

2軸温間圧延プロセスによる鉄鋼材料の超強靱化

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

(2019年度 一般研究開発助成 AF-2019009-B2)

キーワード：鉄鋼材料，集合組織，組織微細化，シャルピー衝撃試験，材料強靱化，温間圧延

1. 研究の目的と背景

構造用金属材料は高強度化することで脆化するため，“強靱化”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。しかし，従来型の合金化および熱処理主体の材料設計手法（合金添加，不純物除去，均一組織設計）には限界が見え（図1参照），これを打破するアイデアも希薄な状態である。

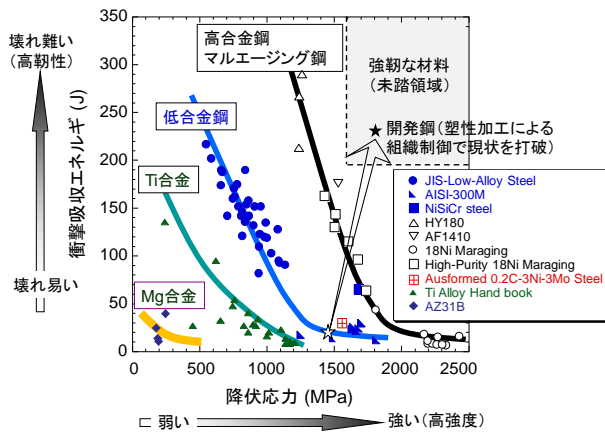


図1 構造用金属材料の強度—衝撃靱性バランス。ここで，縦軸はフルサイズの 2mmV ノッチ試験片でのシャルピー衝撃吸収エネルギーを示す。

我々は，この限界を打開するため，棒鋼の製造技術として一般的な加工プロセスである溝ロール圧延を温間域で実施することによって，短軸径 300 ナノの超微細繊維状組織を有する低合金鋼を開発し，強度—靱性バランスを飛躍的に高めることに成功¹⁾した（図1の開発鋼に相当）。しかし，世界中で実に 25 年以上実施されている微細粒研究において，溝ロール圧延以外で，微細粒のバルク体（10mm 角×55mm 長さのフルシャルピー試験片が採取できるサイズ）を創成する塑性加工プロセスが提案されていない。そこで，材料内部に効果的にひずみを導入できる図2に示した2軸温間圧延（WBR: warm bi-axial rolling）プロセスを提案²⁾し，さらなる強靱化（=超強靱化）を目指し，塑性加工による材料の特性限界を見極めることに挑戦した。予備検討として，WBR プロセスの3次元有限要素解析（FEM）を行い，材料内部に効果的にひずみが導入することを確認した（図3参照）。また，同じ公称減面率の場合，WBR プロセスは，溝ロール圧延などの一般的な棒創成プロセスに比べ，材料内部

に効率的にひずみが蓄積し，かつ材料中央付近は2方向単純圧縮モードでひずみが蓄積する³⁾。このような変形モードは一般的な棒創成プロセスでは課すことができないため，従来にない集合組織を発達させることが期待できる。

ここでは，低炭素鋼を対象に，WBR プロセスによる材料創成，特性評価（引張試験・シャルピー衝撃試験），そして組織・破面解析を通じて，初期ノッチ底からのき裂伝播挙動と組織の関係および強靱化の方向性について検討を行った。

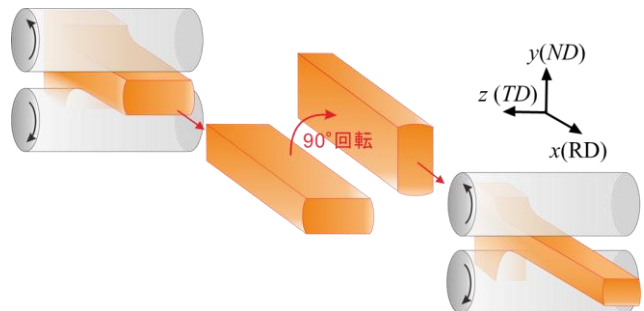


図2 2軸温間圧延プロセスの模式図

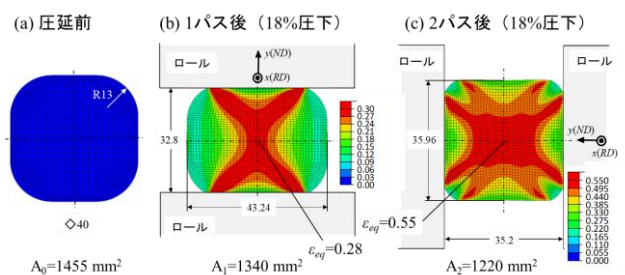


図3 2軸温間圧延プロセスの有限要素解析の予備検討結果。(a)圧延前の材料断面。(b)1パス後および(c)2パス後の相当ひずみ ϵ_{eq} の分布と断面形状。ここで， A_0 ， A_1 ， A_2 は材料の断面積を示す。

2. 実験条件と数値解析条件

2.1 2軸温間圧延プロセスにおける材料創製

供試材として，0.15C-0.3Si-1.5Mn (mass%) の真空溶解鋼を準備した。まず，溶製したインゴットに熱間鍛造および熱間溝ロール圧延を施し，40 mm 角まで加工後，空冷した。それを，110 mm 長さで切断し，900 °Cのオーステナイト域で 1 h 保持後水冷した。水冷材の組織はマルテンサイト (M) とベイナイト (B) によって形成されて

いた。素材を A_{e1} 以下の 550°C に加熱して 1 h 保持後、直径 300 mm のワークロールを有する圧延機によって圧延を実施した。WBR プロセスでは、棒断面が小さくなるにつれ圧延中における素材の倒れが起りやすくなるため、圧延機の入出側に倒れ防止のガイドを設置した。

WBR プロセスの模式図を図 2 に示す。まず、40mm 角の棒鋼を圧延後、 90° 回転させ、再び圧延を行う。すなわち、圧下方向は材料を回転させることで 1 パス毎に変化させた。これを 1 セットとし、所望の断面径まで繰り返した。材料の断面は、圧下するたびに計測された。公称減面率は、1 セット当たり 15~18% であり、12 セット（計 24 パス）行うことで、13 mm 角の棒鋼を創成した。なお、具体的な圧下率は事前に FEM で決定し、圧延実験を実施した。今後、この材料を WBR と呼ぶ。WBR のビッカース硬さは、 $HV1=277\pm 7$ だった。比較材として、40 mm 角の棒鋼を熱間溝ロール圧延で 14 mm 角まで減面後、 900°C で 1 h 保持後空冷したものを 015C とした。015C は $HV1=146\pm 4$ だった。また、広範囲な強度レベルでの特性の変化を検討するため、炭素量を変えた 0.29C-0.3Si-1.5Mn および 1.03C-0.3Si-1.5Mn の真空溶解鋼も準備した。両素材を熱間溝ロール圧延で 14 mm 角まで減面後、 900°C で 1 h 保持後油焼入れし、 550°C で 1 h 焼戻し処理した。0.29C 鋼の硬さ $HV1=257\pm 6$ 、1.03C 鋼の硬さ $HV1=358\pm 7$ であり、これらを 029C および 103C とした。試料座標系は、図 2 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、それと直角の方向を TD とした。

2・2 組織と機械的特性

引張りおよびシャルピー衝撃試験片は、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衝撃方向 (SD) の関係を図 4 に示す。引張り試験は、直径 6mm、平行部長さ 30mm の丸棒試験片 (JIS14A 試験片) について、0.85 mm/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。シャルピー衝撃試験は、10mm 角 \times 55mm 長さのフルサイズの 2mm-V ノッチ試験片を対象に、秤量 500 J の衝撃試験機で実施した。なお、WBR の異方性を見るために、SD が ND と平行 (SD//ND) および TD に平行 (SD//TD) の 2 条件で試験を実施した。試験後の外観やマクロ破面は、デジタルマイクロスコープ (KEYENCE VHX-900) 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 SD 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後方散乱回折 (EBSD) による結晶方位測定を行った。WBR については、FEM において断面上の 1/2t, 1/4t, そして表面近傍でひずみの履歴 (加工モード) が異なることがわかっているため、各場所における SEM 組織観察と結晶方位測定を実施した。

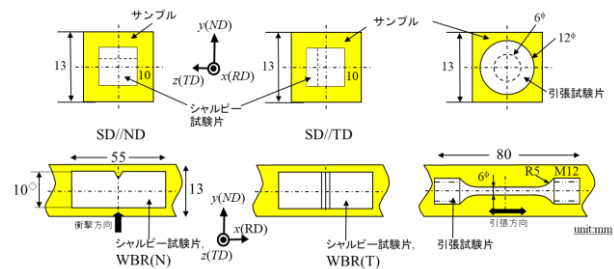


図 4 2 軸温間圧延後の棒鋼から採取された引張試験片と V ノッチフルシャルピー衝撃試験片

3. 結果と考察

3・1 組織

図 5 は各 sample 中心近傍における L 断面の SEM 組織である。015C は、典型的なフェライト (α) /パーライト (P) 組織であり、WBR は微細なセメンタイトが分散した超微細繊維状 α 結晶粒組織、そして 029C および 103C は典型的な焼入れ焼戻し M 組織によって形成されていた。EBSP による組織解析の結果、015C の α 粒径は $18\ \mu\text{m}$ 、WBR 材の短軸 α 粒径は $1.2\ \mu\text{m}$ 、ラス M のブロック幅は、029C では約 $1.4\ \mu\text{m}$ (旧オーステナイト (γ) 粒径は 20~ $30\ \mu\text{m}$)、103C では $0.99\ \mu\text{m}$ (旧 γ 粒径は 7~ $8\ \mu\text{m}$) だった。また、029C、103C において残留 γ は検出されなかった。

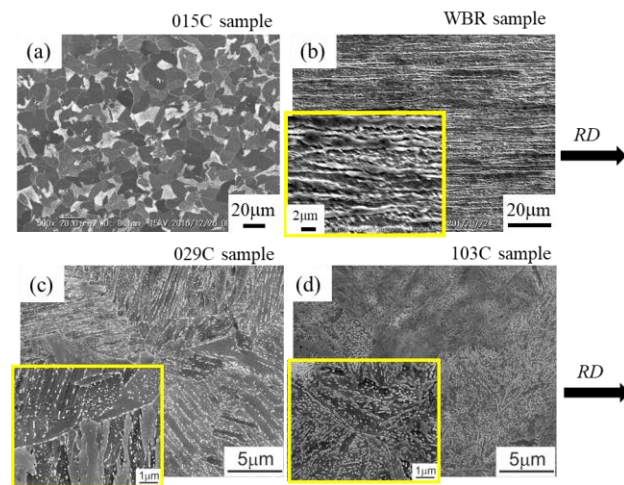


図 5 各 sample の SEM 組織

図 6 は、WBR の 3 つの場所での EBSP マップ、図 7 はこれらのマップに相当する(100)極点図を示す。WBR は、RD に伸張した超微細な繊維状の α 粒組織を有し、温間域での加工プロセスに依存した強い集合組織を伴った。断面中央部 1/2t 近傍では、通常の圧延では発達しない $\{001\}\langle 100\rangle$ -Cube 方位によって支配され、サブ方位として圧延集合組織の一つである $\{111\}\langle 110\rangle$ 方位が発達した。主方位は、1/4t で $\{111\}\langle 110\rangle$ から表面近傍で α ファイバー集合組織 (RD// $\langle 110\rangle$) に変化した。Cube 方位の割合は、1/2t で 26.3%、1/4t で 9.2%、そして表面で 0.5% に変化した。

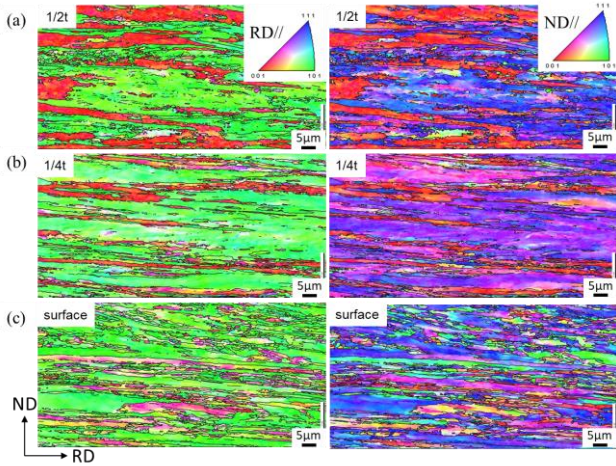


図6 WBRの(a) 1/2t, (b) 1/4t, (c) 表面近傍でのRDに平行な断面におけるRDおよびNDに沿った方位マップ

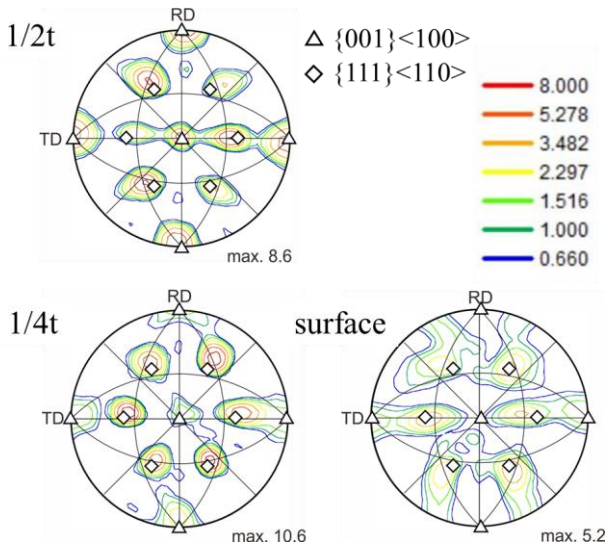


図7 WBRの各場所での(001)極点図

3・2 引張り特性とシャルピー衝撃特性

図8は、各材料の降伏応力 σ_{ys} と絞り RA の温度依存性を示す。全ての sample に共通していることは、 σ_{ys} は温度の低下とともに直線的に増加し、 -100°C 以下でより増加する傾向を持つ。一方、延性の指標である RA は -100°C 以下で大きく減少した。特に、103C の低下は著しく、 -196°C の RA はほとんどゼロ、すなわち脆性破壊した。WBR 材の強度や延性は、比較材の 029C と 103C の間に位置づけられている。すなわち、超微細繊維状組織にしたことによって、同炭素量の既存鋼よりも強度は 2 倍以上となり、かつ 2 倍の炭素量の焼入れ焼戻し M 組織よりも強延性は高くなる。

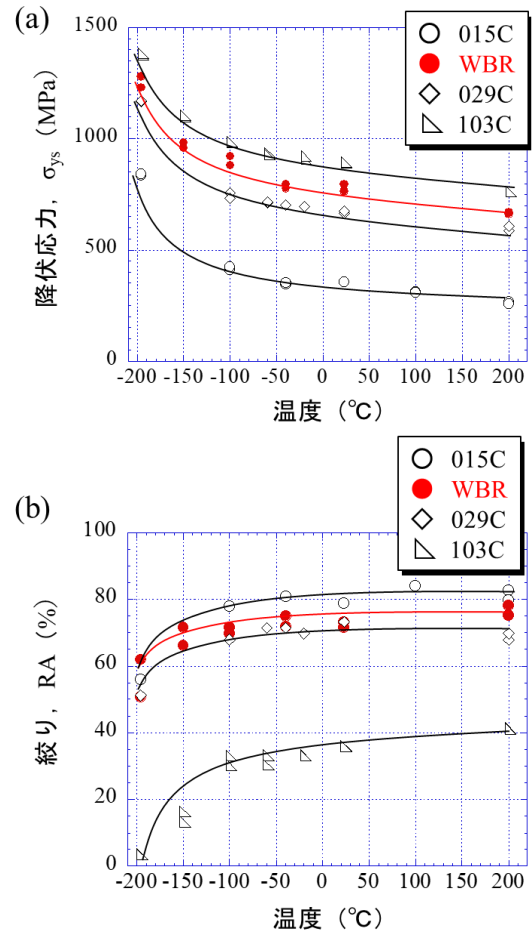


図8 引張り試験結果の温度依存性

シャルピー衝撃試験の結果は図9に示される。比較材は、温度の低下とともに vE が低下する典型的なエネルギー遷移曲線を示す。上部棚エネルギー vE_{up} (ここでは、 200°C での vE) の半分の値に相当するエネルギー遷移温度 vT_E は、015C では -50°C 、029C では -80°C であり、焼入れ焼戻し M 組織が強靱性に優れていることが示唆される。ただし、029 の vE_{up} は 200 J 以下 (破面は微細 dimple) であり、高強度化された WBR より 50 J 以上も低い。炭素量の高い 103C の vE_{up} は僅か 25 J で、塑性変形をともなわずに破壊する。そして、 vT_E は室温以上であり、合金化によって基地組織を強化していない高炭素鋼は炭化物を起点とした破壊を助長することで非常に脆いことがわかる。WBR において、 vE は 200°C から室温に向けて大きくなり、 -40°C から低下し始める特異なエネルギー曲線を示す。 vE_{up} に関して、前述の定義に従うと、 vT_E は WBR(N)で -180°C 、WBR(T)で -150°C だった。両 sample は、図10に示したように、低温域で組織因子 (粒径と集合組織) に付随した層状破壊を引き起こし、き裂の分岐は、 $-120\sim-196^{\circ}\text{C}$ の vT_E の領域 (図中の矢印の領域) で顕著に観察された。

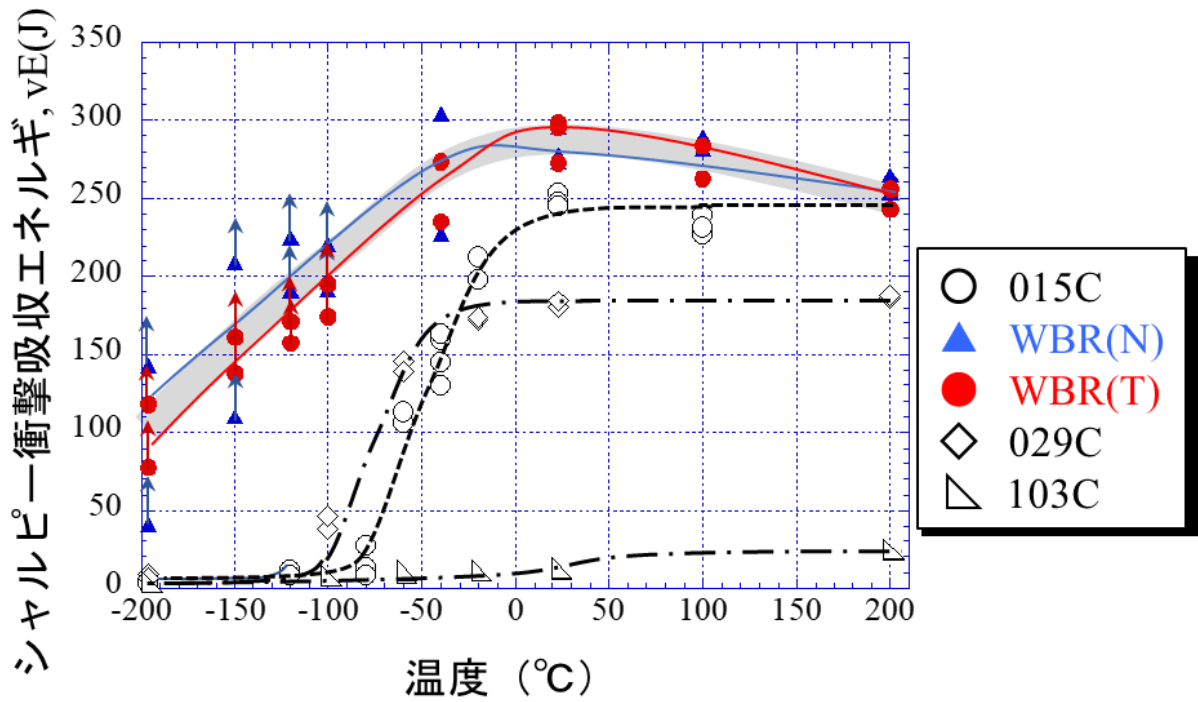


図9 シャルピー衝撃試験結果. ここで図中の↑は層状破壊によって試験片が2つに割れなかったものを示す.

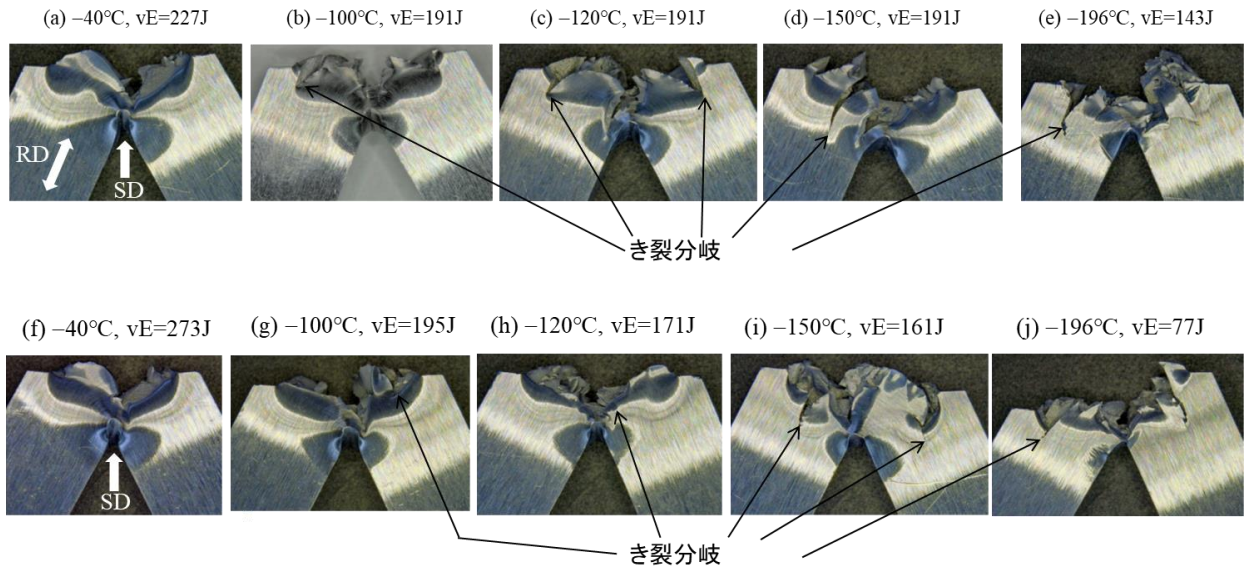


図10 -40°Cから-196°Cの温度範囲での(a-e)WBR(N)と(f-j)WBR(T)試験片のシャルピー試験後の試験片の外観

図 1 1 は、 -196°C で各 2 回実施された WBR(N) と WBR(T) の各試験片の層状破壊した面を拡大したものである。き裂の発生と分岐の度合いによって、壊れ方は異なり、主き裂が長手方向に大きく分岐すると、 vE は小さくなっているのがわかる。一つの方向にき裂が主となって分岐するよりも、微視き裂が多発的に発生し、それらが連結し、微細なジグザグで主き裂が進む方が、層状破壊による高エネルギー化の理想の壊れ方と言える。

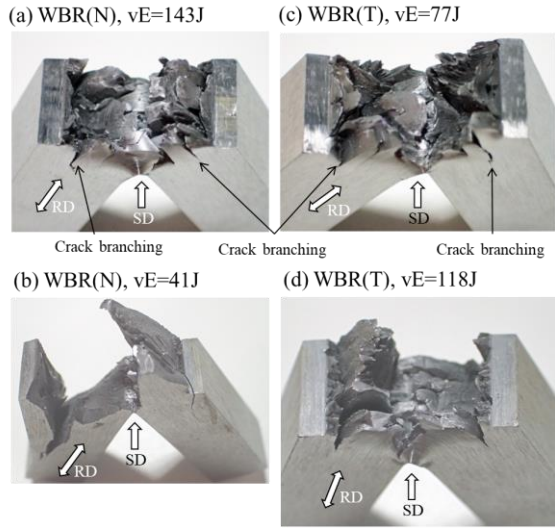


図 1 1 各 sample で 2 回実施された -196°C でのシャルピー試験後の層状破壊面の拡大図

3・3 強硬化の方向性

図 1 2 に、 σ_{ys} と vE の相関関係を示す。ここで、これまで微細粒鋼の研究で報告された 500°C および 600°C での温間板圧延 (1 方向圧下 UnR, 2 方向圧下 BiR) や市販の 12 mm 熱延鋼板 (α/P 組織) そして JIS 機械構造用鋼の室温データもあわせてプロットした。なお、図中の破線は $\sigma_{ys} \times vE$ (MPa J) の関係を示す。

全ての sample に共通していることは、 vE は最初は強度が高くなるにつれ大きくなり、 vE に相当する強度で一気に低下する傾向を持つ。始めの大きくなる現象は、 100°C 以上での延性破壊主体の強度では、ひずみ主体の変形で vE を高くすることはできず、その値は vE_{UP} より小さくなる。その後、室温域で強度が高くなってくると、ノッチ底での応力とひずみのバランスがよく、延性破壊に要するエネルギーを効果的に吸収するため、 vE_{UP} の高エネルギーを発現、維持する。低温化が進むと、ノッチ底における最大主応力が脆性破壊応力に近づくことで、材料が脆性破壊に遷移する温度域での強度で vE は大きく低下する。一般に、 σ_{ys} は結晶粒の $-1/2$ 乗に従って大きくなるが、同様に脆性破壊応力 σ_F も大きくなる。ただし、その度合い (すなわち、 $\sigma_{ys}-d^{-1/2}$ 線図における傾き) は σ_F の方が圧倒的に大きい。我々の研究では、 σ_F の $d^{-1/2}$ にかかる係数は、 σ_{ys} の係数の 10 倍以上高いことがわかっている⁴⁾。これは、結晶粒径が微細になるほど vE が改善 (低下) することを意味する。しかし、単なる結晶粒微細化では vE そのものを大きく向上させることはできないため、

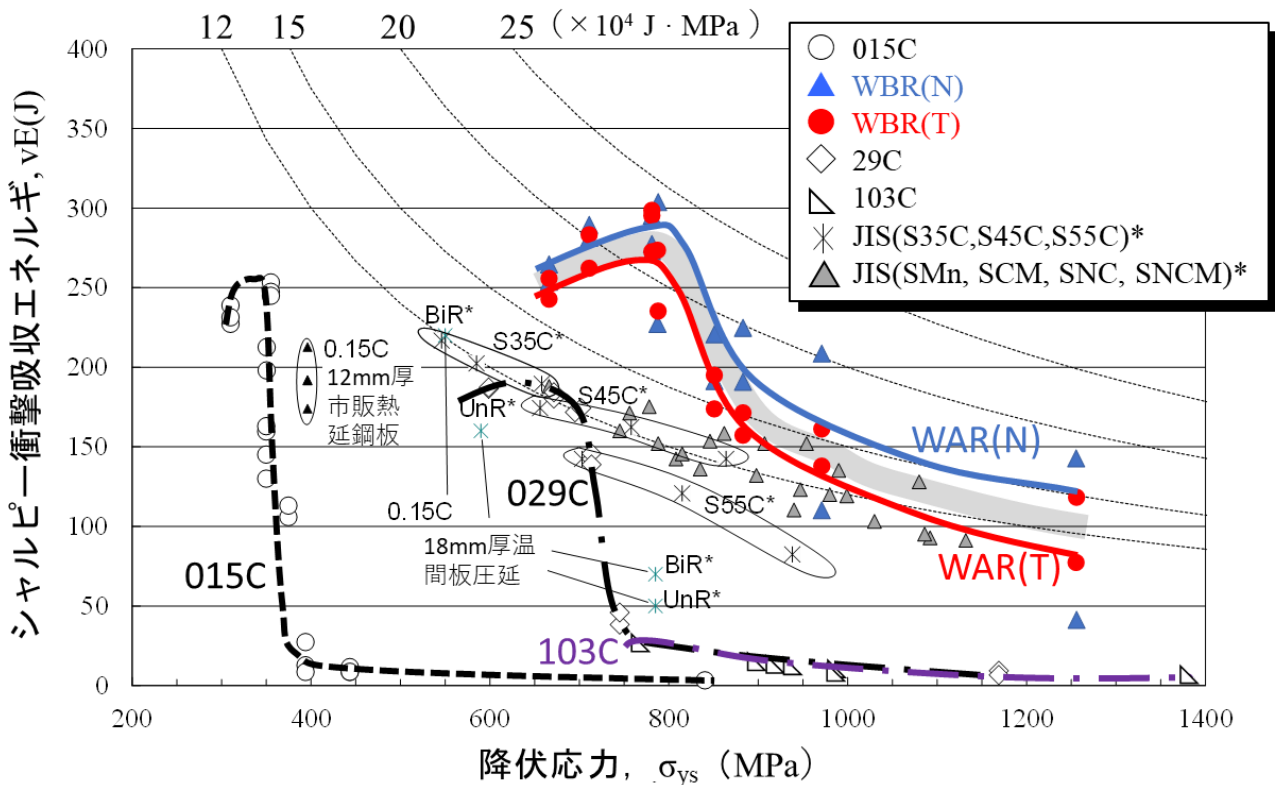


図 1 2 シャルピー吸収エネルギーと降伏応力の相関性。ここで、※はこれまで報告された微細粒鋼の結果を示す。

強靱化が発現できるとは言えない。そこで、WBR のような壊れにくい組織構造によって、 vE を向上させるアイデアが必要となる。また、温間平圧延プロセスによって α の短軸粒径が 0.6, 1.0, 1.2 μm まで超微細繊維状化された UnR, BiR の強靱性の低下は、集合組織に付随したセパレーション⁵⁾によるものである。すなわち、靱性向上には集合組織を理解し、精緻なプロセスで制御することが必要である。図 1 2 からわかるように、既存鋼のデータは $\sigma_{ys}-vE$ 関係上の $15 \times 10^4 \text{ MPa J}$ 以下に位置付けられる。それ以上にプロットされているのは、シャルピー試験で層状破壊が起きた温度以上での WBR(N)と WBR(T)だけである。

以上から、従来鋼の限界を打破する強靱化を考える場合、微視組織の異方性を活かした設計が考えられる。結晶粒の単なる微細化だけでは、複数の特性を同時に向上させることは難しく、結晶粒の形態（粒径と粒形）と結晶方位を同時に制御し、脆性破壊となる弱い面（へき開面、粒界、硬質第 2 相とマトリックスの界面、硬質第 2 相）の空間分布を設計することが強靱化の方向の一つである。

4. 結び

材料の超強靱化の実現に向けて、2 軸温間圧延プロセスを提案し、短軸粒径 1.2 μm の微細繊維状結晶粒組織を有する 800MPa 級の低炭素鋼を創成した。開発材の断面中央付近では、従来の圧延集合組織には見られない Cube 方位が発達した。Cube 方位は、表面に近づくにつれ消失し、 α ファイバーが主方位となった。

これまでの組織設計は、結晶粒の細粒化、P, S などの粒界脆化元素の低減、B などの粒界強化元素や Nb などのマトリックス強化元素の活用などで脆性破壊応力を増加

させ、延性的な破壊を主体とさせることで材料の強靱化が図られてきた。そして、過酷な使用環境によって材料の靱性が確保できない場合は構造設計でカバーしてきた。一方、本設計思想は、塑性加工プロセスによる結晶粒微細化技術によって、微視組織の異方性を活かし、降伏応力に異方性を持たせ、特定の方向の脆性破壊応力を極端に大きくすることで、素材そのものの強靱化を図るものである。たとえ材料内部に微視き裂が発生しても、材料自体は直ちに壊れず、むしろその後の多数の微細き裂の発生とき裂の分岐によって、主き裂端近傍の応力を緩和する。すなわち、力を分散させた応力遮蔽効果によって、破壊駆動力を低下させ、材料全体で力を受けとめる組織設計である。このような組織設計によって、材料の破壊の仕方を制御することで、材料の強靱バランスを飛躍的に大きくできることを示した。このような組織を効果的・効率的に創成するプロセスとして、2 軸温間圧延を提案し、その有効性を実証した。

謝 辞

本研究の実施にあたり、公益財団法人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) T. Inoue, R. Ueji: Mater. Sci. Eng. A 786 (2020) 139415.
- 3) T. Inoue, R. Ueji: Finite elements Analysis and Design 183-184 (2021) 103491.
- 4) T. Inoue, H. Qiu, R. Ueji, Y. Kimura: Materials 14 (2021) 1634.
- 5) 三村宏・町田進：基礎材料強度学, (2005), 122, 培風館