

鉄鋼材料の簡便なプロセスによる結晶粒超微細化原理を発見

—動的相変態と動的再結晶による高強度・高延性バルクナノ鉄鋼の実現—

趙 立佳 (ZHAO, Lijia) 工学研究科材料工学専攻博士後期課程学生 (現・米国・コロラド鉱山大学)、柴田暁伸・同准教授、辻 伸泰・同教授・京都大学構造材料元素戦略研究拠点 (Elements Strategy Initiative for Structural Materials: ESISM、拠点長：田中 功・京都大学教授) PI らは、既存のバルク金属材料の製造プロセスにも適用可能な簡便な加工熱処理プロセスによって鉄鋼材料の結晶粒超微細化を達成する原理を見出しました。平均結晶粒径 $1 \mu\text{m}$ 以下の超微細結晶粒金属材料 (バルクナノメタル) は、合金元素の添加を必要とせずに従来粒径 (数十 μm 以上) 材の4倍にも達する高強度や優れた低温靱性を示すことから、次世代の構造材料としておおいに注目されています。しかし結晶粒超微細化は実験室での特殊なプロセスでしか実現できておらず、大型素材への適用 (実用化) が進んでいません。本研究で著者らは、0.1%C 低炭素鋼において高温相オーステナイトからの動的相変態によって微細フェライトを形成し、それを引き続き動的再結晶させることによって、最小平均粒径 $0.35 \mu\text{m}$ (350 nm) の等軸超微細粒フェライト組織を得ることに成功しました。得られた超微細粒フェライトは引張強さ 973 MPa の高強度と、全伸び 23% の大きな引張延性を示しました。本成果は、力学特性に優れた超微細粒鉄鋼材料の新しい創製原理を見出し、その実用化にも道を拓く重要な成果です (図1)。

本研究成果は、Nature グループのオンライン科学誌 *Scientific Reports* に掲載されました。

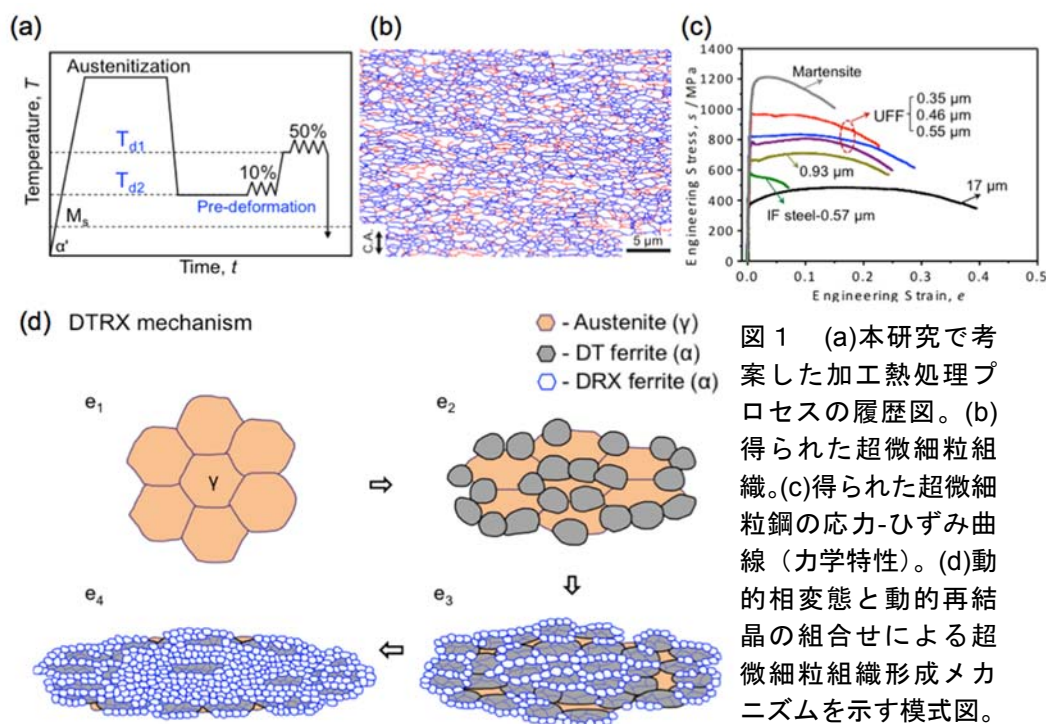


図1 (a)本研究で考案した加工熱処理プロセスの履歴図。(b)得られた超微細粒組織。(c)得られた超微細粒鋼の応力-ひずみ曲線 (力学特性)。(d)動的相変態と動的再結晶の組合せによる超微細粒組織形成メカニズムを示す模式図。

1. 背景

構造材料は社会のあらゆる場面で用いられており、我々の生活の安全と安心を保証する極めて重要な要素です。また最近では、自然災害やエネルギー問題、希少資源の枯渇問題などを考慮し、より高強度化して部材を軽量化するとともに、延性・靱性を維持し、しかもそれを単純な化学組成で実現するという難しい課題が構造材料には突きつけられています。バルク金属材料は多数の結晶粒で構成される多結晶体ですが、結晶粒微細化強化は単純な化学組成での高強度化が可能であることから注目されています。従来の金属材料における最小平均粒径が $10\mu\text{m}$ であったのに対し、最近結晶粒径を数百 nm ($0.1\mu\text{m}$) まで超微細化することが可能となり、超微細粒金属材料（バルクナノメタル）の研究が世界中で活発に行われています。超微細粒金属材料は、**図 2** に示すように通常粒径材（平均粒径数十 μm ）の 4 倍にも達する高強度を示します。我が国でも科学研究費・新学術領域研究「バルクナノメタル」が 2010～2014 年度に実施され、京都大学構造材料元素戦略研究拠点でもバルクナノメタルを重要な研究対象の一つと位置付けています。

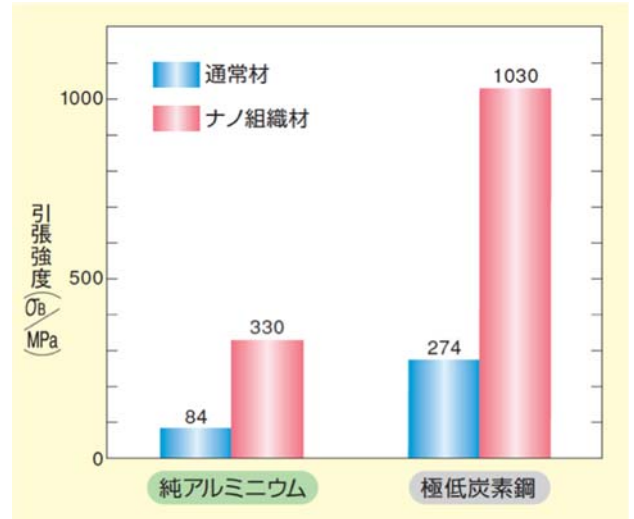


図 2 平均粒径 $0.2\mu\text{m}$ の超微細粒組織（ナノ組織）あるいは通常粒組織（平均粒径数十 μm ）を有する純アルミニウムおよび極低炭素鋼の引張強度。

超微細粒研究のブレークスルーは、バルク材に非常に大きな塑性変形を与える巨大ひずみ加工によって結晶粒径数十～数百 nm のナノ結晶・超微細粒組織が得られることが見出されたことにあります。しかし巨大ひずみ加工を施すには、種々の特殊な加工プロセスを用いる必要があります。一方、金属材料の大量生産は巨大な生産設備を用いて実施されており、こうした既存の設備を活用して組織制御ができないと、超微細粒大型バルク材を実用化することは困難です。また、巨大ひずみ加工により作製された超微細粒材料は、強度は高いが延性に乏しいという欠点を有していました。

今回の研究結果は、実用上最も重要な鉄鋼材料において、こうした二つの問題をともに解決することのできる重要な成果です。

2. 研究手法・成果

本研究では Fe-10\%Ni-0.1\%C (wt.%) を用いて実験研究を行ないました。これは世の中で幅広く用いられる低碳素鋼の一種であり、フェライト変態温度を下げるために 10% のニッケル (Ni) を添加しています。この鋼に対し、高温加工熱処理物理シミュレーターを用いて様々な履歴の加工と熱処理の組み合わせを施し、形成される組織を、走査電子顕微鏡 (SEM) を用いた EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction) 解析や透過電子顕微鏡 (TEM) 観察などにより系統的に調べました。その結果、適切な加工熱処理を施すと、巨大ひずみ加工を必要とせずに平均粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の超微細フェライト組織が獲得可能であることが明らかとなりました。さらに、超微細粒フェライト組織の形成には、オーステナイトからフェライトへの動的相変態（高温での加工中に生じる相変態）と得られたフェライトの動的再結晶（高温での加工中に生じる再結晶）という二つの現象が重要な役割を果たしていることが明らかとなりました (**図 1 (d)**)。動的再結晶により形成されるフェライトは、微細に核生成し、周囲に残存するオーステナイトによって粒成長を抑制され、微細粒組織を保ちます。さらに、高温ではオーステナイト相の方が硬質であるため、軟質なフェライト相に変形が集中し、動的再結晶が加速されると共に、微細な動的再結晶粒が形成されます。こうした形成機構は、本研究で初めて明らかとなったものです。

上記の理解をもとに、筆者らはさらに **図 1 (a)** のような加工熱処理プロセスを考案しました。すなわち、オース

テナイトを低い温度 T_{d2} まで過冷して 10%程度の弱加工を加え、オーステナイト中に転位等の格子欠陥を導入します。これを十分原子拡散が生じる温度 T_{d1} に復熱して二段目の加工を加えることで、動的相変態と動的再結晶の両方が加速されるのです。このプロセスにより、**図 1 (b)**のように最小平均粒径 $0.35 \mu\text{m}$ の超微細粒フェライト組織が得られました。この超微細フェライト粒は再結晶組織でもあるため、**図 1 (c)**に示すように、高い強度と大きな延性を併せ持ちました。最大引張強さ 973MPa という値は、低炭素鋼のフェライト組織としては特筆すべき高強度です。また 20%以上の引張延性も得られており、これは幅広い応用用途にとって十分な延性です。

3. 波及効果、今後の予定

鉄鋼材料は社会で用いられる金属材料の 90%以上を占める極めて重要な材料です。そうした鉄鋼材料（低炭素鋼）で力学特性に優れた超微細粒組織を得ることに成功した本成果は、社会的にも大きな波及効果を及ぼし得るものです。また、今回用いた加工熱処理プロセスは、鉄鋼産業の既存の生産設備での実施も可能な現実的プロセスであり、実用化の観点からも意義深いものです。

4. 研究プロジェクトについて

文部科学省元素戦略プロジェクト・研究拠点形成型「京都大学構造材料元素戦略研究拠点 (Elements Strategy Initiative for Structural Materials: ESISM)」

<論文タイトルと著者>

タイトル : Combination of dynamic transformation and dynamic recrystallization for realizing ultrafine-grained steels with superior mechanical properties.

著者 : Lijia ZHAO (趙 立佳 : 京都大学大学院生、現・米国・Colorado School of Mines 研究員) , Nokeun PARK (朴 魯謹 : 京都大学大学院生・研究員、現・韓国・嶺南大学助教) , Yanzhong TIAN (田 艶中 : 京都大学研究員、現・中国科学アカデミー金属材料研究所准教授) , Akinobu SHIBATA (柴田 暁伸 : 京都大学准教授) and Nobuhiro TSUJI (辻 伸泰 : 京都大学教授)

掲載誌 : *Scientific Reports*