............

ナノ析出を利用した鉄鋼材料の 高強度化と高延性化

紙川尚也^{*}」 宮本吾郎^{*}」 古原 忠^{*}

1. はじめに

最近の研究

金属材料の高強度化と高延性化の両立は、構造用金属材料 の材料開発において常に求められる命題の一つである. 金属 材料の塑性変形は、原子の拡散が顕著に生じる高温域での変 形でない限り、主として転位のすべり運動により支配される ため、転位運動の障害物を微細組織中に導入することにより 金属材料の力学特性を変化させることができる.転位運動の 障害となる格子欠陥としては、すべり面上に存在する林立転 位,固溶原子,析出物,分散粒子,結晶粒界,異相界面など がある.実用金属材料では、これらの格子欠陥の存在状態を 精密に制御することにより、材料の力学特性の制御が図られ ている.特に,鉄鋼材料は他の金属種とは異なり,フェライ ト変態、パーライト変態、ベイナイト変態、マルテンサイト 変態という種々の相変態現象を加工熱処理により発現させる ことができるという特長を有している.実用鉄鋼材料では, この利点を最大限に活かして、合金設計と塑性加工、相変 態・析出、回復・再結晶を組み合わせることによって、多種 多様な材料組織の精緻な制御が行われている.

その中でも,鉄鋼材料の組織中に直径数ナノメートルの微 細な合金炭化物を析出させて材料特性を改善する手法,いわ ゆる,ナノ析出の利用が近年特に注目を浴びている.著者ら の研究グループでは,ナノ析出による鉄鋼材料の高強度化お よび高延性化とその機構解明を目的として現在研究を行って いる.本稿では,鉄鋼材料におけるナノ析出の利用の利点に ついて簡単に説明した後に,ナノ析出組織を有する鋼の力学 特性に関する研究成果を紹介していく.

2. 鉄鋼材料におけるナノ析出の利用

金属組織中に分散した析出粒子により達成される析出強化 量は,析出物内部の摩擦応力,整合ひずみ場,剛性率効果, 粒子切断によって形成される界面エネルギー,規則構造を持 つ粒子による規則硬化,積層欠陥エネルギーなどの種々の因 子の影響を受ける⁽¹⁾⁽²⁾.例えば,析出物内部の摩擦応力によ る変形抵抗を考えた場合,運動転位が析出粒子を通過するた めに必要な臨界分解せん断応力は,析出粒子の体積率の1/2 乗に比例して増加し,また,析出粒子の体積率を一定とした 場合,析出物の半径の関数として図1に示すような特徴的な 傾向を示す⁽²⁾⁽³⁾.析出物の半径が小さい場合,運動転位は析 出粒子を切断しながら通過することができる(図2(a)).こ のとき,析出物の半径の1/2乗に比例して強度は増加す る.析出物の半径が大きくなると,臨界分解せん断応力が最 大値を示した後に,析出物の半径に反比例して低下していく



図1 析出強化量と析出粒子半径との関係を示す模式図.

* 東北大学金属材料研究所 1)助教 2)准教授 3)教授(〒980-8577 仙台市青葉区片平 2-1-1) Improvement of Strength and Ductility of Steels Using Nano-precipitation; Naoya Kamikawa, Goro Miyamoto and Tadashi Furuhara (Institute for Materials Research, Tohoku University, Sendai) Keywords: *nano-precipitation, alloy carbide, interphase precipitation, strength, ductility, work hardening* 2014年9月4日受理[doi:10.2320/materia.54.3]



図2 析出粒子と運動転位との荘度作用を表す模式
図. (a) 切断機構, (b) バイパス機構.

領域を示す(図1). この領域では、析出物の抵抗力が大きく なり,運動転位は析出粒子を切断することができずに粒子を 迂回し, 粒子の周りに転位ループを残しながら通過していく (図2(b)). これは、オロワンのバイパス機構⁽¹⁾⁽⁴⁾⁽⁵⁾、また は単に、オロワン機構と呼ばれている. 析出強化による強化 量を増加させるためには, 析出粒子の体積率を増加させる か,あるいは図1で示すようにバイパス機構が働く粒子範 囲内で粒子径をできるだけ微細化する必要がある. しかしな がら、析出粒子の体積率を増加させるためには、より多くの 合金元素を添加する必要があり、これは希少合金元素の使用 量を低減し,製造コストを削減したいという昨今の社会的要 請とは相反するものであり、実用的な観点からはできるだけ 避けるべきである.したがって、最小限の合金元素添加で最 大限の析出強化を実現するために、析出粒子の直径をナノメ ートルオーダーの極限まで微細化していくことが望まれる. これが、ナノ析出を利用した鉄鋼材料製造プロセスが工業的 に近年注目されている大きな理由の一つである.

鉄鋼材料においては、Ti, V, Nb, Mo などの炭化物形成能 の高い合金元素を含む炭素鋼を用いて、合金炭化物のナノ析 出を利用した材料の高強度化が可能である. 合金炭化物のナ ノ析出組織を得る方法は大きく分けて2つある.一つは, 炭素と合金元素が過飽和に固溶した焼入れマルテンサイト組 織またはベイナイト組織に対して焼戻し時効を施すことによ ってナノサイズの合金炭化物を析出させる方法であ る⁽⁶⁾⁻⁽¹⁰⁾. もう一つは、合金炭化物の相界面析出⁽¹¹⁾⁻⁽¹⁴⁾を利 用する方法である. 相界面析出とは, 高温で保持されたオー ステナイトからの冷却過程で生じるフェライト変態中にオー ステナイト・フェライトの相界面上で合金炭化物の析出が起 こる現象のことである.図3に相界面析出組織の一例を示し ている¹⁵⁾. これは, 0.1 mass%C と 0.3 mass%V を含む鋼を 用いて、オーステナイト化後の冷却過程で生じたフェライト 組織中の析出組織である. 直径数ナノメートルの VC 炭化物 が周期的な点列状の分布を示すという、相界面析出により得 られる典型的なシート状析出組織が観察される. 相界面析出 を利用すると、オーステナイト域からの冷却過程で直接ナノ



図3 V 添加鋼に形成された VC 炭化物の相界面析出組織.

析出組織をフェライト母相中に分散させることができるた め、マルテンサイトの焼戻しのような調質熱処理を必要とし ない非調質高強度鋼の製造プロセスとして実用的にも非常に 重要な組織制御法である.相界面析出を利用した高強度鋼の 製造手法は、実際に一部の合金において既に実用化されてい る. 例えば,フェライト・パーライト組織を有するV添加 中炭素鋼(16)(17)は、コネクティングロッドやクランクシャフ トなどの自動車の足回り部材用高強度鋼として実用利用され ている.これは、フェライト・パーライト組織のフェライト 部にナノ VC 炭化物の相界面析出組織を分散させ、材料の高 強度化を図ったものである.一方で、ナノサイズの(Ti, Mo)C炭化物が均一分散したフェライト単一組織を有する低 炭素鋼も開発されている. この材料は、非常に高い強度を示 すと同時に、優れた加工性を兼ね備えた特性を示すことが知 られており、特に非常に優れた局部変形能を示すという点が 最大の特長である⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾.局部変形能の高い材料は、プレス 成形時において重要な特性となる伸びフランジ性が優れてい るため、複雑な形状を持った自動車用部品の素材として適し ており、実際に、高強度・高延性を両立したプレス成形用自 動車用薄鋼板として広く使用されている

このように、相界面析出によるナノ析出組織の創製は、高 強度高延性鋼の製造プロセスとして大変魅力的な手段であ り、相界面析出を利用した高強度・高延性鋼の製造技術を確 立していくことが今後望まれる.そのためには、相界面析出 組織と機械的性質の関係を系統的に明らかにしていく必要が ある.ナノ析出組織を有する鋼における組織と力学特性の関 係についての理解は徐々に進みつつあるものの⁽²⁰⁾⁻⁽²⁶⁾、未 だ不明な点が数多く残されているというのが現状である.

我々の研究グループでは、相界面析出組織を有する鋼の力 学特性の発現機構を解明することを目的として研究を行って いる.これまで主に、Tiを添加した低炭素鋼⁽²⁷⁾⁽²⁸⁾、および Vを添加した低炭素鋼⁽¹⁵⁾を用いて研究を行ってきた、本稿 では、その研究成果を紹介し、現状の理解について述べる.

3. ナノ析出組織を有するフェライト鋼の力学特性

図4に相界面析出組織を有するフェライト単相鋼の公称応

力・公称ひずみ曲線を示す.図4(a)(b)はTi添加鋼⁽²⁷⁾⁽²⁸⁾ およびV添加鋼⁽¹⁵⁾の結果であり,それぞれフェライト中に TiC炭化物またはVC炭化物の析出組織が形成されている. 図には種々の炭化物直径を有する試料の応力ひずみ曲線を比 較している.なお,相界面析出により形成された合金炭化物 の直径は,相界面析出後のフェライト域での保持時間を種々 変化させ,炭化物を粗大化させることによって制御してい る.このとき,合金炭化物の粒子径は過時効状態での長時間 保持により変化させていることから,析出粒子の体積率が一 定のもとで粒子径を変化させていると考えることができる.

熱力学計算により求められた各試料における合金炭化物の体 積率は,Ti添加鋼では0.35%,V添加鋼では0.47%であ る.また,両鋼ともに,保持時間の増加に伴うフェライト粒 径の変化,フェライト中の転位密度の変化は比較的小さいた め⁽¹⁵⁾⁽²⁷⁾⁽²⁸⁾,図4に示す応力ひずみ曲線の違いは,主にフ ェライト中に分散した合金炭化物の粒子径の影響によるもの と考えることができる.

Ti 添加鋼の応力ひずみ曲線(図4(a))を見てみると,TiC 炭化物の直径が小さいほど材料の降伏応力が高くなってい る.降伏変形後,緩やかな加工硬化を示しており,いずれの 場合も約10%程度の均一伸びを示す.その後,10%程度の 比較的大きな局部伸びを示して破断に至る.いずれの試料 も,約20%という大きな全伸びを示している.ここで強調 すべきことは,微細炭化物を有する材料は,非常に高い強度



 図4 合金炭化物の分散を伴うフェライト単相組織を 有する Ti 添加鋼(a)および V 添加鋼(b)の公称応 力・公称ひずみ曲線.

を示すと同時に,比較的大きな延性を維持するという特長を 有していることである.この傾向は,V添加鋼においても 同様に見ることができる(図4(b)).すなわち,炭化物直径 が細かいほど強度が高く,かつ優れた伸びを兼ね備えた特性 を有している.

図5には、図4で示したTi添加鋼およびV添加鋼の各試料における引張強さに対する降伏応力(0.2%耐力)の比(降伏比)を炭化物直径に対してプロットしている.炭化物直径が小さいほど緩やかに上昇している傾向が見られるものの、いずれの試料においても、降伏比は0.7~0.8程度の範囲の高い値に分布している.これは、ナノ析出物が分散したフェライト鋼における降伏後の加工硬化量が比較的小さいということを意味している.

以上の結果から、ナノ析出組織を有するフェライト単相鋼 の応力ひずみ曲線の特長をまとめると以下のようになる.

(1) 降伏応力が非常に高いのに対して,降伏後の加工硬化 は比較的緩やかであり,結果的に材料の降伏比が高い.

(2) 析出物の粒子径が微細になっても延性は大きく低下す ることなく,高い値を維持している.均一伸びが10%程 度,全伸びが20%程度の比較的大きな延性を示す.

析出物サイズの微細化により高強度化が達成されることは 容易に理解できるが、強度が高くなっても優れた延性が維持 されているという結果は極めて興味深い. 相界面析出鋼にお ける炭化物サイズの微細化は、高強度化に有効であるばかり ではなく、強度・延性バランスの改善に対しても効果的な手 段であると言うことができる.

次節以降では、上記に示したナノ析出鋼の力学特性の発現 機構を理解すべく、実験結果を交えながら強度と延性につい て議論を進めていく.

4. ナノ析出物の強化機構

2節で述べたように、母相中に硬質第二相が分散している



図 5 合金炭化物を有する Ti 添加鋼および V 添加鋼の 降伏比.

場合には、運動転位が析出物を切断しながら通過していくの か、転位が析出物を切断することなく迂回をして転位ループ を残しながら通過していくのかによって、強化への寄与が異 なる.ナノ析出を利用した析出強化の指導原理を確立するた めには、ナノ析出物の析出強化機構を理解することが極めて 重要である.本節では、ナノ析出物の強化機構について詳細 に議論していく.

3節で示した Ti 添加鋼および V 添加鋼の応力ひずみ曲線 を見ると、微細合金炭化物のサイズが細かいほど高い強度を 示すという傾向が見られている.この結果は、少なくとも実 験的に得られている炭化物直径が4nm 程度以上の析出物サ イズの範囲においては、オロワン型の析出強化機構が働いて いることを示唆するものである.これを検証するために、ナ ノ炭化物が分散した試料における引張試験中の転位組織を観 察している⁽²⁷⁾⁽²⁸⁾.図6には,TiC炭化物を分散させたフェ ライト鋼の引張試験時に形成された転位組織を透過電子顕微 鏡により観察したものを示している.図6(a)は平均 TiC 炭 化物直径が 5.5 nm の試料に対して公称ひずみ 1%の引張変 形を与えた試料であり、図6(b)は平均直径18nmの試料に 対して10%の引張変形を与えた試料である。炭化物サイズ が5.5 nmの試料の組織を見ると、転位が微細合金炭化物に ピン止めされ、大きく湾曲した形状を示している箇所が至る ところで観察できる.これは、ナノサイズの合金炭化物が転 位運動の障害物として働いていることを示唆するものであ る.一方,炭化物サイズが18nmの試料を見ると、多数の 転位ループが形成されていることがわかる.転位ループの直





図 6 Ti 添加鋼の引張試験後の転位組織. (a) TiC 直 径 5.5 nm, 1%引張ひずみ後, (b) TiC 直径 18 nm, 10%引張ひずみ後.

径は 10~30 nm 程度であり, TiC 炭化物の直径と同程度で ある. すなわち, ここに見られる転位ループは, 運動転位が TiC 炭化物を迂回しながら通過する際に形成されたオロワン 転位ループであると考えられる. すなわち, この写真は, ナ ノ炭化物がオロワンのバイパス機構により強化に寄与してい ることを証明する直接的な証拠である. TiC 炭化物の平均直 径が 5.5 nm の試料では, 透過電子顕微鏡の分解能の問題か ら, 明瞭な転位ループは確認できないが, 引張試験結果で示 したように, 析出物サイズが細かいほど強度が高くなるとい う傾向を示していることから, やはりバイパス機構による析 出強化が働いていると考えることが妥当であろう.

以下では、ナノ析出物による析出強化量について、より定 量的に議論していく.フェライト母相中にナノ炭化物が分散 した鋼の強度を理解するためには、ナノ炭化物による析出強 化のみならず、フェライト母相中に固溶している溶質原子に よる固溶強化、フェライト母相のすべり面上に存在する林立 転位による転位強化、フェライト結晶粒界による結晶粒微細 化強化を考慮する必要がある.そこで、それぞれの強化因子 による強化量を見積もり、材料の降伏応力の実験値と計算値 を比較してみる.降伏応力の理論式として2通りの考え方 を用いる.一つは、材料の降伏応力が各組織因子による強化 量の和で説明できると考える単純な線形加算則である.この 場合、材料の降伏応力は下記の式で与えられる.

 $\sigma_y = \sigma_0 + \sigma_{ss} + \sigma_{gb} + \sigma_{dis} + \sigma_{ppt}$ (MPa) (1) ここで、 σ_0 はフェライト単結晶の摩擦応力、 σ_{ss} は固溶強化 量、 σ_{gb} は結晶粒微細化による強化量、 σ_{dis} は転位強化量、 σ_{ppt} は析出強化量である。もう一方の降伏応力の理論式は、 障害物の種類の違いによって生じる運動転位との相互作用の 違いを考慮に入れて強化量の加算則を見積もるものであり、 特に、転位強化と析出強化の共存効果による強化を考える。 転位強化と析出強化が共存する場合の強化量は、両者の強化 量の二乗の和の平方根によって平均化された値として、次式 により表される^{(29) (30)}.

$$\sigma_{dis+ppt} = \sqrt{\sigma_{dis}^2 + \sigma_{ppt}^2}$$
 (MPa) (2)
すなわち,材料全体の強化量は,

 $\sigma_{y} = \sigma_{0} + \sigma_{ss} + \sigma_{gb} + \sqrt{\sigma_{dis}^{2} + \sigma_{ppt}^{2}}$ (MPa) (3) という非線形加算則として表される.式(1)および式(3) を用いて、両者の強度予測式の妥当性について議論してい く.なお、各強化因子による強化量は組織の特徴から見積も る. σ_{0} はおよび σ_{ss} は Pickering³¹⁾により提案されている経 験式、 σ_{gb} はフェライト鋼における Hall-Petch の式⁽²⁷⁾⁽²⁸⁾, σ_{dis} は Bailey-Hirsch の式⁽³²⁾を用いて計算する.なお、 σ_{ppt} については Ashby-Orowan の式^{(5),(33)}を用いて計算する.そ れぞれの強化量の計算方法の詳細については、文 献⁽¹⁵⁾⁽²⁷⁾⁽²⁸⁾に示しているので参考にしていただきたい.こ こでは、Ashby-Orowan の析出強化式のみを示す.

$$\sigma_{\rm ppt} = \frac{0.8MGb}{2\pi L \sqrt{1-\nu}} \ln\left(\frac{x}{2b}\right) \quad (\rm MPa) \tag{4}$$

ここで, Mは Taylor 因子, Gはフェライト母相の剛性率, bはバーガースベクトル(=0.248 nm), vはポアソン比 (=0.293), *L*は析出粒子の平均粒子間隔, *x*はすべり面上 の平均粒子直径である.なお, Taylor 因子 *M*の値には, ラ ンダムな結晶方位分布を有する bcc 金属におけるペンシル グライドを仮定して2.75を用いている.フェライト母相中に 球状の析出物がランダムに分布していると仮定すると, *L* と *x* はそれぞれ,以下の式で求めることができる⁽³⁴⁾.

$$\mathbf{L} = \sqrt{\frac{2}{3}} \left(\sqrt{\frac{\pi}{f}} - 2 \right) \cdot \mathbf{r} \quad (\mathbf{m}) \tag{5}$$

$$x = 2\sqrt{\frac{2}{3}} \cdot r \quad (m) \tag{6}$$

ここで, fは析出粒子の体積率, rは析出粒子の平均粒子半 径である.なお、図3で示したように、相界面析出により 形成されるナノ炭化物は3次元的にシート状の分布を示す ことが多い.仮に、シート上の析出粒子の分布が非常に密で あり,シート間隔に比べてシート面内の粒子間距離が極端に 小さい場合、強度への寄与としてシート間隔を考慮に入れる 必要があろう.しかしながら、相界面析出組織の透過電子顕 微鏡観察結果から,相界面析出のシート間隔とシート面内の 析出粒子の平均粒子間隔を見積もったところ、両者はほぼ同 程度であることがわかっている(15).したがって、少なくと も、本実験で得られた試料においては、析出粒子がランダム 分布をしていると仮定して求めた平均粒子間距離を使って析 出強化量を見積もることは妥当なものと考える.一方,フェ ライト中に析出する TiC や VC などの合金炭化物の析出粒 子形状は,完全な球状ではなく,フェライト母相と炭化物と の結晶方位関係に起因して板状の形態を示すことが一般的で ある. 析出強化量を見積もる場合には, 析出粒子形状の影響 を考慮に入れて補正をする必要があるが、本計算では簡単の ため, 析出粒子はすべて球状と仮定して計算を行っている.

以上の考え方に基づいて,各組織因子による強化量を計算 し,実験値と比較してみる.ここでは,3節にも示した相界 面析出により作製されたフェライト単相組織中にVC炭化物 が分散した試料と,ベイナイト変態後の時効析出によりベイ ナイト組織中にVC炭化物が分散した試料を取り扱うことに する⁽¹⁵⁾.VC炭化物が分散したベイナイト鋼の基地組織は 転位密度の高いラス状ベイニティックフェライトであるた め,転位強化と析出強化の寄与が共に高いという組織的特徴 を有していることから,両者の強化機構の共存効果を議論す るのに適した組織である.これらの結果を比較し,式(1) と式(3)の妥当性について議論する.なお,ここでは,強 度の計算結果のみを示すことにする.組織の詳細な情報につ いては文献(15)に示しているので参考にしていただきたい.

図7には、VC炭化物が分散したフェライト材およびベイ ナイト材において、各強化因子による強化量を式(1)を用 いて計算した値を色分けして示し、実験値と比較している。 図中には VC 炭化物の平均粒子直径も示している。フェライ ト材(図7(a))の降伏応力の実験値と計算値を比較すると、 実験値に比べて計算値が若干高い傾向を示しているものの、 両者は比較的良い一致を示している。一方、ベイナイト材 (図7(b))における強度の計算値は、実験値に比べて非常に 高い値を示している. すなわち, 式(1)を用いた線形加算 則では強度を過大評価してしまい、実際の強度をうまく説明 できないことがわかる.これに対して,式(3)を用いて, 強化量を見積もると図8のようになる.図8(b)に示したべ イナイト材では、計算値と実験値が比較的良く一致してお り、式(3)が妥当なものであることがわかる.一方、図8 (a)には,式(3)を用いて計算したフェライト材の結果を示 している.図7で示した式(1)による計算結果と比べて計 算値はやや低い値になっているものの、強度の絶対値として は比較的良く一致していると言える.これは,転位密度の低 いフェライト組織に VC 炭化物が分散した試料においては, 析出強化に比べて転位強化の寄与が非常に低いため、式 (1)と式(3)の計算結果に大きな違いが見られなかったも のと理解できる.材料の強化機構としての本質的な意味合い を考えると、組織の如何に関わらず、式(1)で示される線 形加算則を用いるのではなく、転位強化と析出強化の共存効 果を考慮に入れた式(3)の非線形加算則を用いることが妥 当であろう.

以上の結果から, 合金鋼において形成されるナノ炭化物 は、少なくとも平均直径が4nm 程度以上の粒子径範囲にお いては、Ashby-Orowanの式で表されるバイパス機構によ り析出強化を説明することができるものと考えられる.しか しながら、粒子直径がさらに微細になった場合の析出強化機 構については、未だ不明である.図1で模式的に示したよ うに, 析出物サイズが小さくなり, 運動転位が析出粒子を切 断するようになれば、粒子径の微細化に伴い強度が低下する という傾向が現れる可能性がある.一方,オロワン型のバイ パス機構が働いている場合でも、析出粒子がある臨界粒子径 以下になると析出粒子が細かくなるほど析出強化量が小さく なるという可能性もあり得る. 図9は, 式(2)のAshby-Orowan の析出強化式を用いて析出強化量を計算し、粒子直 径の関数としてプロットしたものである. 析出粒子の体積率 を0.2%から2.0%に変化させてプロットしている. 析出粒子 の体積率を種々変化させた場合、粒子体積率が高いほど析出 強化量が大きくなっていることは言うまでもないが、いずれ の場合も、粒子直径が1.5 nm 程度で最大値を示し、その 後、粒子径の微細化に伴い、析出強化量が減少していく傾向 が見られる.したがって、微細化に伴って析出強化量が低下 するからといって、それが必ずしも切断機構によるものであ るとは断定できないわけである.あるいは、別の機構とし て、析出粒子が非常に微細になれば、運動転位が交差すべ り、あるいは上昇運動により析出物を容易に回避して通過で きるようになり、実質的に障害物として寄与しなくなる結 果,析出強化量が微細粒子側で低下するという可能性も考え られる.やはり、ナノ炭化物による析出強化の極限を追求す るには,析出強化機構の粒子径依存性を析出粒子径 1~2 nm 以下の超微細領域まで拡張して調べ、強化機構を解明してい く必要がある⁽³⁵⁾⁻⁽³⁷⁾.そのための手段の一つとしては,透 過電子顕微鏡内において変形中の転位と析出粒子との相互作 用を直接観察することも必要になってくるであろう.いずれ



図7 VC炭化物が分散した鋼における降伏応力の計算 値と実験値の比較.式(1)で表される線形加算 則を仮定して算出している.(a)フェライト基地 組織,(b)ベイナイト基地組織.

にせよ、今後の研究の発展が期待されるところである.

5. ナノ析出物が延性に及ぼす影響

以上に述べたように、ナノ炭化物の強化機構に関する理解 はある程度進みつつある.その一方で、ナノ炭化物が延性に 及ぼす影響については、それほど多くの知見があるわけでは ない.ここでは、現状の理解について記述していく.

図4で示したように,ナノ炭化物が分散したフェライト 鋼は,炭化物サイズが小さいほど強度が高くなるが,それと 同時に高い延性を維持するという優れた力学特性を有する. 特に,その応力ひずみ曲線は,降伏後の加工硬化が比較的緩 やかで降伏比が大きく,さらに最大応力到達後の局部伸びが 比較的大きいという特徴を有している.材料の延性は,降伏 後に生じる加工硬化挙動と関連させて議論されることが多 い.そこで本節では,TiC分散鋼を例に取り上げて,ナノ析 出組織を有するフェライト鋼の加工硬化挙動と延性に及ぼす



図8 VC炭化物が分散した鋼における降伏応力の計算 値と実験値の比較.式(3)で表される非線形加 算則を仮定して算出している.(a)フェライト基 地組織,(b)ベイナイト基地組織.



図9 Ashby-Orowan の式を用いて見積もられる析出 強化量.析出粒子の体積率を0.2%から2.0%まで 変化させて強化量を計算している.

炭化物サイズの影響について議論していく.

金属材料に対して一軸引張試験を行うと、変形初期は比較 的均一に塑性変形が進行するが、以下の式(7)に示す塑性 不安定条件を満足した場合に、塑性変形は巨視的に不均一と なり、くびれ変形が開始して破断に至ることが知られている.

$$\sigma > \frac{d\sigma}{d\epsilon}$$
 (7)

ここで、 σ, ε はそれぞれ真応力、真ひずみであり、 $d\sigma/d\varepsilon$ は 加工硬化率である.図4(a)に示した応力ひずみ曲線より, 均一変形を仮定して体積一定条件により真応力・真ひずみ曲 線を求め、得られた真応力・真ひずみ曲線をひずみに対して 1次微分することにより加工硬化率を求めた.得られた結果 を図10に示している(27)(28). 図中には、比較材として、フェ ライト結晶粒径が54 µm で炭化物析出を伴わないフェライ ト単相組織を有する IF 鋼の結果も示している.加工硬化率 曲線を見ると、変形初期においては、TiC 合金炭化物を有す る試料は、炭化物分散のない IF 鋼に比べて、大きな加工硬 化率を示していることがわかる.また、炭化物サイズが細か いほど加工硬化率が高くなっている傾向も見られる.一方 で、変形後期においては、炭化物が分散した鋼の加工硬化率 は, IF 鋼に比べて低くなっていることがわかる. これは, ナノ析出分散鋼において変形後期に動的回復が顕著に生じて いることを示唆するものである.

ナノ析出分散鋼の加工硬化挙動を理解するために,引張変 形中に生じる転位組織を透過電子顕微鏡により観察してい る⁽²⁷⁾⁽²⁸⁾.図11には,炭化物平均直径 5.5 nm の TiC 分散鋼 および炭化物析出のない IF 鋼に対して,公称ひずみ 1%お よび5%までの引張塑性変形を施した試料の転位組織を示し ている.TiC炭化物が分散した試料では,わずか1%の引張 変形を与えただけにも関わらず,非常に均一に転位が分布し ていることが観察され,転位密度は既に非常に高くなってい る.さらに5%までの引張ひずみを加えると転位密度は上昇 するが,転位の分布は依然として均一である.一方で,炭化 物のないIF 鋼の転位組織を見てみると,1%引張変形後の 転位密度は非常に低く,その分布も極めて不均一である. 5%の引張変形により転位密度が増加し,転位セル組織を形 成し始めていることがわかるが,TiC分散鋼と比較して,転 位密度は非常に低いことが見て取れる.

図12には、引張ひずみの増加に伴う転位密度の変化をまと めている⁽²⁷⁾⁽²⁸⁾. 平均炭化物直径が 18 nm の試料に対しても 同様の転位組織観察を行い、得られた転位密度をプロットし ている. 引張ひずみの増加に伴い, IF 鋼の組織中の転位密 度は緩やかに増加していく傾向が見られるが、それに対して、 TiC 分散鋼の転位密度はより急激に増加していくことがわか る.特に,TiC炭化物が微細な試料において,その傾向がよ り強くなっている. これらの結果は、フェライト母相中に均 一微細に分散したナノ炭化物が、変形初期から転位の増殖源 として働いていることを示唆している.おそらく,ナノ炭化 物が運動転位の有効な障害物となり、炭化物周りでより複雑 なすべり系の転位の活動を誘発する結果、それらの転位同士 の切り合いにより転位の急激な増殖が起こっているものと考 えられる. これが、ナノ析出鋼の引張変形初期に見られる大 きな加工硬化の原因であると理解できる.一方で,変形後期 においては、微細ナノ炭化物が分散した試料の転位密度は緩 やかに増加していく傾向が見られる.このことは、変形後期





図11 Ti 添加鋼および IF 鋼の引張変形後の転位組織変化.



図12 微細合金炭化物を有する Ti 添加鋼の引張変形後 の転位密度変化.

において転位の増殖が抑制されている,すなわち,変形中に 動的回復が顕著に起こっていることを示唆するものである. 相界面析出により得られるナノ炭化物は高い密度で分散して いるため,炭化物周りで増殖した転位同士が容易に対消滅を して,変形中の転位の回復を促進しているものと考えられ る.動的回復が顕著に起こることにより,強度の急激な上昇 を抑制し,緩やかな加工硬化を引き起こすために,塑性不安 定条件の発現を遅延して,比較的大きな均一伸びを示したも のと理解できる.

こうした動的回復機構が,引張試験後期におけるくびれ変 形中においても同様に働いていると考えれば,ナノ炭化物分 散鋼が示す優れた局部変形能を,以下のように定性的に説明 することができる.くびれ変形部において顕著な動的回復が 生じれば,転位の堆積が抑制され,ボイド・亀裂の起点とな る応力集中の発生が抑制されると考えられる.その結果,ボ イド・亀裂の発生・成長が引張試験の後期にまで遅延され, 延性破壊の進行が抑制されて,大きな局部変形能を示すもの と理解できる.しかしながら,以上の議論はあくまでの推察 に過ぎず,今後,検証が必要である.ナノ析出組織を有する 鋼の局部変形能を理解するためには,引張変形中に生じるボ イド・亀裂の形成過程を実験的に詳細に調べ,延性破壊機構 を解明していく必要がある.

6. おわりに

本稿では,相界面析出により形成されたナノ炭化物を有す るフェライト鋼の強度と延性に関する実験結果を示し,現状 の理解について紹介した.しかしながら,ナノ析出を利用し た鋼の高強度化と高延性化の指導原理を確立していくために は,合金炭化物の粒子直径を極限まで微細化した試料を作製 し,その降伏現象,加工硬化挙動,延性破壊挙動,加工性な どに及ぼす炭化物サイズ,種類,体積率等の組織因子の影響 を広く明らかにしていく必要がある.特に,材料の降伏挙動 に及ぼすナノ析出物の影響という観点では,転位運動の素過 程におけるナノ析出物の役割を解明していくことが重要であ ると考えられる.ナノ析出物は,転位運動に対する抵抗とし て働くだけでなく,転位の発生源としても寄与する可能性が ある.こうした観点から,ナノ析出物の塑性変形挙動に及ぼ す影響が解明されることが大いに望まれる.我々も微力なが ら,継続的に研究を進めていき,研究成果が少しでも社会へ と還元されるように努力する所存である.

本稿を執筆するに当たり使用した実験結果は,主に,東北 大学金属材料研究所古原研究室で修士論文研究を遂行してく ださった学生諸氏の研究成果である.阿部吉剛氏(現 JFE スチール),佐藤健介氏(現 小松製作所),廣橋正博氏(現 神 戸製鋼所)に深く感謝申し上げるとともに,今後のご活躍を お祈り申し上げる.

文 献

- L. M. Brown and R. K. Ham: Strengthening Methods in Crystals, eds. A. Kelly and R. B. Nicholson, John Wiley & Sons, New York, (1971), 9–135.
- (2)講座・現代の金属学材料編 第3巻 材料強度の原子論,日本金属学会,(1985),132-153.
- (3) L. M. Brown: Strength of Metals and Alloys: Proceedings of the 5th International Conference, eds. P. Haasen, V. Gerold and G. Kostorz, Federal Republic of Germany, Aachen, (1980), 1551–1571.
- (4) E. Orowan: Symp. Internal Stresses in Metals and Alloys, Institute of Metals, London, (1948), 451–453.
- (5) M. F. Ashby: Physics of Strength and Plasticity, ed. A. S. Argon, MIT Press, Massachusetts, (1969), 113–131.
- (6) E. Tekin and P. M. Kelly: J. Iron Steel Inst., **203**(1965), 715–720.
- (7) D. Raynor, J. A. Whiteman and R. W. K. Honeycombe: J. Iron Steel Inst., 204(1966), 349–354.
- (8) A. K. Seal and R. W. K. Honeycombe: J. Iron Steel Inst., 188 (1958), 9–15.
- (9) R. G. Baker and J. Nutting: J. Iron Steel Inst., 192(1959), 257– 268.
- (10) K. J. Irvine and F. B. Pickering: J. Iron Steel Inst., 187 (1957), 292–309.
- (11) A. T. Davenport, F. G. Berry and R. W. K. Honeycombe: Metal Sci. J., 2(1968), 104–106.
- (12) A. T. Davenport and R. W. K. Honeycombe: Proc. Roy. Soc. Lond. A, **322**(1971), 191–205.
- (13) S. Freeman and R. W. K. Honeycombe: Metal Sci., 11(1977), 59–64.
- (14) R. A. Ricks and P. R. Howell: Acta Metall., 31(1983), 853– 861.
- (15) N. Kamikawa, K. Sato, G. Miyamoto, M. Murayama, N. Sekido, K. Tsuzaki and T. Furuhara: Acta Mater., 83(2015), 383– 396.
- (16) 岩間直樹,野村一衛,森元 秀,矢野正明,真部豊久:まて りあ,36(1997),622-624.
- (17) 丹羽祐久,町田 功,加藤哲男,上原紀興,田中良治:電気 製鋼, 53(1982), 26-35.
- (18) 冨田邦和,船川義正,塩崎 毅,前田英司,山本徹夫:まて りあ,42(2003),70-72.
- (19) 清水哲雄,船川義正,金子真次郎:JFE 技報, No. 4, (2005), 22-27.
- (20) Y. Funakawa, T. Shiozaki, K. Tomita, T. Yamamoto and E. Maeda: ISIJ Int., 44(2004), 1945–1951.

- (21) 船川義正, 瀬戸一洋:鉄と鋼, 93(2007), 49-56.
- (22) N. Kamikawa, Y. Abe, G. Miyamoto and T. Furuhara: Proc. 2nd Int. Symp. Steel Sci. (ISSS 2009), Kyoto, ISIJ, (2009), 179-182.
- (23) Y. Funakawa, K. Seto and H. Nakamichi: Mater. Sci. Forum, **638-642**(2010), 3218-3223.
- (24) H. W. Yen, P. Y. Chen, C. Y. Huang and J. R. Yang: Acta Mater., **59**(2011), 6264–6274.
- (25) 大藤善弘, 鳥塚史郎, 花村年裕:鉄と鋼, 97(2011), 480-485.
- (26) G. Miyamoto, R. Hori, B. Poorganji and T. Furuhara: ISIJ Int., **51**(2011), 1733–1739.
- (27) 紙川尚也,阿部吉剛,宮本吾郎,船川義正,古原 忠:鉄と 鋼, **99**(2013), 352–361
- (28) N. Kamikawa, Y. Abe, G. Miyamoto, Y. Funakawa and T. Furuhara: ISIJ Int., 54(2014), 212–221.
- (29) A. J. E. Foreman and M. J. Makin: Canadian J. Phys., 45 (1967), 511-517.
- (30) E. Hornbogen and E. A. Starke Jr.: Acta Metall. Mater., 41 (1993), 1-16.
- (31) F. B. Pickering: Physical Metallurgy and the Design of Steels, Applied Science Publishers, London, (1978), 63.
- (32) J. E. Bailey and P. B. Hirsch: Philos. Mag., 5(1960), 485–497.
- (33) T. Gradman: The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels, Maney Publishing, London, (2002), 47.
- (34) A. Kelly and R. B. Nicholson: Prog. Mater. Sci., 10(1963), 151-191.
- (35) A. Deschamps, F. Danoix, F. De Geuser, T. Epicier, H. Leitner and M. Perez: Mater. Lett., 65(2011), 2265-2268.

- (36) K. Y. Xie, T. Zheng, J. M. Cairney, H. Kaul, J. G. Williams, F. J. Barbaro, C. R. Killmore and S. P. Ringer: Scripta Mater., 66 (2012), 710-713.
- (37) Y. Kobayashi, J. Takahashi and K. Kawakami: Scripta Mater., **67**(2012), 854-857.

***** 紙川尚也

- 2003年3月 大阪大学大学院工学研究科 マテリアル科学専攻 博士前期課程 修了
- 2006年3月 大阪大学大学院工学研究科 知能 · 機能創成工学専攻 博士後期 課程修了 デンマーク Risø National Laboratory (現デンマーク工科大)ポ
- 2006年4月 スドク研究員

2008年9月 現職

専門分野:金属組織学,材料強度学,塑性加工学

◎塑性加工と再結晶・相変態を利用した金属材料の組織・特性制御に関する 研究に従事.

宮本吾郎







紙川尚也

古原 忠