

HPT加工で作製したサブミクロン結晶粒極低炭素鋼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 submicrocrystalline ultra-low carbon steel produced by high-pressure torsion

利用者 戸高 義一¹⁾、森迫 和宣²⁾、大沼 正人³⁾、大場 洋次郎³⁾、鈴木 淳市⁴⁾、梅本 実¹⁾
Yoshikazu TODAKA¹⁾, Kazunobu MORISAKO²⁾, Masato OHNUMA³⁾, Yojiro OBA³⁾, Jun-ichi SUZUKI⁴⁾, Minoru UMEMOTO¹⁾

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 加工後に陰極水素チャージした試料も作製した。これらについて中性子小角散乱実験を行なった結果、散乱に寄与する格子欠陥のサイズが水素により大きく変化することが分かった。

キーワード

Hydrogen, 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, 1 h) 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。本研究では、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、それに水素を吸蔵した試料について、中性子小角散乱挙動を調査した。

2. 方法

直径 20mm、厚さ 0.85mm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 加工後に陰極水素チャージした試料も作製した。これらの試料について、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 $r = 3.2$ mm の位置を TEM により組織観察した。また、 $r = 2$ 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 1×10^{-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 加工まま材は、高密度な転位を有する結晶粒径 200nm 程度のサブミクロン結晶粒組織が観察された。XRD により転位密度を測定した結果、 $3.5 \times 10^{15} \text{m}^{-2}$ の高い転位密度を示した。この試料に陰極水素チャージした結果、17.7 mass ppm H (昇温脱離分析) の高濃度な水素を吸蔵することが分かった。引張試験の結果 (図2)、HPT 加工まま材では高強度・高延性を示すものの、水素チャージ材では弾性域の低い応力で破壊し、水素脆化することが分かった。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 加工まま材では、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。しかしながら、陰極水素チャージにより $q = 2 \times 10^{-1} \text{nm}^{-1}$ 付近の強度が低下した。水素チャージ材を 12.5 h 大気中で放置 (水素を脱離) することで再び強度が高くなることから、散乱に寄与する格子欠陥のサイズが水素により大きく変化することが分かった。

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.

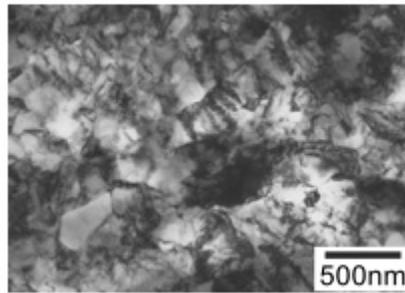


図1 HPT加工（圧縮圧力 5 GPa, 回転速度 0.2 rpm, 回転回数 $N = 5$ ）した極低炭素鋼（Fe - 11 mass ppm C）のTEM組織。観察位置: HPT円板中心から距離 $r = 3.2\text{mm}$ の領域。

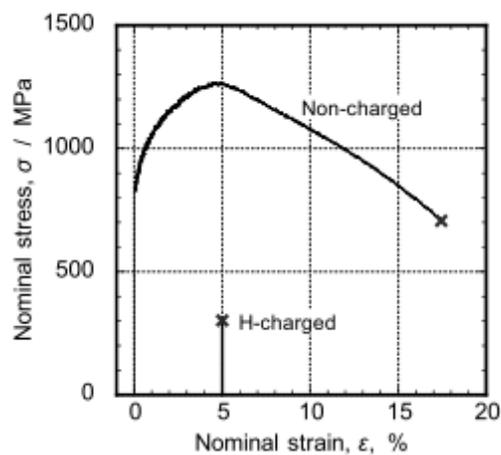


図2 HPT加工後、および、その後に陰極水素チャージした極低炭素鋼の引張試験（初期歪速度 1×10^{-3} ）結果。引張試験片の平行部サイズ: 長さ 2.8 mm, 幅 2 mm, 厚さ 0.5 mm, 平行部の位置: HPT円板中心から距離 $r = 2\text{ mm}$ を中心とした領域。

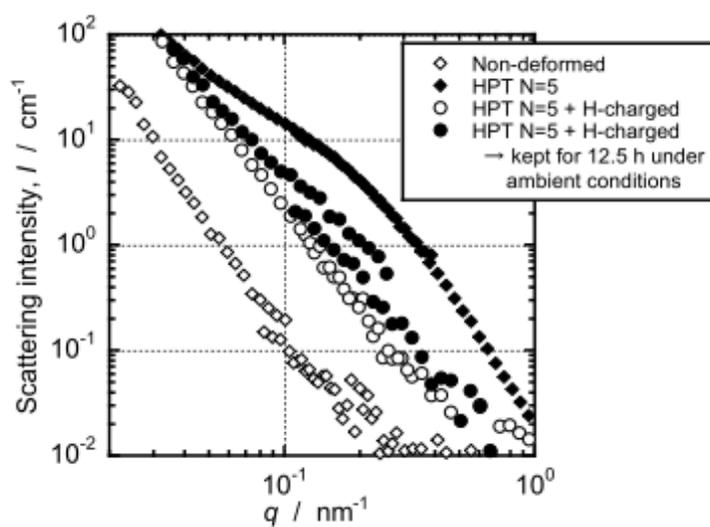


図3 HPT加工後、および、その後に陰極水素チャージした極低炭素鋼の中性子小角散乱（波長 0.65 nm, 冷中性子ビーム, 室温, 1 T）結果。