆動力となって新たな微小き裂が発生する可能性が高い（図10のステップ2）。当然、発生したと同時にき裂の干渉効果によって各き裂端の応力は低下するが、引き続き押込まれることで2つのき裂は連結する（図10のステップ3）。図8や他の温度での層状破面の観察結果から、連結した面は微細なディンプル破面であり、温度の低下と共にディンプル破面の存在領域は少なくなっていた。すなわち、ジグザグき裂における層状破面において、ステップ2で生じるRDに平行な脆性き裂はterraceに、ステップ3の連結で生じたディンプル破面がstepに相当する。よって、微小き裂の連結を抑制する（すなわち、破壊抵抗を高める）ためにも、微小き裂発生場所となる弱い面の空間分布だけでなく、微細粒組織で延性破壊を助長してき裂の進展を抑制することが強靱化にとって非常に重要となる。ステップ3の後には、同様なメカニズムでき裂は発生、

連結して進展する。複数の微小き裂が発生、連結しても、微細粒組織によって十分な延性が担保されていれば、複数のき裂の発生はむしろ個々のき裂端の応力を低下させるので、ノッチ底における応力集中を分散させる応力遮蔽効果によって材料の抵抗は大きくなる。図7に示したTF材の曲げ試験において、荷重低下を伴いながら曲げ荷重 P が増加しているのは、その効果が適切に発揮されているためである。特に、試験温度23°Cでは10mm押し込んでもその効果は失われていないのがわかる。このようなき裂の発生から伝播する過程で破壊の駆動力は弱まり、材料そのものを破断させないことが可能となる。すなわち、材料全体で力を受け止めていることになる。しかし、押込み量によって長手方向に分岐・成長したき裂やそれらき裂端近傍の微小き裂が増殖し、温度低下によって組織の持つ壊れにくさの能力が失われると、RDと平行な応力 σ_{xx} が駆動力となってき裂はLDと平行な方向に進展する。結果的に、材料の抵抗、すなわち曲げ荷重 P は一気に減少し材料破断に至る。

ここで、もし弱い面が直線的にRDと平行にしか存在しなければ、発生した微小き裂端の応力の再配分が生じる前に、RDに一直線上に沿ったき裂が瞬間的に大きく成長し、き裂の進展を抑制することができず、荷重の低下はかなり大きくなることが想像できる。このような瞬間的な長いき裂の成長による大きな荷重低下は、異材接合されたラミネート材や繊維とマトリックスの界面で破壊する繊維強化複合材料でよく見られる。この場合、界面の配向を適切に設計することで、同じ繊維体積率であってもき裂の発生・進展を変化させ、急激な荷重低下（すなわちき裂の進展長さ）を抑制し靱性を向上させることが可能となる⁸⁾。

TF材は、複合材料のような繊維とマトリックス等の異種材料を結合するプロセスを必要とせず、単純な棒圧延プロセスを通じて、微細結晶粒の形態（粒径と粒形）と結晶

方位を精緻に制御することで破壊を制御したものであり、今後の強靱特性向上を実現できる構造用金属材料および部材の新たな方向性を示すと考えられる。

4. 結び

1800MPa 級の中炭素低合金鋼を対象に、500°Cでの溝ロール圧延によって、強い α ファイバー集合組織を持ち、かつ結晶粒の短軸長さ0.3 μm の超微細繊維状結晶粒組織を有する14 mm角 \times 1 m長さの棒鋼(TF材)を創成し、引張り試験、3点曲げ試験、そして組織観察を通じて、初期ノッチ底からのき裂伝播挙動と組織の関係について検討を行った。その結果、以下のような成果が得られた。主な結果を以下に示す。

- (1) 最大荷重 P_{max} で直ちに脆性的に破断する既存鋼(QT材)と異なり、TF材では押し込み量 u の増加と共に荷重 P_1 で小さなload dropが生じ、その後、多数の小さなload dropを伴いながら荷重 P が増加あるいは低下する特異な $P-u$ 関係を示す。この傾向は、-196 \sim 100°Cの範囲で観察されたが、23°Cでより顕著となった。また、最初に荷重が低下する P_1 は温度の減少とともに低下した。TF材は超高強度であっても脆性的に破断しない機能を有することを確認した。
- (2) 微小き裂はLDと直角(cracks \perp LD)あるいは $\pm 45^\circ$ の角度(cracks $\angle 45^\circ$ LD)を有し、その後ジグザグに長手方向に進展する層状破壊挙動を示した。ジグザグき裂は、押し込み荷重方向LDと平行な面(step)における微細ディンプルと垂直な面(terrace)における擬へき開で構成される。試験温度が-100°C以下では、step/terraceのジグザグき裂は同様に観察されたが、cracks $\angle 45^\circ$ LDの微視き裂が主き裂に成長することで試験片は二つに破断した。

- (3) 複数の微小き裂が発生、連結しても、微細粒組織によって十分な延性が担保されていれば、複数のき裂の発生はむしろ個々のき裂端の応力を低下させるので、ノッチ底における応力集中を分散させる応力遮蔽効果によって材料の抵抗は大きくなる。微小き裂の連結を抑制する(すなわち、破壊抵抗を高める)ためにも、微小き裂発生場所となる弱い面の空間分布だけでなく、微細粒組織で延性破壊を助長してき裂の進展を抑制することが強靱化にとって重要となる。

謝 辞

本研究の実施にあたり、(公財)天田財団より研究助成を頂きました。ここに感謝致します。

参考文献

- 1) Y. Kimura, T. Inoue, F. Yin and K. Tsuzaki : Science, **320** (2008), 1057.
- 2) M.A. Meyers, P.Y.Chen, A.Y.Lin and Y. Seki : Progress Mater. Sci. **53** (2008), 1
- 3) H. Kakisawa and T. Sumitomo : Sci. Technol. Adv. Mater., **12** (2001), 064710
- 4) 井上忠信・木村勇次・ : 日本機械学会論文集, **81-830**(2015), 15-00281(13p)
- 5) T. Inoue, F. Yin and Y. Kimura, Mater. Sci. Eng. A, **466** (2007), pp.114-122.
- 6) T. Inoue, Y. Kimura and S. Ochiai : Sci. & Technol. Advanced Mater., **13-3** (2012), p. 035005.
- 7) 日本材料学会編, 材料強度学 (1997), p.65, 日本材料学会.
- 8) 西川雅章, 岡部朋永, 武田展雄: 日本機械学会論文集, **75-751** (2009), pp. 287-295