STX-21 = z - Z



独立行政法人 物質・材料研究機構 超鉄鋼研究センタ・

(http://www.nims.go.jp/stx-21/)

06年2月号 (通巻第102号)

発行 独立行政法人 物質・材料研究機構 超鉄鋼研究センター 平成 18 年 2月1日発行 〒305-0047 茨城県つ〈ば市千現1-2-1 TEL: 029-859-2102

FAX: 029-859-2101

目 次

- 1. 水素と安全と夢の社会
- 上智大学理工学部機械工学科 助教授 高井 健一
- 2. TOPICS Grain refinement in AI-Mg-Sc alloy during hot ECAP
 - Oleg Sitdikov and Kaneaki Tsuzaki, Physical Metallurgy Group 2
- 3. TOPICS 極低炭素耐熱鋼におけるナノ析出物の透過電顕によるキャラクタリゼーション
 - 耐熱グループ 原 徹 3
- 4. センター便り 超鉄鋼ワークショップ in Paris 開催報告 超鉄鋼研究センター副センター長 津崎兼彰、金相グループ 大村孝仁 4

1. 水素と安全と夢の社会

上智大学理工学部機械工学科 助教授 高井 健一

ここ数日、マンションの鉄筋を減らしたことによる耐震強度の偽装問題のニュースー色である。健康のありがたみと一緒で、問題が起きてはじめて建築構造物の安全性・信頼性の重要性をつくづく感じるこのごろである。我々の研究は水素による材料の脆化、すなわち遅れ破壊が中心であり、数年~十数年後に突然起こる現象であるため、事故が起こる前に社会的にその重要性を認識してもらうことがなかなか難しい。

ところが、近年、省エネルギー、省資源、CO。 排出抑制等の環境問題の観点から、自動車を中 心とする輸送機器用材料の高強度化の気運が高 まり、水素の問題がクローズアップされている。さら には、優れた効率とゼロエミッション性からクリーン エネルギーの主役として有望視されている燃料電 池システムを普及させるため、水素と接する各種 材料の安全性・信頼性の構築が急がれている。大 学にいると、学生の目の輝きから研究に対するモ チベーションの変化を強く感じる。従来は、「水 素」「材料危険」「事故」のような負のイメージ の連鎖があったが、最近は、自動車の軽量化、あ るいは水素エネルギー社会の実現に向け、「水 素」「クリーン環境」「夢の社会」のプラスのイメ ージが定着しつつあり、研究のモチベーションも 数段上がっているように感じる。両者の研究アプロ ーチはほとんど同じなのだが、明るい未来の目標 を持ち、どこまで到達できるかわからないがその目標に向かっていると人は大きな力を発揮し、しかもHappyなのだとつくづく実感した。

超鉄鋼プロジェクトも「未来を拓く超鉄鋼」、「未来社会へ貢献する構



造物」という目標を掲げ、数々の成果を生み出し、中でも水素割れ評価法や実環境で侵入する水素の評価等、一研究機関ではとても成し得ない体系的な研究から貴重な指針を提案されてきた。我々も、水素に関する様々な課題に直面すると、考え方のベースとして常に活用させていただいている。これらの成果は、構造物の安全性だけでなく水素エネルギー社会に向けたインフラ材料の安全性・信頼性確立の研究においてもベースとなる知見であり、波及効果は計り知れない。

生きているということは変化することであり、変化しないものは死だけと言われるように自ら変化していくことは大切だが、次々と変化する時代の流れの中で、「研究組織」や「対象物」は変化しても、「立ち位置は変わらず」の精神で社会を支えるような研究を今後も是非続けていただくことを期待しております。

2. TOPICS

Grain refinement in Al-Mg-Sc alloy during hot ECAP

Oleg Sitdikov and Kaneaki Tsuzaki, Physical Metallurgy Group





The aim of the present research was to study the microstructural evolution in a commercial coarsegrained Al-6%Mg-0.3%Sc alloy subjected to ECAP at 450°C (0.8T_m) to demonstrate the feasibility of obtaining new fine grain structure under hot intense plastic straining conditions. This alloy belongs to the of hard-to-deform advanced materials exhibiting ultrahigh strength at ambient temperature. It can be easily hot worked, while cold forming causes many problems because of high yield stress and relatively low ductility. An evaluation of potentiality of the grain refining in large scale billets of the present alloy at high temperatures seems to be very important for commercial application. The main results can be summarized as followings.

- (1) The starting material in the as-received condition was a rod prestrained by extrusion at 390°C to a strain of about 0.7 followed by annealing at 400°C for 1h. It was composed of coarse elongated grains having a well-developed (sub)grain structure with low-to-moderate angle misorientation and a remarkable fraction of fine recrystallized grains in their mantle regions (**Fig. 1**(a)). The parameters of this microstructure are represented in **Fig. 2** (strain of 0). It is seen that there is a difficulty to obtain a fully developed fine-grain structure in the present alloy by the conventional thermomechanical treatment at around 400°C.
- (2) Subsequent hot ECAP of such <u>pre-worked</u> <u>commercial alloy</u> at 450°C results in a considerable grain refinement (**Fig. 1**(b), (c) and (d)). A new finegrained microstructure with an average crystallite

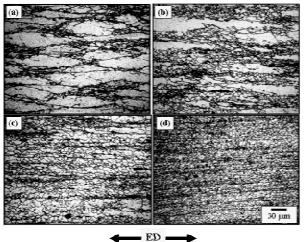


Fig. 1. Typical microstructures developed in Al-Mg-Sc alloy during ECAP at 450°C: (a) ε=0; (b) 1; (c) 4; (d) 12. ED is the extrusion direction.

size of about $2.8 \mu m$ develops at severe strains. The new grains are evolved first in the mantle regions and propagated into the original grain interiors with further deformation.

(3) Strain dependencies of (a) the average misorientation, Θ_{ave} , in the regions of newly developed grains; their volume fraction, V_{rex} , and (b) the average grain size, d_{rex} , are depicted in **Fig. 2**. Both Θ_{ave} and V_{rex} start to increase from 18.7° and 0.35, respectively, just before ECAP; rise at almost constant rates against strain at $\epsilon \leq 4$, and approach to around 35.7° and 0.85 at higher strains. The d_{rex} gradually drops from around 5.5 μm at $\epsilon = 1$ and approaches a constant value of about 2.8 μm at $\epsilon \geq 8$. Such strain dependencies of the microstructural parameters allow us to conclude that grain refinement in the present alloy occurs in accordance with a mechanism of continuous dynamic recrystallization.

It has been shown in the present work that a fairly fine grain structure may be introduced into a heavily-alloyed and/or hard-to-deform Al alloy even at the ECAP temperature that is as high as $0.8T_{\rm m}$. This implies that there is a big potential for obtaining fine grain size in these alloys at elevated temperatures alleviating the difficulties of ECAP.

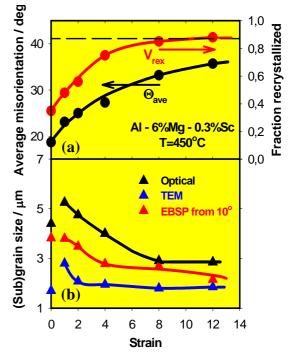
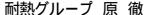


Fig. 2. Effect of hot ECAP on (a) the average misorientation of dislocation/(sub)grain boundaries, Θ_{ave} , in the fine-grained regions; the fraction of fine grains, V_{rex} and (b) the average (sub)grain size evolved, d_{rex} ;.

3. TOPICS

極低炭素耐熱鋼におけるナノ析出物の透過電顕による キャラクタリゼーション





目的

我々のグループでは、これまで種々の方法で耐熱鋼の特性向上指針を得るための研究を行ってきた。その中で、耐熱鋼を極低炭素化することによって、クリープ強度および寿命を従来鋼より遙かに高めることに成功した。それは、極低炭素化により、高温使用中に粗大化しやすいCrリッチのM23C6炭化物を極力低減化し、代わりに粗大化しにくいナノスケールの窒化物(MX)をマトリクス中だけでなく粒界上にも高密度に析出させることができるためである。クリープ特性のさらなる向上のためにはMX析出物の高温長時間安定化が不可欠なため、まず、MX析出物の長時間安定性評価のキャラクタリゼーション手法についての検討を行った。

試験材と評価方法

試験材として極低炭素9Cr耐熱鋼を用い、熱処理ままおよびクリープ中断試験(650 ,225MPa,300時間)後のものを用いた。クリープ中断条件は最小クリープ速度を示す時間域に相当する。また、キャラクタリゼーション手法として透過型電子顕微鏡を用い、エネルギーフィルタやEDXによる元素分布マッピング、高分解能電顕観察等の観察から、析出物の大き

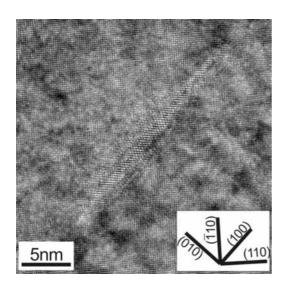


図1 クリープ中断試験後の MX 析出物 (650 ,225MPa,300 時間)

さ、分布、成長挙動などを測定した。 クリープ試験によるMX析出物の変化

MX析出物の安定性を評価するためにクリープ 中断試験前後の試料について、MXの大きさ等を評 価した結果を以下に示す。図1に、クリープ中断試 験後のラス内に析出したMXの透過電顕写真を示す。 この析出物はマトリクス()の{100}に平行に Baker-Nuttingの方位関係を持って析出した板状MX を板面に平行に観察したものであるが、クリープ中も この方位関係は保たれていることがわかる。クリープ 試験前はMXの大きさは、稜の長さ10nm.厚さ1nmで あったが、試験後(図1)はそれぞれ20nm, 1.7nmとな っており、クリープ試験中にアスペクト比はほとんど 変化せず相似形で成長していることがわかった。図 2のような高分解能電顕写真のフーリエ変換像から マトリクス-MX間の格子ミスフィット値を直接計算する と約2%と求められた。高分解能電顕写真でマトリクス -MX界面のミスフィット転位の観察をすると、導入さ れている転位数はこの値から予測される数よりも少 ないため、歪をある程度弾性的に緩和していると考 えられる。今後は、各種粒界上の析出物についても 同様の観察を行う予定である。

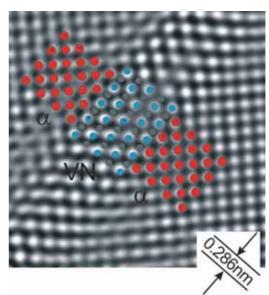


図2 クリープ中断試験後のマトリクス()-MX 析出物の界面構造(650 .225MPa,300 時間)

4. センター便り

超鉄鋼ワークショップ in Paris 開催報告

97年に第1期がスタートした超鉄鋼プロジェクトは、 今年度が第2期の最終年度にあたります。この節目 に、NIMSでは、本プロジェクトの成果を広く世界に アピールし、構造材料研究の将来展開を世界中で 考えるための活動としてStructural Materials Caravan を今年度から展開しております。この一環として、 2005年12月15, 16日、パリにおいて超鉄鋼研究の国 際ワークショップを開催致しました。フランス鉄鋼協 会 (ATS)、フランス金属学会 (SF2M) とNIMSの3者 が共催し、ATSが主催する鉄鋼技術研究の年次講 演大会 (International ATS Steelmaking Conference) の特別セッションとして企画されたものです。5会場 で2日間にわたって開催された会議の参加者は全 体で約600名、このうち超鉄鋼セッションへは約100 名の参加があり、立ち見が出るほどの盛況ぶりでし た。

岡田NIMS名誉顧問のopening address (写真)の後、 岸理事長よりStructural Materials Caravanの趣旨説 明、長井センター長より超鉄鋼プロジェクト成果の概要紹介を行って、セッションが開始されました。主な セッションの構成は、(1) UFG and SPD: microstructural evolution, related properties、(2) TWIP-TRIP、(3) Corrosion and Creep Resistance、(4) Fine Precipitationとなっています。招待講演として、 牧正志先生(京都大)、欧州地区からはDr. G. Buzzichelli (CSM,伊)、Prof. W. Bleck (RWTH Aachen,独)をはじめとする著名な研究者の方々に 最新の成果を含む鉄鋼研究の動向について紹介 頂きました。

NIMSからは7編の成果報告を行い、セッション全体で31編の論文が発表されました。討論も活発に行われ、NIMSからの発表には多くの質問が集まり、欧州の先端鉄鋼研究者との議論を深める大変貴重な機会となりました。また、会議の参加者の中には、先端材料を製品化するための投資コンサルティングを行う欧州企業からの参加者が多く、この会議がニーズとシーズのマッチングを進める重要な機会として機能していることは、非常に興味深い点でした。Structural Materials Caravanは、今後も各地・各分野で展開する予定ですが、NIMSの成果普及と研究者交流を世界的に進める機会として、さらに充実させていきたいと考えています。

(担当:津崎兼彰 大村孝仁)



1月の出来事・行事		今後の予定	
H18.1.12	アメリカ バージニア大学材料工学科	H18.2.7-9	Int'l Conference & Exhibition on
	とのMOU調印		Pressure Vessels and Piping
H18.1.13	第244回塑性加工シンポジウム		(OPE2006)(チェンナイ、インド)
	(明治大学 大学会館第1・第2会議室)	H18.2.15-16	NIMSフォーラム2006
H18.1.30-31	2005年度LMPシンポジウム「レーザ溶接		(東京国際フォーラム、日本)
	- その新展開と継手特性」	H18.3.9	西海岸超鉄鋼ワークショップ(バ
	(NIMS)		ークリー、米国)
		H18.3.12-16	135th Annual Meeting & Exhibition
			(TMS2006)(サンアントニオ、米
			国)
		H18.3.24	超鉄鋼プロジェクト報告会(関係
			者対象)(NIMS)