



近未来の 鉄鋼材料を知る

800MPa高強度鋼 1500MPa高強度鋼



Presented By
独立行政法人 物質・材料研究機構

この小冊子編集の狙い

最新成果を迅速に伝えたい!

平成13年(2001年)に発足した独立行政法人の物質・材料研究機構は、我が国の材料研究開発の拠点の一つです。大規模な研究開発プロジェクトの一つとして、「超鉄鋼材料」研究開発プロジェクトに取り組んでいます。鉄鋼材料を根底から解明し直す戦略的なプロジェクトです。平成9年(1997年)から始めた同プロジェクトは、既にいろいろな研究成果を生み出しています。従来の鉄鋼材料の教科書を書き直す契機となる研究成果も含まれています。

本小冊子は、大学・大学院などで材料を学んでいる学生の方々に、最新成果をいち早くお届けする狙いで編集しました。現在の文明を支える鉄鋼材料の根幹のメカニズムを、未来の研究者・技術者と一緒に考え、解き明かしていきたいと願っているからです。

21世紀のニーズにこたえる超鉄鋼材料プロジェクト

独立行政法人の物質・材料研究機構は、「新世紀構造材料」の実現を目指し「超鉄鋼材料」の研究開発を推進しています。鉄鋼材料は現在の構造材料の中心であり、21世紀でも引き続き構造材料の主役であるとの見解のもとに、「超鉄鋼材料」プロジェクトによって、その性能を大幅に向上させることができれば、21世紀のニーズにこたえる鉄鋼材料をつくり出せると自負しています。

平成9年(1997年)から始まった超鉄鋼材料の研究開発プロジェクトは、材料研究所に設けられた構造材料研究センターが推進しています。研究課題としては、大別すると「高強度化」と「長寿命化」の二つが設けられています。本小冊子で解説する高強度化の研究課題は、現行の鉄鋼材料の実用強さを2倍も高めるという野心的な内容で、二つのテーマで構成されています。

第一のテーマは、溶接で構造物を作製可能な、引っ張り強さ800MPa級の厚板用鋼板の開発です(3-8ページの解説)。土木や建築用途向けの現行の厚板では、引っ張り強さ400MPaが主流になっています。これを一気に2倍高める目標です。実現すれば、現在の土木・建築物の設計を根底から変えることとなります。構造物のつくり方も大きく変わります。

第二のテーマは、ボルトやバネ、歯車などの部品・機構向けに引っ張り強さ1500MPa級の高強度鋼を開発することです(9-14ページの解説)。鉄鋼材料の遅れ破壊や長期疲労のメカニズムを解明するという基礎研究での大幅な前進が求められています。解明できれば、自動車部品の大幅な軽量化が可能になる挑戦的な内容です。

第一と第二のテーマは、どちらも一朝一夕には実現できない研究開発テーマです。元々、「新世紀構造材料」研究開発プロジェクトは、21世紀の社会・生活・産業基盤を支える新世紀向け構造材料を実用化することを目指した挑戦的・革新的な研究開発だけに、目標設定をかなり高く置いているからです。それだけに、鉄鋼材料とその利用法についての新しい知見が次々と発見されています。

「超鉄鋼材料」プロジェクトは、平成9年から10年間程度の開発目的達成型の基礎研究として、企画立案されました。社会基盤や地球環境を十分考慮し、強度2倍、寿命2倍を目標に、5年間の第1期の研究開発プロジェクトを進めています。平成14年(2002年)から実用化を目指した第2期に入る計画です。



(注)「超鉄鋼材料」プロジェクトという名称は、正式には「新世紀構造材料」プロジェクト(略称は「STX-21」と呼ばれています)。

土木・建築用厚板を革新的に進化させる 溶接可能な800MPa級鋼材

物質・材料研究機構の材料研究所は、「超鉄鋼材料」の研究開発プロジェクトを平成9年度から13年度（1997年度～2001年度）の5年間にわたって推進している。「超鉄鋼材料」プロジェクトは、大別すると「高強度化」と「長寿命化」の二つの研究課題を追究している。本解説は、「高強度化」研究課題の一つである「800MPa級鋼材」テーマの研究開発過程から見いだされた新しい知見を分かりやすく迅速に紹介する狙いで書かれたものである。基本的には、現在利用している鉄鋼実用材料の結晶粒径を、限界を超える約1μmまで微細化するという研究開発であり、これまでの鉄鋼材料の教科書を書き換える可能性を示す、いくつかの興味深い新知見が得られている。未踏領域に踏み込んだ結果、これまでは想像もできなかった材料科学知見が現れてきた。

強度2倍を目指す800MPa級

引っ張り強さ800MPa級の鋼材を目指す研究開発は、溶接によって構造体に仕上げる土木・建築・造船用厚板向けの新しい鋼材の実現を目指している。現在の構造用鋼材は、引っ張り強さ400MPaが主流になっており、これをいきなり2倍に引き上げる開発目標は、これだけでも難易度の高い設定になっている。そのうえに、これからの鋼材はリサイクル性に優れていることが不可欠と判断し、環境対応性も同時に満足させることを必要条件に加え、難易度をさらに高めた。

鉄鋼材料を高強度化する手法は、次の五つの手法が教科書に書かれている。

固溶強化

合金元素としてC、N、Mn、Si、P*などを鋼に添加し、鋼組織内に原子の状態に含ませると高強度化することを利用する

化合物の分散・析出強化

合金元素としてC、N、Ti、Nb、Vなどを添加し、炭化物や窒化物を均一に

分散するように析出させると高強度化することを利用する

相変態強化

合金元素としてCr、Ni、Cu、Moなどを添加し、鋼の組織を硬くて高強度なマルテンサイト相にすると、高強度化することを利用する

結晶粒の微細化による強化

鋼を構成する結晶の大きさを微細にすると、高強度化することを利用する

加工硬化による強化

鋼に加工を加えると、線状の欠陥である転位*などが絡み合って動きにくくなり高強度化することを利用する

この五つの強化手法を用いると、鋼材の降伏強さは200～5000MPaの範囲が到達可能になっている。ただし、溶接性、リサイクル性などを満たすとすると当然、手法は限られる。

五つの強化手法の中で、Nb、V、Cr、Ni、Moなどの希少資源元素を合金元素として添加する分散・析出強化と相変態強化の手法は、リサイクル性を満足させることができない。すなわち、合

金化した希少金属をスクラップから再度分解・抽出することは困難で、リサイクル性を損なう。このため、800MPa級鋼材の開発には不適と判断した。

固溶強化による高強度化は、大幅な強度向上が難しいことから、やはり除外された。この結果、結晶粒微細化か加工硬化のどちらかの手法が検討対象として残った。

リサイクル性から組成を選択

鋼の強化手法として結晶粒微細化か加工硬化のどちらかを選ぶ作業は、以下の推論によって結論を出した。鋼材のリサイクル性を前提にすると、鋼材の組成は、Fe-C-Si-Mn（鉄・炭素・ケイ素・マンガン）という入手しやすく、リサイクル時に問題を起ささない合金元素で構成されるものを選んだ。

そして、C-Si-Mnの添加量が、できるだけ少ない鋼種が選ばれた。溶接可能な厚板としては現在、溶接構造用圧延鋼材（日本工業規格JIS G 3106で規定）の「SM490」が多く用いられている。このSM490の組成は、Fe-0.15C-0.3Si-1.5Mn（数字は質量%）である。鋼組織は、フェライト相*とパーライト相*の混在組織になっている。降伏強さは300MPa強、引っ張り強さは490MPa以上である。

まず、このSM490をベース鋼として、降伏強さを2倍以上に、引っ張り強さを800MPaまで向上させられるかどうかを推論した。結晶粒微細化の効果を測るには、有名なHall-Petch（ホール・ペッチ）の式が一般に用いられる。強さ（降伏強さ、あるいは引っ張り強さ）は、結晶粒径の大きさの1/2乗に反比例する

* フェライト相：鉄は低温から910℃までは、結晶構造が体心立方格子の鉄となる。この鉄に炭素などが固溶した鋼をフェライト相と呼ぶ

* パーライト相：鋼の高温相であるオーステナイト相を冷却した場合に、低温相のフェライト相と鉄炭化物のセメンタイト(Fe₃C)に分解する場合がある。フェライト相とセメンタイトが薄い層状に交互に並んで析出したものをパーライトと呼ぶ(p.6の図4を参照)

* 歪み = $\ln(l/l_0)$:ここで、 l は加工前の長さ、 l_0 は加工後の長さである

強度2倍を狙う高強度化

ことを記述した式だけに、微細化によって高強度化することが分かる。

このHall-Petchの式を基に、鋼の組成まで織り込んだPickering (ピッカリング)の式が導き出される。

$$\begin{aligned} \text{降伏強さ } YS (\text{単位: MPa}) = & \\ & 15.4(3.5 + 2.1[\text{Mn}] + 5.4[\text{Si}] \\ & + 23[\text{N}] + 1.13d^{-1/2}) \end{aligned}$$

ここで [Mn] [Si] [N] はそれぞれ元素の質量%を示す。d はフェライト結晶粒径 (単位: μm) を示す。

降伏強さが300MPaのSM490は、結晶粒の大きさが10μm程度になっている。この数式にFe-0.15C-0.3Si-1.5Mn (数字は質量%) を反映させ、結晶粒径が10μmから1μmに小さくなった場合を計

算してみると、降伏強さが376MPaも高まり、また引っ張り強さが800MPaとなることが明らかになった。すなわち、1μmまで微細粒径にできれば、降伏強さを2倍以上に、引っ張り強さとして800MPaが実現できる可能性が示されたのである。この式の実際の適用範囲は、これまでは10μm程度までであるため、大たんに外挿して計算してみたことになる。

結晶粒を微細化すると高強度になるのは、単純に説明すれば、転位が結晶粒界を横断するのにある程度の力を必要とし、次々と結晶粒界を横断する必要があるからである。

鋼材では、ある温度を境に延性的な破壊から脆性(ぜいせい)的な破壊に移る延性脆性遷移温度(DBTTとする)

が利用上の重要な因子となる。延性脆性遷移温度も、結晶粒径と組成によって求められる。

$$\begin{aligned} \text{DBTT (単位: } ^\circ\text{C)} = & \\ & -19 + 44[\text{Si}] + 700[\text{N}]^{1/2} \\ & + 2.2[\text{Pearlite}] - 11.5d^{-1/2} \end{aligned}$$

ここで、[Si] と [N] はそれぞれの元素の質量%を、[Pearlite] はパーライト相の体積%を、d は結晶粒径 (単位: mm) を表す。

この式を用いて、結晶粒微細化した場合と加工硬化した場合を比べてみると、結晶粒径を10μmから1μmに微細化した場合は延性脆性遷移温度が250も低温側に移り、延性を示す範囲が広がるので使いやすくなる。一方、加

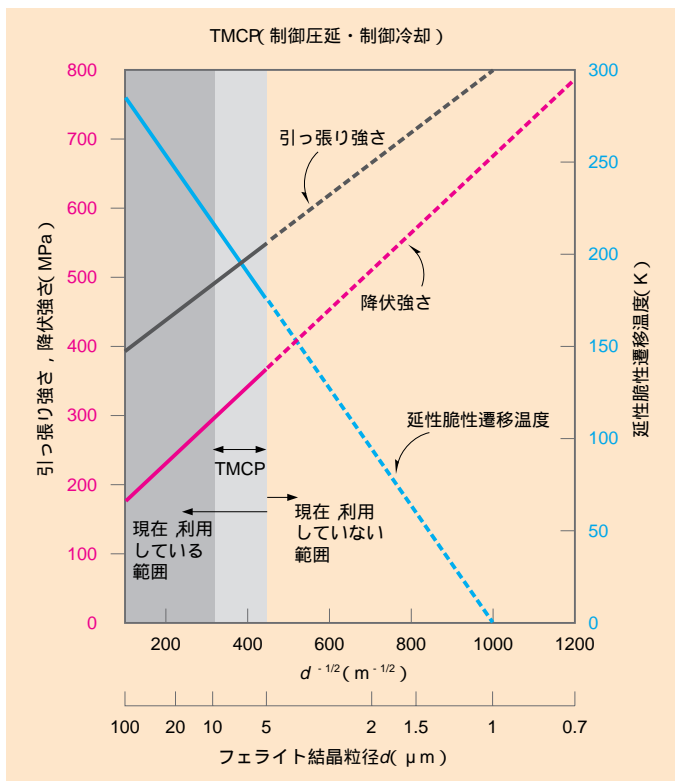


図1 厚板の引っ張り強さ・降伏強さ、延性脆性遷移温度の実績値とその外挿線と結晶粒径の関係

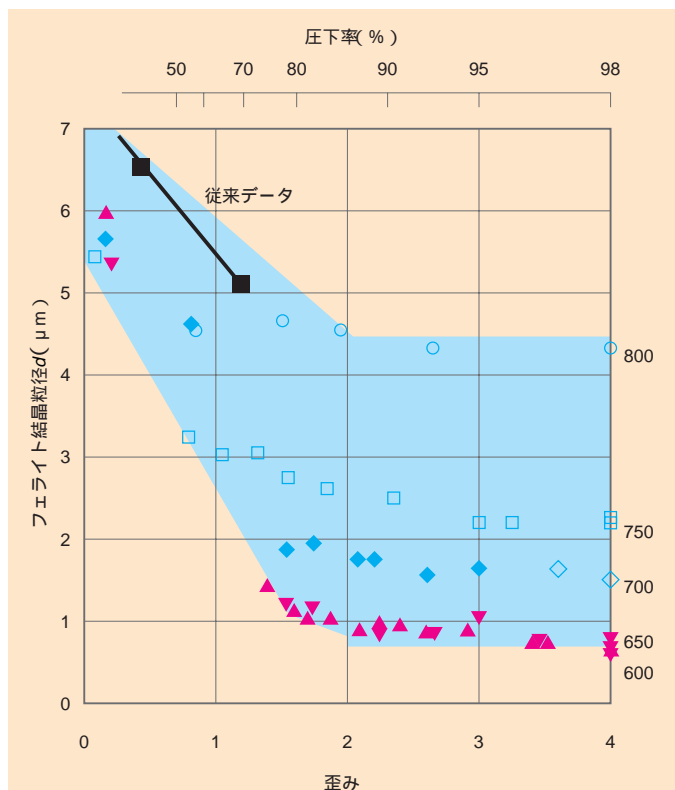


図2 フェライト相結晶粒径に及ぼす圧延温度と加工量(圧下率)、歪みの関係

* 大角粒界：結晶粒界を挟んだ両方の結晶の結晶方位の差が15°以上の場合の粒界を示す

* 再結晶：塑性加工され転位密度の高い組織から歪みのない新しい結晶粒が生成し、成長する現象をいう。動的再結晶とは塑性加工中に、同時に再結晶が進行する現象をいう

工硬化した場合は、別の式に基づき延性脆性遷移温度が高温側に移り、使い勝手が悪くなる。この結果、最終的には結晶粒微細化の手法が選ばれた。

1 μmをどうつくるかが課題に

このようにリサイクル性を考慮すると、結晶粒微細化が唯一（ゆいいつ）の高強度化手法として浮上した。問題は、結晶粒径が1 μmという微細粒を実際にどのようにつくるかだった。計算式を結晶粒1 μmまで、外挿して得た結論だけに、実証してみることにしか証明手段はなかった。

まず、現在利用している厚板の引張り強さ・降伏強さ、靱性の実績値とその外挿線と結晶粒径との関係を考えてみた（図1）。強さと靱性は、ともに結晶粒径 d の $-1/2$ 乗に比例する。現在は、制御圧延・制御冷却（TMCP = Thermomechanical Controlled Processing）という高度に制御された圧延によって、結晶粒径は5 μm程度の微細粒化まではなんとか実現している。しかし、1 μmの微細粒化となると未踏領域であった。

結晶粒径1 μmをどのようにしてつくるかという模索が始まった。制御圧延などの知識から、結晶粒径は鋼材の加熱温度と加工条件（加工温度、歪み量・歪み速度）などのパラメータによって変化する、すなわち制御できると考えられている。SM490などの鋼材は、750~900 のオーステナイト相（ γ ）領域やオーステナイト相+フェライト相の2相混合（ $\gamma + \alpha$ ）領域で、歪み1前後、すなわち圧下率約40~70%の熱間圧延による加工で製造されている。この方法での細粒化は5 μm程度が限界

になっていた。

温間圧延で大加工を加える

加熱温度などの各パラメータが結晶粒径に及ぼす影響を、従来の実験条件や結果にとらわれず、広範な実験条件で実験を精力的に行った。SM490での実験結果を、加工温度と加工量（圧下率）、歪みで整理してみた（図2）。このデータから600~650 という、従来に比べていくらか低温の温間圧延と呼ばれる加工によって、フェライト相（ α ）の状態でも何回にも分けて圧延することに着眼した。この結果、何回にも分けて歪み2以上の“大圧下”を与えると、結晶粒径1 μm程度の超微細粒化が実現する可能性を見いだした。何回にも分けて圧延する理由は、1回当たりの圧下率に限界があり、1回では歪み2以上を与えられないからである。

フェライト相（ α ）に大きな歪み

が与えられると、加工中に結晶核がすぐに大量にでき、この結晶核は成長して結晶粒界の結晶方位の差が大きい大角粒界*で仕切られた結晶粒の集まりとなる。この際にできる結晶粒径は1 μm程度と、大きさが均一な超微細粒組織となることが明らかになった。このことは、これまで再結晶温度の下限とみられていた750 より低い温度で加工しても、加工と同時に“動的”な再結晶*が起こっていることを意味するという、まったく新しい知見が得られた。

微細粒化に対する、歪み速度 $\dot{\epsilon}$ の影響も調べて、Zener-Hollomon指標 Z と呼ばれるパラメータの対数とフェライト相（ α ）の結晶粒径 d の関係を整理してみた（図3）

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$$

ここで、 T は加工温度、 Q はフェライト相内の鉄の自己拡散の活性化エネルギー、 R はガス定数である。

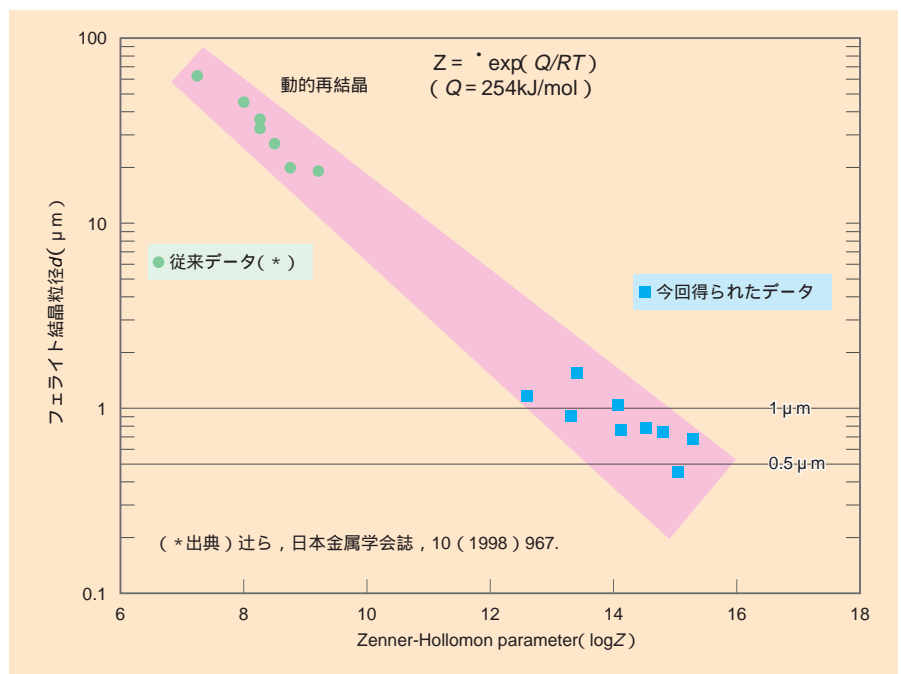


図3 Zener-Hollomon指標 Z パラメータの対数とフェライト相（ α ）の結晶粒径 d の関係

この図3から、従来よりも低い温度で加工すると極めて微細な粒径が得られることが明らかになった。

現在利用されているSM490と、温間加工・多数回圧延（多パス圧延）の実験材の光学顕微鏡写真を比べてみよう（図4）。両方とも、それぞれの結晶粒組織の典形例である。

SM490の平均結晶粒径は約10 μm でフェライト相（ α ）+パーライト相（P、縞状組織の部分）の2相組織である。一方、実験材の平均粒径は1 μm でフェライト相（ α ）単相中の結晶粒界や結

晶粒内に白いつぶ状に見えるセメンタイト（ Fe_3C ）相が析出していることが分かる。

鋼のどの部分も微細粒化する

結晶粒径1 μm の微細粒化を実現した図4の実験材で実際に微細粒化している部分は、実は大きな加工を与えた中心部だけである。実験材は12mm厚×15mm幅×18mmの比較的小さな試験片で、通電加熱（電流を通してジュール熱で加熱）によって所定の加工温度にしている。変形は、一對のアンプルで

試験片を挟んだ時の圧縮応力によって与えている。この場合の圧縮応力は当然、一方向からで歪み2すなわち圧縮率90%に達する大歪み（強加工）が加えられる領域は、図5に示すように板厚の中心部だけである。この部分だけが、結晶粒径約1 μm の超微細粒化を達成している。

次の課題は当然、鋼全体が一様に微細粒な組織を持つことだった。当面の目標は、厚さ12mm以上の鋼板全体の超微細粒化とした。鋼全体を微細粒化する手法の開発に大きな示唆を与えたのは、3次元有限要素法によるCAE（コンピューター支援エンジニアリング）による歪み分布予測だった（図6）。従来の一方向加工材では、歪み2程度の大変形領域は、板厚中心部に偏在してしまう。

これに対して、図6の右側に示した2方向（上下・左右）から加工を加えた鋼内部の歪み分布は、一方向加工材と異なっていた。2方向加工材では大歪み（強加工）領域が一方向加工材とは異なり、各断面（横断面、縦断面、水平断面のいずれにおいても）で著しく拡大していた。この結果から、上下・左右の方向からせん断力が働くことで鋼全体が微細粒組織になることを示唆する新知見が得られた。

このCAE結果を実験で確認した。加工部分の体積変化 V_f は40%程度とほぼ同じであるにもかかわらず、2方向加工材では大歪み部（強加工部）は大幅に増え、かつ大歪み部では微細な組織が得られた。2方向加工を適用すると、鋼材全体を微細粒化できる可能性が示されたのである。

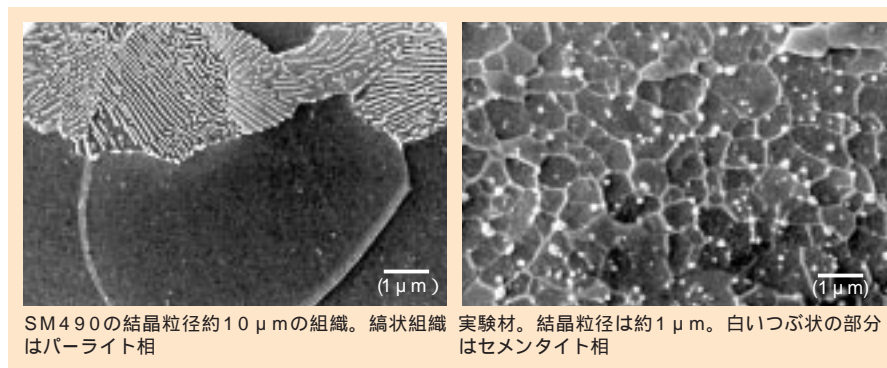


図4 現行のSM490と、温間加工・多数回圧延（多パス圧延）の実験材のマイクロ組織

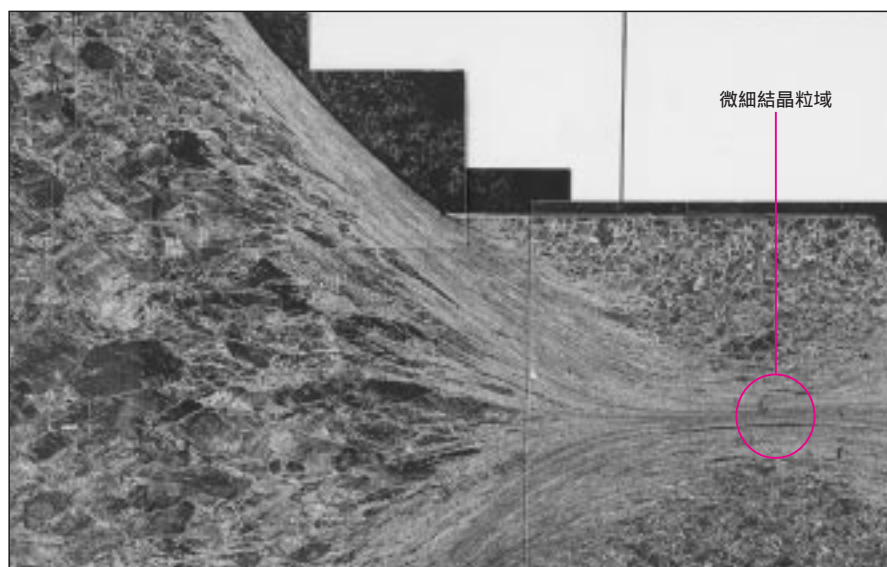


図5 従来の上下一方向からの圧縮変形で作製。歪み2（すなわち圧縮率90%）以上の大歪み（強加工）領域は中心部だけだった

シャルピーによって高靱性を確認

実験材の強さを調べてみた。図7は単軸引っ張り応力に対する強さ・伸び曲線を示したものである。比較に実験原料となった現行のSM490 (Fe-0.15% C-0.3%Si-1.5%Mn)の強さ・伸び曲線を示す。結晶粒径が1 μ mと微細粒な実験材は、降伏強さと引っ張り強さがともに元材に比べて大幅に高い。引っ張り強さは800MPaに達している。

現行の800MPa級鋼の代表例として、マルテンサイト鋼のHT780 (Ni, Cr, Mo, Nb, Ti, Vなどの添加元素を組成に含む)の強さ・伸び曲線も示した。実験材と比べると強さはほぼ似たようなもので、最高荷重点までの伸び、すなわち一様伸びもほぼ同等になっている。実験材がHT780に比べて、降伏比YR (降伏強さ/引っ張り強さ)が大きい点は、地震災害時の構造物変形の際の安全性などを考えると、今後克服すべき課題といえる。

一方、靱性は、厚板としての用途から考えて大切な性質となる。そこでシャルピー衝撃試験における脆性破面率(%)^{*}から靱性を調べた(図8)。現行のSM490 (フェライト相+パーライト相混合組織、粒径10 μ m)は約250Kで、シャルピー衝撃試験の破断した面が脆性破面を示すようになり、延性脆性遷移温度領域を経て200K以下ではほぼ完全脆性破壊を起こしている。これに対して、実験材(フェライト相+セメントタイト相混合組織、粒径1 μ m)は脆性破面を持つ衝撃破壊温度は100K (-173)以下であり、実用上の脆化問題は完全回避可能と考えられる。

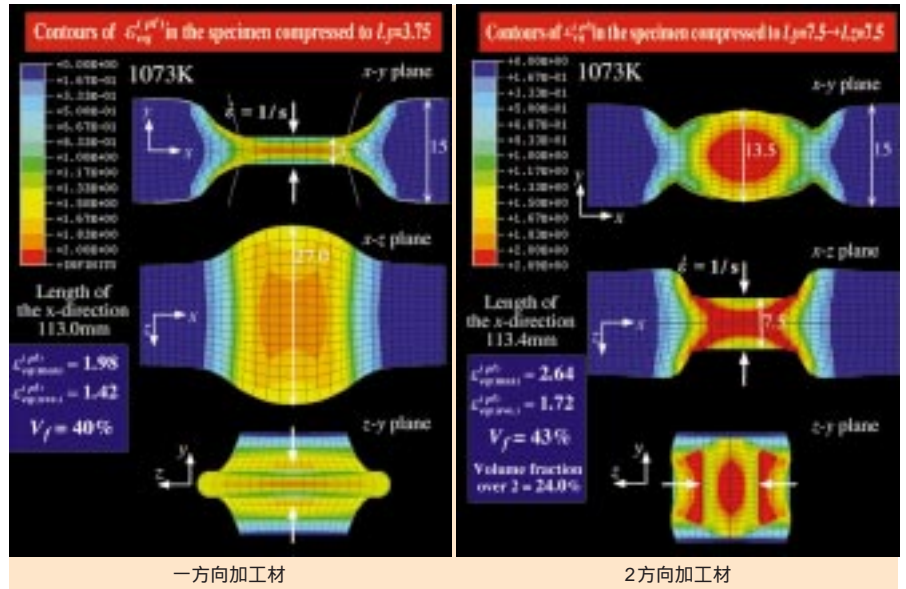


図6 3次元有限要素法によるCAE(コンピューター支援エンジニアリング)による歪み分布予測。赤い部分が大歪み部(強加工部)

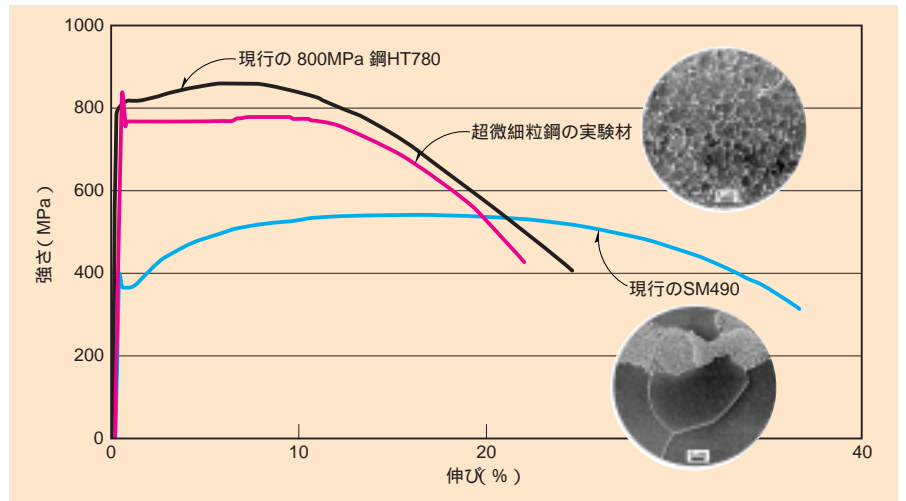


図7 単軸引っ張り応力に対する強さ・伸び曲線

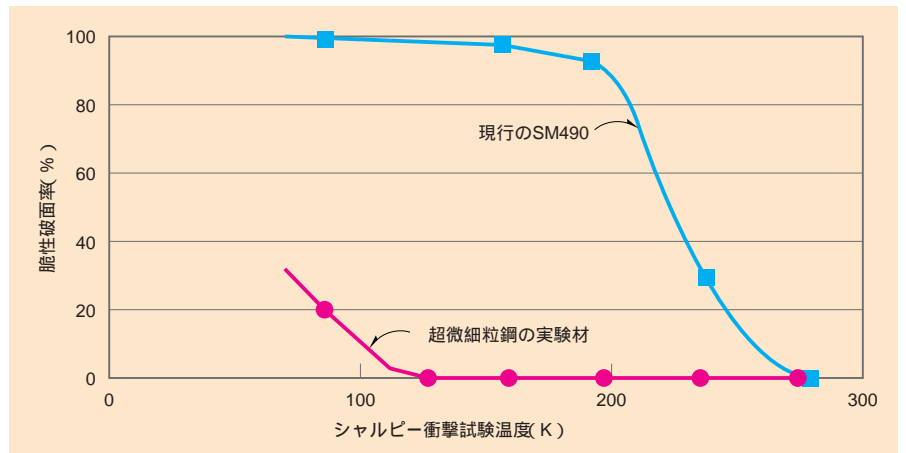


図8 鋼材の靱性を調べるシャルピー衝撃試験での脆性破面率

強度2倍を狙う高強度化

実用化に向けた開発研究へ

実験室での基礎実験によって、「800MPa級高強度鋼」の開発はメドが立った。次は、当面の目標の12mm厚クラスの厚板の開発だった。

開発研究は二つの手法が採用された。一つ目は、一種の多パス多方向加工といえる温間加工での多方向溝ロール圧延法だった(図9)。棒状鋼材を温間・強圧下で多方向溝ロール2方向圧延を行うことで、何回かの圧縮加工によってせん断力を働かせて結晶粒径 $1\mu\text{m}$ レベルの超微細粒鋼で断面18mm角で長さ20mの棒材を作製することに成功した。

二つ目は、鋼材を 90° 回転させることによる温間での2方向平ロール圧延法だった。この結果、結晶粒径 $0.5\sim 0.6\mu\text{m}$ と微細粒組織を持つ板厚18mm、板幅80mm、長さ約2mの厚板を作製することに成功した(図10)。研究試作用の汎用中型圧延機(最大荷重400tf)を用いて、500~600の温間圧延を行った。その際に、圧延を何回かに分けて行う

多パスと、圧延途中の鋼材を圧延進行方向に対して、 90° 回転させる2方向圧延を適用した。引っ張り試験から、引っ張り強さ800MPaを達成していることを示した。降伏比YR(降伏強さ/引っ張り強さ)が大きい点や、75~-196でのシャルピー衝撃試験からセパレーション現象*が生じることも分かり、今後の課題となった。

さらに実用化を目指した三つ目の手法として現在、クロス角 10° の多方向クロス圧延法の開発を行っている(裏表紙の写真参照)。

溶接構造物としての性能向上研究

800MPa級の超微細粒鋼は、溶接によって構造体をつくる利用法を前提にしている。この観点からの研究開発も並行して多数進められ、多くの新知見を産み出している。ここで二、三の成果について簡単に触れる。

まず、任意波形パルス発生電源を用いた超狭開先GMA*(ガス・メタル・アーク)溶接プロセスを開発した。こ

のプロセスでは、パルス状高溶接電流を使い、高速で開先幅5mm溶接という従来不可能だった条件が可能となり、板厚19mmの2パス高能率溶接に成功した。そしてアーク入熱を開先内に分散させることによる小アーク入熱に基づくHAZ(溶接の熱影響部)幅の激減と粒成長・組織破壊による強度低下の極小化などの著効がもたらされた。

次に、大出力パルス変調20kWCO₂(炭酸ガス)レーザー溶接機を開発した。これにより溶込み深さが20mmまで可能になるとともに、パルスの周波数制御と波形制御により溶接欠陥(ポロシティ)が効果的に低減されるようになった。

構造物としての継手疲労強さは、溶接時に生じる引っ張り残留応力によって著しく低下する。この結果、高強度鋼板を使用する利点がなくなるという問題がある。

これを解決するために、マルテンサイト相変態温度の低い溶接材料を開発し、これによって残留応力を圧縮側に転換し、継手疲労強さを2倍以上に向上させることに成功した。

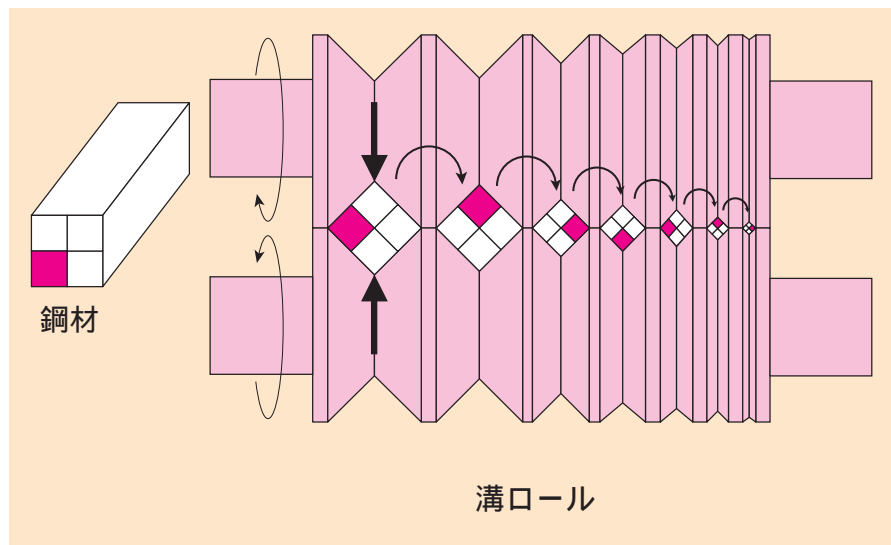


図9 多方向溝ロール圧延法による圧延



図10 作製された板厚18mm、板幅80mm、長さ約2mの厚板。結晶粒径 $0.5\sim 0.6\mu\text{m}$ の微細粒組織を持つ

ボルトやバネを大幅に軽量化する 1500MPa級の超高強度鋼材

物質・材料研究機構の材料研究所は、「超鉄鋼材料」の研究開発プロジェクトを平成9年度から13年度（1997年度～2001年度）の5年間にわたって推進している。本解説は、「高強度化」研究課題の一つである「1500MPa級鋼材」テーマの研究開発過程から見いだされた新しい知見を分かりやすく紹介する目的で書かれた。基本的には、鋼中に析出している炭化物を微細化し、結晶粒界には粗大な炭化物が存在しない新しいマルテンサイト相を持つ“超”高強度鋼の基盤技術を確立した。これによって1500MPa級を実用化する指針を打ち立てた。重要な点は、これまでの高強度鋼の悩みであった遅れ破壊と疲労強さの二つの弱点克服にメドをつけたことである。この挑戦的な研究開発過程から、さまざまな新しい材料科学上での知見が得られている。

現行1000MPaを1500MPa級へ

引っ張り強さ1500MPaという“超”高強度な鋼材を目指す研究課題は、ボルトやバネ、歯車、ワイヤーなどの基本的な機械要素部品を高強度化によって大幅に軽くすることを目標にしている。この結果、例えば自動車の駆動系機構や足周り機構などを大幅に軽量化することができる。土木・建築用途向けでは、接合用ボ

ルトやコンクリートの補強に用いる鋼棒などにも幅広く利用できる見通しだ。

現在、代表的な高強度鋼として利用されている機械構造用クロムモリブデン鋼（日本工業規格JIS G4105）の「SCM 440」をベース鋼とし、現在の引っ張り強さ1000MPaを1500MPaまで強化することを目指した。このSCM440は機械構造用低合金鋼の一種であり、JIS G4105では引っ張り強さ980 MPa以上、降伏強さ835 MPa

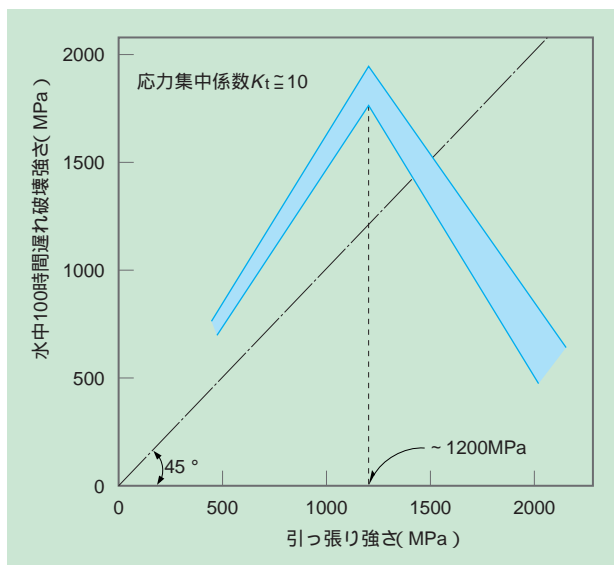


図1 現行の機械構造用低合金鋼の引っ張り強さと水素脆化遅れ破壊強さの関係（模式図）

以上と規定されている。鋼の組成はFe-0.42% C-0.20% Si-0.83% Mn-1.08% Cr-0.16% Mo（各数字は質量%）*である。

機械構造用低合金鋼は、一般的に熱間圧延・熱間鍛造などによって、ある程度の部品形状に加工した後に焼き入れ・焼き戻し熱処理を施し、仕上げ加工を経て部品となる。基本的には金属組織は焼き戻されたマルテンサ

イト相になる。焼き入れによる急冷で硬くて強いものの、脆（もろ）い弱点を持つマルテンサイト相を焼き戻し処理すると、過剰に固溶している炭素や合金元素を炭化物として析出させた焼き戻しマルテンサイト組織になる。

遅れ破壊の克服が課題

現行のSCM440などの機械構造用低合金鋼は、引っ張り強さを高めると、引っ張り強さよりも小さな応力で保持していても使用中に突然破壊する遅れ破壊と呼ばれる現象が起こる悩みがあった。この遅れ破壊は腐食などによって環境から鋼中に侵入する水素が原因となる水素脆化（ぜいか）*の一種であることが分かっている。例えば、鋼材に切り欠きをつけて水中で応力をかけたときの破壊強さ（破断する応力）は、1200MPaまでは引っ張り強さとともに増加するが、これ以上に高強度化すると鋼材の破壊強さはむしろ低下してしまう（図1）。

このような脆化が起こる限界の引っ張り強さは、鋼中に侵入する水素量が多いほど低くなってしまふ。このために、一般的な大気腐食環境では、安全率も考慮して使用可能な鋼材の引っ張り強さは1000MPaに制限されている（図2）。

遅れ破壊自体は古くから知られていた現象だが、その対策は消極的なものだった。つまり、遅れ破壊が問題となる水素侵入環境では1000MPa級以上の高強度鋼は使わないという対応だった。機械部品などの軽量化に必要な1500MPa級の高強度化を実現するためには、この遅れ破壊を積極的に解決することが必要不可欠で、これは鉄鋼材料に残された大きな解決課題だった。

もう一つの課題は疲労

1500MPa級という超高度化を狙う場合に、解決しなければならないもう一つの大きな課題が疲労による破壊だった。疲労とは、応力を繰り返し多数加えると降伏強さよりも小さな応力で破壊してしまう現象である。加える応力とその破断繰り返し数（寿命）で疲労強さを表示すると、疲労限 w が現れ、これ以下の応力では破断しないと教科書に書かれている。

しかし、これは繰り返し数が 10^7 回までのことで、現行の引張り強さ1500MPaの鋼材で繰り返し数をさらに増やすと、再び破壊が起こることが最近分かってきた。繰り返し数がギガ（G）回数（ 10^9 回）以上になると疲労限 w が低下して w' になってしまう現象だ（図3）。

一般的に、疲労強さ（ w ）は引張り強さ（ σ_B ）に比例して上昇するが、

繰り返し数が $10^8 \sim 10^9$ 回の疲労強さは、引張り強さが1200MPa以上の鋼材では“頭打ち”になってしまう（図4）。鋼材の引張り強さをいくら高めても、疲労強さ（疲労限）が同時に比例して高くないと、繰り返し応力が加わる機械部品の実用強さを高めたことにならない。

破壊した鋼の破面を観察すると、引張り強さが1200MPaまでの鋼材では亀裂（きれつ）が鋼材表面から発生する表面破壊が起こるのに対して、引張り強さが1200MPa以上では鋼材内部から亀裂が発生する内部破壊が起こることが分かっている。このため1500MPa級の超高度化を達成するには内部破壊の克服が必要条件となった。具体的な目標は、引張り強さ1500MPa級で疲労限の“頭打ち”を打破し、まずは $w = 0.5 \sigma_B$ を確保することとした。さらに、これを超える目標として、 $w > 0.5 \sigma_B$ を実現することにも挑戦した（図4）。

最弱点の強化で破壊を克服

降伏強さや引張り強さなどの特性は、鋼材の金属組織の平均的な値で決まる。例えば、解説1（pp.3-8）で紹介したように、結晶粒径の平均値が小さくなると引張り強さが上昇する。これに対して、水素による遅れ破壊や繰り返し数 10^8 回での疲労などでは、小さな亀裂が発生し、伝播（でんぱ）して破壊する。このため亀裂発生抑制が必要になる。そして、亀裂発生は、鋼材中の最も弱いところで起こる。遅れ破壊や疲労破壊を克服するには、鋼材中の最弱点を強化することが必要になる。平均点を上げるのではなく、最低点を上げる取り組みが大切になる。

鋼材中で亀裂が発生する最弱点として、応力の集中が起こる領域、塑性変形に対する抵抗力が局所的に小さい領域、結晶粒界などのように原子配列が乱れて

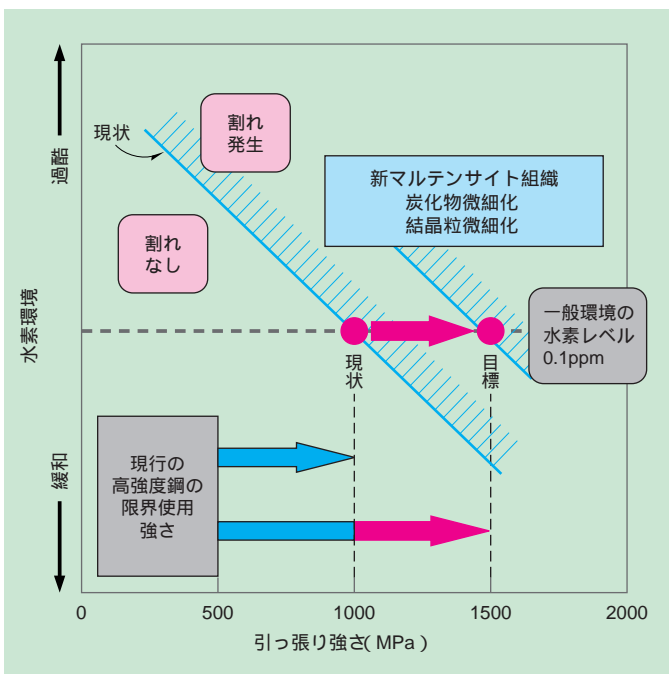


図2 開発目標は水素による遅れ破壊が発生しにくいマルテンサイト相組織

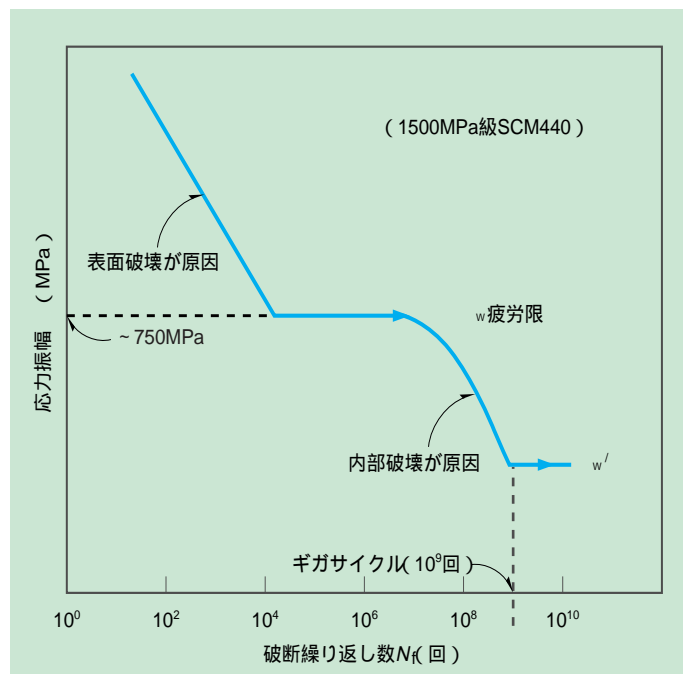


図3 現行の1500MPa級SCM440の長期疲労強さの模式図

* マルテンサイト相変態：炭素を一定量以上含む炭素鋼は、高温のオーステナイト（ γ , FCC）相状態から水焼き入れや油焼き入れなどの急冷処理を受けると、

炭素が過飽和に固溶したままの状態（BCC（体心立方格子）あるいはBCT（体心正方格子））に原子の拡散を伴わずに一瞬で相変態する。マルテンサイト変態によ

ってできた相をマルテンサイト相と呼ぶ。マルテンサイト相は一般に転位や双晶などを多く含んでいる

いて、はく離しやすい領域などが列挙される。焼き戻しマルテンサイト組織の高強度鋼には、鋼の精錬の段階で形成される酸化物などの介在物が含まれている。このような介在物と鋼の母地（マトリックス）の界面ははく離しやすいだけでなく、酸化物は硬いために、局所的な塑性変形によって導入された転位の動きが介在物に邪魔され、応力の集中が起こる。焼き戻しマルテンサイト組織では、当然、炭化物が生成しているが、炭化物も母地に比べて硬いために、転位の動きを妨げて応力の集中を起こす。この炭化物も母地から見ると異物であり、介在物である。

キーは介在物の制御

高強度鋼での水素脆化による遅れ破壊という現象をかなり単純に説明すると、粗大な炭化物が析出した領域で、炭化物と母地の原子配列が乱れた境界部（異相境界）に腐食などによって鋼の外から侵入してきた水素が集まり、境界部での原子の結合を弱めてしまうために破壊が起こると推論されている。粗大な炭化物は結晶粒界に析出しやすく、この領域では応力集中が元々起こりやすい状態であるところに、水素が集まることによって原子結合を弱めるので粒界破壊を引き起こして脆化するのである。この結果、遅れ破壊

を抑制するには、結晶粒界に析出する炭化物を微細化することが必要となる。

高強度鋼での疲労をやはり単純化して説明すると、鋼中に存在する硬い「介在物」が原因となって鋼材内部での亀裂発生が増えるために破壊すると考えられている。高強度鋼ではこの介在物の「主役」は最も硬い酸化物である。そこで、酸化物の微細化に加えて、成分調整によって酸化物を軟質化する工夫も必要となる。また、局所的な塑性変形を抑制するためには母地の強さを高めなければならない。これには結晶粒内に析出する炭化物を微細化することが必要となる。

このような検討から、遅れ破壊と疲労限停滞を解決するために、結晶粒内と結晶粒界に析出している炭化物をともに微細化した新しい金属組織をつくりだすことが研究開発のテーマとなった。すなわち、組織制御が主な課題になった。

1500MPa級の鋼材の研究開発でも、解説1（pp.3-8）で紹介した800MPa級高強

度鋼と同様に、リサイクル性を必要条件とし、希少資源元素の添加をできるだけ避けて適正な組成・組織を目指した。このため、SCM440をベース鋼に選んだ。

加工熱処理で組織制御

新しい焼き戻しマルテンサイト組織を開発する組織制御の手法として、加工熱処理の一つであるオースフォーム加工熱処理法（オーステナイト相状態での加工後に焼き入れ）に工夫を凝らし、鋼中の炭化物などを制御する方法を考案した。

まず、800 という温度でオーステナイト相組織を50%圧延加工した（図5）、加工温度が比較的高温であるためにオーステナイト相の結晶粒界の移動が起こって、結晶粒界を1 μ m単位で凸凹に湾曲させることができた。加工後の焼き入れ時に起こるマルテンサイト相変態*は、無拡散相変態であるから、オーステナイト相の結晶粒界の組織は、そのままマルテンサイト相に受け継がれる。これを「旧オーステナイト（ γ ）粒界」と呼ぶ。通常の焼き入れ処理で得られる旧オーステナイト粒界は直線的で、焼き戻した時に粗大なフィルム状の炭化物が析出しやすい。しかし、凸凹に湾曲した旧オーステナイト粒界では、粒界上の炭化物が微

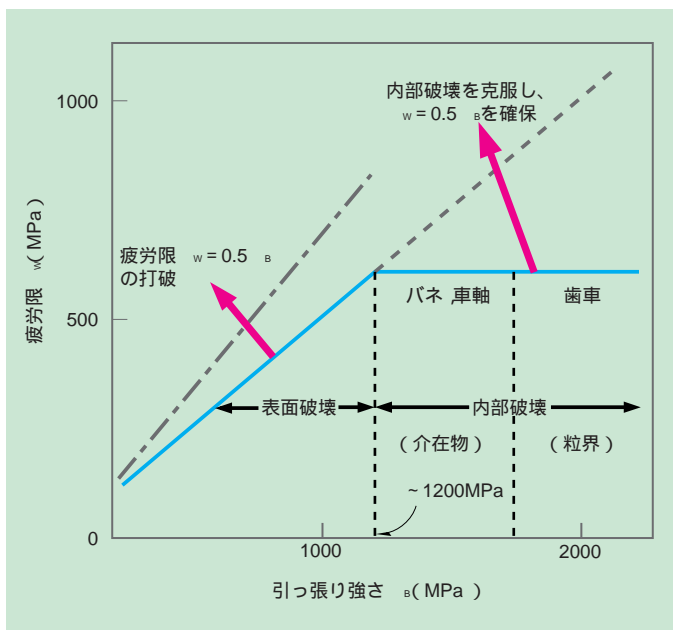


図4 疲労破壊に強い1500MPa級材の研究目標の模式図

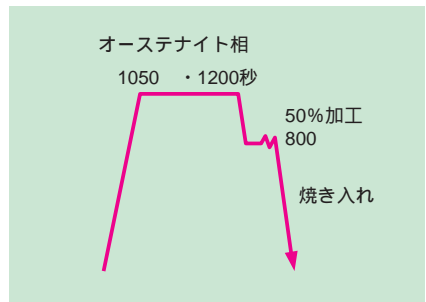


図5 1500MPa級材を目指した改良オースフォーム加工熱処理

*原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscopy: AFM) : 先端を原子レベルに近いほどまでとがらせた探針を試料表面に限りなく近づけると、探針先端の原子と、試料

表面の原子が引き合うなどの力が発生する。この力を一定に保つようしながら探針を上下させ、試料表面を左右前後に動かして表面の凹凸などを観察する顕微

鏡。トンネル電流を利用したトンネル顕微鏡と異なり、絶縁性の物質の表面でも観察できる点が大きな特徴である

強度2倍を狙う高強度化

細化すると推定された。

従来のオースフォーム加工熱処理は、高温相であるオーステナイト相を安定化させる合金元素を鋼に添加し、本来はフェライト相である400 近くまでオーステナイト相になるようにして、この400 付近で加工熱処理することを意味していた。

このような400 付近の加工では、低温であるために、オーステナイト相の結晶粒界の移動が起こらず、凸凹に湾曲した粒界は得られない。今回、採用した改良オースフォーム加工熱処理では、結晶粒界へ凸凹を導入することを意図した点が第一の新機軸である。また、多量のオーステナイト相形成合金元素を添加しないで、機械構造用低合金鋼SCM440のまま、改良オースフォームの加工熱処理が可能なることに着目した点が第二の新機軸である。

オーステナイト相組織で圧延加工する

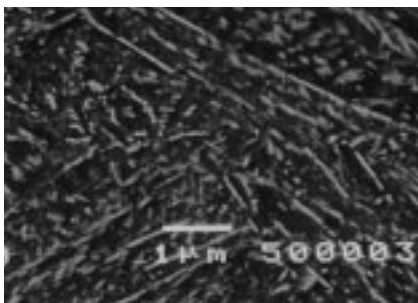


図6(a) 従来材の焼き戻しマルテンサイト組織。フィルム状の炭化物が析出している

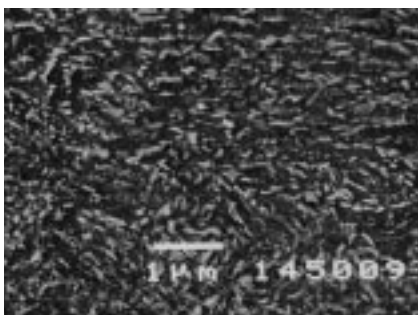


図6(b) 開発材の焼き戻しマルテンサイト組織

と、鋼の内部に転位が多数導入される。つまり転位密度を高めることができる。この転位もマルテンサイト相に受け継がれ、焼き戻し処理の際に、炭化物が優先的に析出する場所として働く。析出する場が多数あると、炭化物があちこちに多数でき、結果として炭化物1個当たりが小さくなり、マルテンサイト相の結晶粒内では炭化物が微細分散した組織ができると推論された。圧延加工の温度が低いと、転位が不均一に導入されやすく、結果として炭化物の分散状態も不均一になって好ましくない。今回採用した加工温度800 は、この点も考慮して決めた。

改良オースフォーム加工熱処理後は、高周波誘導加熱法や塩浴 (ソルトバス) を用いて焼き戻し処理を行い、所定の引っ張り強さを得るとともに鋼材の靱性 (じんせい) の回復を図った。

炭化物の微細化を確認

改良オースフォーム熱処理法で作製したSCM440の開発材は、目標の1500MPaを十分に達成する引っ張り強さを示す。一方、焼き入れ・焼き戻し熱処理法 (Q/T法) で作製したSCM440の従来材でも、遅れ破壊や疲労強さを考慮しなければ、引っ張り強さ1500MPaの達成は可能である。

開発材と従来材の組織は当然、ともに焼き戻しマルテンサイト組織である。SEM (走査型電子顕微鏡) でマイクロ組織を観察すると、開発材も従来材もマルテンサイト相結晶の中にセメントタイト (化学式 Fe_3C で示される鉄と炭素の化合物) という炭化物が分散している点は同じだった (図6)。

しかし、炭化物の分散状態には大きな違いがあった。普通の焼き入れ・焼き戻しを施した従来材では、炭化物は旧オーステナイト粒界に大きなフィルム状に析出していた。そのほかの部分にも鎖状の炭化物が多く析出していた。

一方、開発材では、炭化物が微細に析出していた。フィルム状の巨大な炭化物がない点が異なっている。異なる腐食液を用いた光学顕微鏡による観察で、旧オーステナイト粒界には微細な凹凸が生じているのが確認された。さらに、原子間力顕微鏡 (AFM) * によってマルテンサイ

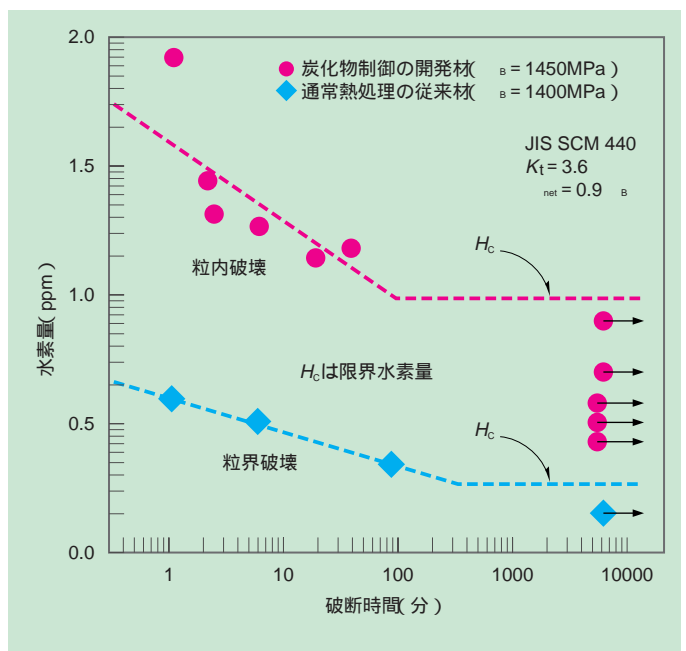


図7 開発材 (炭化物組織制御材) と通常熱処理材の遅れ破壊試験による水素量-破壊時間曲線 (B : 引っ張り強さ、 K_t : 応力集中係数、 net : 試験応力)

ト相の結晶粒も微細化していることが分かった。

遅れ破壊強さの向上を達成

開発材は、マルテンサイト相の結晶粒が微細で、結晶粒内と結晶粒界ともに炭化物が微細に析出した炭化物制御組織を実現した。この結果、結晶粒界と粒内組織がともにミクロ的に強化され、遅れ破壊強さが向上すると期待された。

遅れ破壊強さを評価するために、応力集中係数が3.6となる切り欠きをつけた試験片にあらかじめ電気化学的手法で種々の量の水素を導入した後、引っ張り強さの0.9倍の応力を負荷して経過破断時間を調べた。引っ張り強さ1450MPa級の開発材と同1400MPa級の従来材SCM440の水素量と破断時間の関係を見ると、開発材の試験データは水素量が高い側に位置している(図7)。

両者とも、鋼中の水素量が減少するほど、破断時間が長くなり、ついには破断しなくなる傾向を示している。この遅れ破壊を起こさない限界水素量(H_C)は、従来材に比べて開発材では5倍高くなった。つまり開発材では、より厳しい水素侵入環境にも耐える遅れ破壊強さが得られることが分かった。

破面観察の結果、従来材は粒界破壊したが、開発材では粒内破壊が起こっており、粒界が強化されていることが確かめられた。改良オースフォーム加工熱処理の著しい効果は、1580MPa級の開発材でも認められた。

疲労限の低下抑制に成功

疲労破壊時の内部破壊の克服も遅れ破壊の克服と同様に、改良オースフォーム

加工熱処理によってマルテンサイト相の結晶粒と析出した炭化物をともに微細化することによって、内部破壊の原因を減らす方針をとった。

SCM440の従来材のミクロ組織を観察すると、内部破壊起点と推察される水素割れ領域(ODA=Optically Dark Area=光学的に暗い部分)が存在することが見いだされていた。改良オースフォーム加工熱処理で作製した開発材は、ミクロ組織観察しても水素割れ領域のODAが見つからなかった。このことから、繰り返し回数がギガ回数以上の長期疲労強さを大幅に改善することが実現できた。また、炭化物以外の介在物を軟質化し、内部破壊を抑制する対策も同時に行った。例えば、硬いアルミナ(Al_2O_3)を軟らかいアルミナ・マグネシア($Al_2O_3 \cdot MgO$)に替える工夫も実施した。

開発材の一例として、引っ張り強さ1800MPa級鋼材の疲労強さを調べてみ

た。開発材の疲労限 w は少なくとも900MPaであり、疲労限 $w = 0.5 \sigma_B$ という引っ張り強さの半分を実現し、疲労限での第一の目標を達成できた(図8)。また、繰り返し数 10^8 回で破壊しない上限値は1100MPaと予測できた。この予測値から、 $w / \sigma_B = 1100MPa / 1800MPa = 0.62$ すなわち $w = 0.62 \sigma_B$ となり、第二目標である $w > 0.5 \sigma_B$ を達成した。この結果、長期疲労強さに優れた1500MPa級高強度鋼の開発指針を打ち立てることができた。

ナノスケールで見ても測る

遅れ破壊や疲労は鋼材中の最弱点での亀裂発生に支配される。そして、課題の克服のためには、「介在物」としての炭化物を微細化することが必要となった。今回、研究開発の推進にあたっては、このような金属組織情報の定量化とともに、局所領域での力学特性を知る必要が

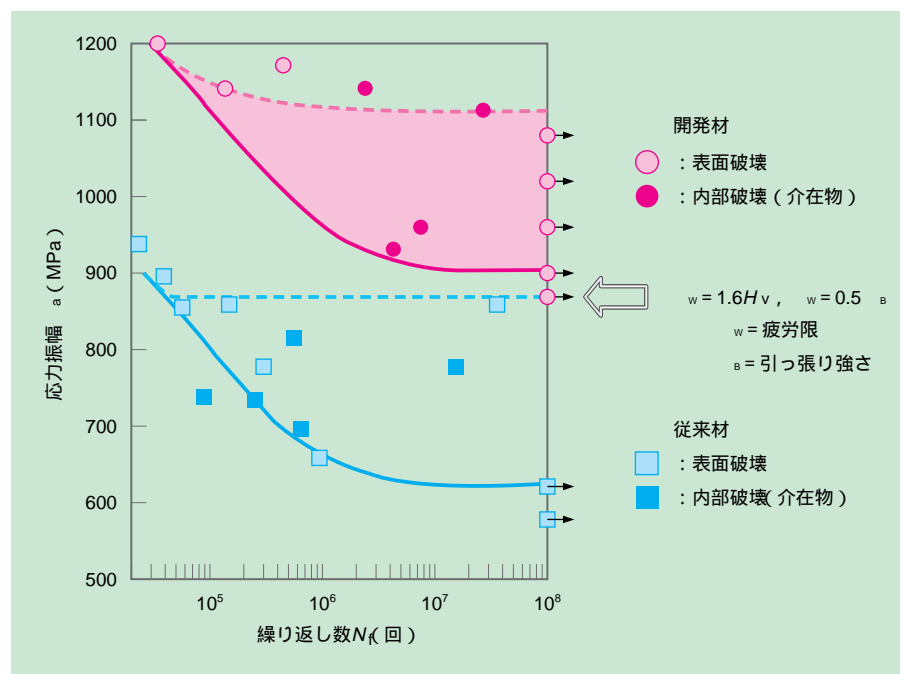


図8 1800MPa級の開発材と従来材の疲労強さ (w : 疲労限、 σ_B : 引っ張り強さ)

あった。つまり複雑な焼き戻しマルテンサイト組織をナノスケールで見ても測ることが求められた。

ブレークスルーとして意図したのが、原子間力顕微鏡とナノ超微小硬さ試験機の利用だ。原子間力顕微鏡は、 10^{-9}m というナノスケールの分解能で金属組織を観察できるとともに、光学顕微鏡と同等レベルの広い視野領域の観察も可能である。これによって、金属組織の平均的情報と局所的情報を一緒に得ることができる。ナノ超微小硬さ試験機は、 $0.1\mu\text{m}$ 領域

の力学特性を測ることができる。マルテンサイト相の微細な結晶粒内の母地の変形抵抗は、このナノ超微小硬さ試験機でしか測ることができない。ここで得られた結果から、ナノスケールでの力学特性が鋼材のマクロな特性をどう支配しているかという機構を初めて調べることが可能となった。

ナノ領域の硬さが上昇

開発材の新しい焼き戻しマルテンサイト組織の力学特性をナノスケールで調べてみた(図9)。

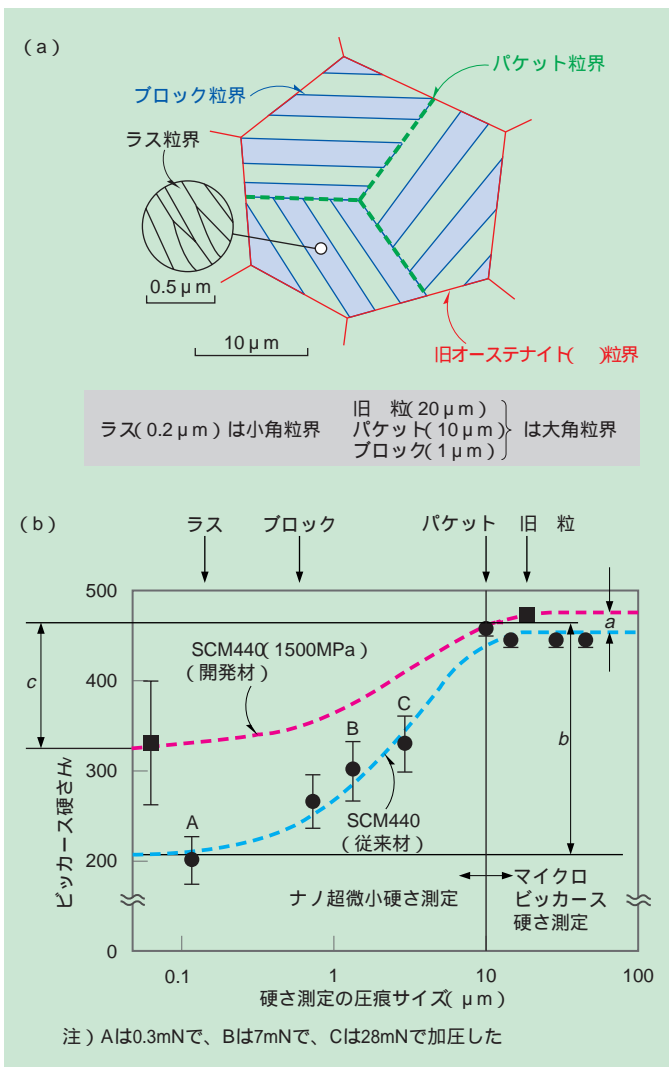


図9 SCM440のマルテンサイト組織の構造とナノ微小硬さ測定の結果

の構造は、旧オーステナイト粒に始まって、ポケット ブロック ラスと組織単位が小さくなり、それに対応して硬さが低下している。低下する度合いが開発材と従来材と大きく異なる。

ナノ硬さの違いは、これまで見いだされていなかった新しい発見である。これまでは、焼き戻しマルテンサイト組織は転位や微細析出物で強化されているためマイクロ(ナノ)からマクロ領域にわたって同じ強さを示すと考えられていた。ナノ領域とマクロ領域の硬さ(強さ)を近づけることによって、破壊に強い組織が得られる見通しが得られた。マルテンサイト相の組織構造部位ごとに強さが異なる機構は、現時点では未解明である。

開発材と従来材の各組織を原子間力顕微鏡(AFM)で観察した。AFMの高い垂直分解能によって、結晶粒や炭化物の電解研磨量のわずかな差を測定し、焼き戻しマルテンサイト組織を初めて画像化した。ブロックを白黒の帯として、初めて容易に観察できるようになった。この観察技術を用いることによって開発材はブロック幅が狭いことが分かった。

ナノテクノロジー解析がカギに

鋼材のマクロ特性を決める機構の解明と特性向上の指針を得るためには、ナノスケールでの分析・検討こそが必要であると着目した点で、平成9年(1997年)から始めた「超鉄鋼プロジェクト」は、鉄鋼材料にナノテクノロジーを導入した先駆けだったといえる。

さらに将来、高まると予測される鋼材の高強度化への要求を達成するには、このナノテクノロジー解析技術こそがカギを握るとみている。

「長寿命化」の研究課題もさまざまな成果を提供中

平成9年(1997年)から始まった「超鉄鋼材料」プロジェクトの第1期の研究課題は、大別して「高強度化」と「長寿命化」の二つです。本小冊子で解説した「高強度化」に対して、もう一方の「長寿命化」は現行材料製の構造体の寿命を2倍高めることを目指しています。長寿命化も二つのテーマで構成されています。一つは、耐酸化性と長時間クリープ性を両立させたフェライト系耐熱鋼の開発とその溶接性の確立です。もう一つは、耐候性や耐海水性に優れた低合金鋼あるいはステンレス鋼の開発です。

長寿命化も、鉄鋼材料の各機構を根底から問い直す挑戦的なテーマ設定です。「長寿命化」の研究課題も「高強度化」と同様に、第1期で優れた研究成果を次々と上げています。

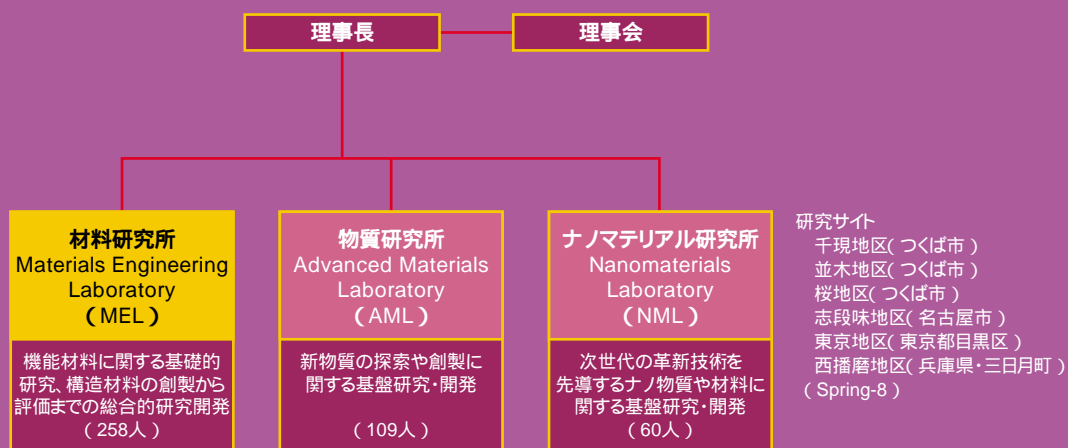
独立行政法人の物質・材料研究機構とは

「超鉄鋼材料」プロジェクトを推進している物質・材料研究機構は、平成13年(2001年)4月に独立行政法人として発足しました。文部科学省の所管の研究機関である金属材料技術研究所と無機材質研究所を統合し、21世紀の材料開発をリードする拠点を築きつつあります。機構の組織は、材料研究所、物質研究所、ナノマテリアル研究所の3研究所で出発し、今後は適時、ほかの研究所やセンターを設けていく計画です。

独立行政法人である本機構は、文部科学大臣が認可した今後5年間の中期計画に沿って機構自らが決めた目標を達成するように、自主的な裁量で研究開発を効率的に推進して行きます。世界の材料開発の中核機関となるように努めています。



独立行政法人物質・材料研究機構 (National Institute for Materials Science, NIMS)



小冊子「近未来の鉄鋼材料を知る」

2001年12月25日発行

企画・編集：物質・材料研究機構

材料研究所 構造材料研究センター

日経BPクリエイティブ企画制作本部

ケイエチ・テクニカルズ(野原清彦)

デザイン・制作：日経BPクリエイティブ制作管理本部

杵淵 勉

発行：独立行政法人 物質・材料研究機構



 独立行政法人 物質・材料研究機構

〒305-0047茨城県つくば市千現1-2-1
URL : www.nims.go.jp

新世紀構造材料（超鉄鋼）
URL : www.nims.go.jp/stx-21/jp/index.html