

# 巨大ひずみ加工鉄鋼材料の水素脆化に及ぼす 格子欠陥の中性子小角散乱による階層化

Hierarchization of lattice defects by small-angle neutron scattering in severe plastic deformed steels

利用者 戸高 義一<sup>1)</sup>、森迫 和宣<sup>2)</sup>、大沼 正人<sup>3)</sup>、大場 洋次郎<sup>3)</sup>、鈴木 淳市<sup>4)</sup>、梅本 実<sup>1)</sup>  
Yoshikazu TODAKA<sup>1)</sup>, Kazunobu MORISAKO<sup>2)</sup>, Masato OHNUMA<sup>3)</sup>, Yojiro OBA<sup>3)</sup>, Jun-ichi SUZUKI<sup>4)</sup>, Minoru UMEMOTO<sup>1)</sup>

所属 1)豊橋技科大(工)、2)豊橋技科大(院)、3)物質・材料研究機構、4)原子力機構

## 概要

バルク形状不変巨大ひずみ加工法の一つである HPT (High-Pressure Torsion) 加工により、高密度に格子欠陥を有するサブミクロン結晶粒組織からなる極低炭素鋼を作製した。また、HPT 加工後に熱処理することで、著しい粒成長なしに格子欠陥を回復させた試料を作製した。これらについて中性子小角散乱実験を行なった結果、巨大ひずみ加工により導入された高密度格子欠陥の階層化が可能であることが分かった。

## キーワード

Lattice Defect, Ultrafine-Grained Structure, Ultra-Low Carbon Steel, Severe Plastic Deformation, High Pressure Torsion, Small-Angle Neutron Scattering.

## 1. 目的

近年、HPT (High-Pressure Torsion) 法や ECAP 法等のバルク形状不変巨大ひずみ加工法が開発され、理論的には無限大の歪を試料に導入することが可能となった。このような方法で加工を行なった金属材料は、高密度に格子欠陥を有するナノ・サブミクロン結晶粒組織からなり、従来の材料では得られなかった高強度と高延性を両立した優れた力学特性を示すことが明らかとなりつつある[1]。しかしながら、高強度化した鉄鋼材料では水素脆化が顕在化するため、その利用が制約される。最近の研究において、HPT 加工した極低炭素鋼では、熱処理 (200 °C, 1h) と組合せることで、優れた引張特性を維持したまま水素脆化を抑制できることを明らかにした[2]。水素脆化において拡散性水素の挙動が重要で、それと相互作用する格子欠陥種を明らかにすることが、水素脆化メカニズムの解明につながる。水素脆化する HPT 加工後の高密度格子欠陥を有するサブミクロン結晶粒組織からなる極低炭素鋼と、水素脆化が抑制される HPT 加工と熱処理を組合せた試料との格子欠陥種の違いを調査し、水素脆化に大きな影響を及ぼす格子欠陥種を明らかにすることを最終目標として、本研究では、HPT 加工・熱処理した極低炭素鋼の格子欠陥による中性子小角散乱挙動を調査した。

## 2. 方法

直径 20 mm, 厚さ 0.85 mm の極低炭素鋼 (Fe - 11 mass ppm C) の円板を、圧縮圧力 5GPa, 回転速度 0.2rpm, 回転回数  $N = 5$  の条件で HPT 加工した。また、HPT 加工後 200 °C, 1 h の熱処理を行なった試料も作製した。HPT加工・熱処理した試料について、波長 0.65nm の冷中性子ビームを用いて、室温、1T の磁場中で中性子小角散乱実験を行なった。散乱強度の最も強い方向の成分と、それから 90° 傾けた方向の成分に分離した。後者の成分を核散乱として解析した。HPT 円板中心から距離  $r = 3.2\text{mm}$  の位置を TEM により組織観察した。また、 $r = 2\text{mm}$  の位置が引張試験片の平行部 (長さ 2.8mm, 幅 2mm, 厚さ 0.5mm) 中心となるように切り出して引張試験 (初期歪速度  $1 \times 10^{-3}$ ) を行なった。

## 3. 研究成果・考察・結論

図1 に TEM 観察の結果を示す。HPT 加工まま材では、高密度な転位を有する結晶粒径 200nm 程度の組織が観察された。ビッカース硬さは、 $Hv$  3.6GPa であった。HPT加工後に熱処理を行なった試料では、著しく粒成長することなく、回復していることが分かる。また、ビッカース硬さの低下も見られなかった。XRD により転位密度を測定した結果、HPT 加工まま材では  $3.5 \times 10^{15}\text{m}^{-2}$  の高い転位密度を示したが、熱処理することで転位密度は  $5.1 \times 10^{14}\text{m}^{-2}$  に減少した。引張試験の結果 (図 2)、熱処理材では引張強度が僅かに減少するものの、HPT 加工まま材と大きな変化は見られず、ビッカース硬さの変化と矛盾しない。これらの試料について中性子小角散乱実験を行なった結果を 図3 に示す。HPT 加工まま材・熱処理材ともに、無加工材に比べて、測定した散乱ベクトル  $q$  の全範囲で散乱強度  $I$  が高い値を示した。特に  $q = 2 \times 10^{-1}\text{nm}^{-1}$  を中心に高い値を示した。  $q = 2 \times 10^{-1}\text{nm}^{-1}$  付近の範囲において、HPT 加工まま材に比べて熱処理材でやや低い強度であったことから、この変化は転位組織に起因するものと考えられる。これらの結果から、巨大ひずみ加工により導入された高密度格子欠陥の階層化が、中性子小角散乱により可能であることが分かった。

## 4. 引用(参照)文献等

- [1] Y. Todaka, H. Nagai, Y. Takubo, M. Yoshii, M. Kumagai, M. Umemoto, International Journal of Materials Research Vol.100 (2009) p.775-779.  
[2] Y. Todaka, K. Morisako, M. Kumagai, Y. Matsumoto, M. Umemoto, Advanced Materials Research Vols.89-91 (2010) p.763-768.

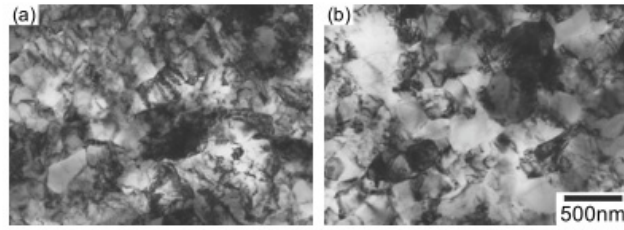


図1 (a) HPT加工(圧縮圧力5 GPa, 回転速度0.2 rpm, 回転回数 $N = 5$ )後、および、その後に (b) 熱処理(200 °C, 1 h)した極低炭素鋼(Fe・11 mass ppm C)のTEM組織。観察位置: HPT円板中心から距離 $r = 3.2$  mmの領域。

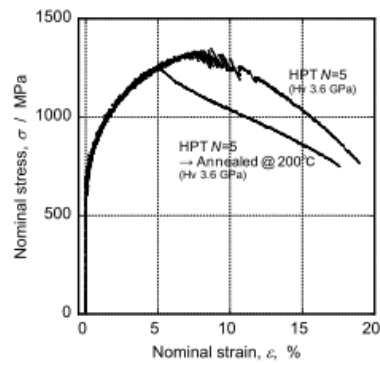


図2 HPT加工後、および、その後に熱処理した極低炭素鋼の引張試験(初期歪速度 $1 \times 10^{-3}$ )結果。引張試験片の平行部サイズ: 長さ2.8 mm, 幅2 mm, 厚さ0.5 mm。平行部の位置: HPT円板中心から距離 $r = 2$  mmを中心とした領域。

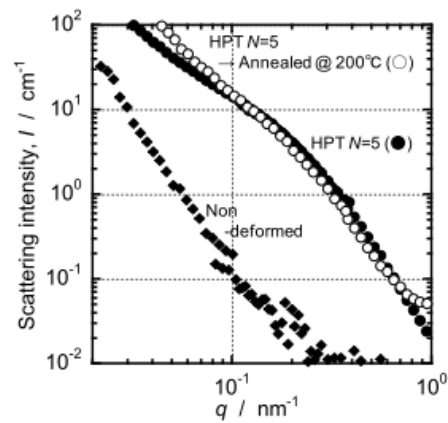


図3 HPT加工後、および、その後に熱処理した極低炭素鋼の中性子小角散乱(波長0.65 nm, 冷中性子ビーム, 室温, 1 T)結果。