

その場観察を用いたオースフォームドベイナイト鋼における 脆性破壊初期亀裂発生機構の解明

Investigation on the mechanism of brittle crack initiation

of ausformed bainite steel by in-situ observation

東京大学 工学系研究科 システム創成学専攻 37-156299 浅子 翔平
指導教員 川畑 友弥 准教授

提出日: 2017 年 1 月 25 日

Keywords: brittle fracture, micromechanism, ausforming, bainite, martensite, in-situ obserbation

1. 序論

年々増加するエネルギー需要問題の解決に向けて、各国が安定的にエネルギーを獲得すべく奔走している^[1]。我が国でも近年、偏在性の比較的低い天然ガスへの需要が高まっている。天然ガスを始めとするガス資源の輸送手段は、パイプラインが主流であり今後も増加するエネルギー消費量の安定供給インフラとして、パイプラインへの需要も同時に高まっていくと考えられている。パイプラインは大口径の鋼管が用いられるが、高効率化と使用環境の過酷化を背景に、高強度・高靱性への社会的要求が絶えることがなく、それに答えるべくして生まれた TMCP 技術こそが現代のエネルギーインフラを支えている。TMCP 技術の最大の特徴は精密な温度制御による未再結晶温度域での高圧下圧延であり、これにより結晶粒の微細化が進み、強度・靱性バランスに優れた高品質なオースフォームドベイナイト鋼となる^[2]。一般的に結晶粒径を小さくすることは材料の高強度・高靱性化に有効であると考えられている^[3]。しかしながらさらなる高効率化のために、高強度・高靱性鋼への要求は続いており、鉄鋼メーカー各社が効率的な高強度・高靱性鋼の開発に明け暮れている。これらの劇的改善には、キーテクノロジーの峻別、つまり脆性破壊メカニズムの真の解明が必須となるが、微視組織の観点でのマイクロメカニズムには未だに明確ではない。よって本研究ではこれらのオースフォームドベイナイト鋼の脆性破壊メカニズムを解明することを目的とし、①従来知見に則った脆性破壊現象のモデル化によって、材料の脆化に支配的な因子を調査し、②従来にない特殊な形状を有する特殊圧縮試験片を使用し、脆性破壊素過程をその場観察することで脆性破壊現象に繋がるマイクロメカニズムを明らかにすることを試みた。

2. 供試材作成

本研究に使用する材料の化学成分は天然ガス輸送に用いられることが多い化学成分を有する者の中でも X70-80 クラスをターゲットとしている。Table 1 に一般的な X70-80 の化学組成を示す。

本試験はこれらの化学組成をベースに、Cr や Nb などの添加物を加えたうえで、P と S の量に多寡をつくることで、A~D の 4 種類の鋼種を作成した。鋼材の作成は①インゴットの作成②熱間鍛造③鍛造材の切断の 3 工程を経て作成され、その後に TMCP 工程を模擬した加工フォーマスタ試験を行い、実際の TMCP パイプライン鋼を模擬したマイクロ組織を有する材料へと作り込む。加工フォーマスタ試験は Thermecmaster-Z (Fuji Electronic Industries Co.,Ltd)を用いて行う。実験室的環境で作成することで、低コストであり、かつ外乱を除外した条件で組織を作成することが可能になる。

Table 1 Chemical composition of X70-80

	C	Si	Mn	P	S	Ceq	Pcm
X70M specification	0.12 max*	0.45 max*	1.70 max*	0.025 max	0.015 max	0.43 max	0.25 max
X80M specification	0.12 max*	0.45 max*	1.80 max*	0.025 max	0.015 max	0.43 max*	0.25 max

加工フォーマスタ試験における熱加工履歴 6 種類あり、加工温度が{700℃、850℃}の 2 通り、加工率が{25%、50%、75%}の 3 通りである。試験片のマーキングは(鋼種)-(加工温度)-(加工率)の様につけられる。Fig. 1 に熱加工フォーマスタの熱加工履歴を示す。また、本研究において対象とした試験片種を Table 2 に示す。

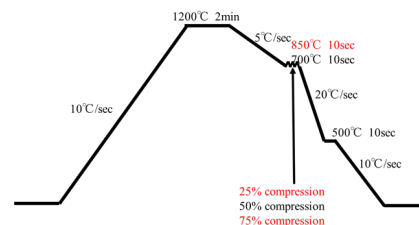


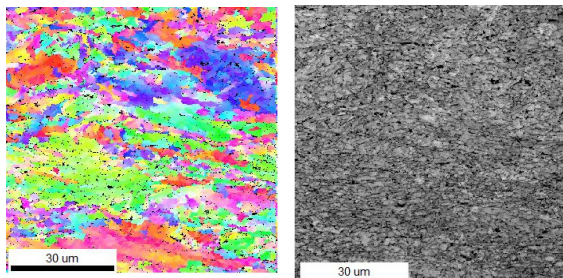
Fig.1 History of each specimen

Table 2 Type of specimen

	700℃			800℃		
	25%	50%	75%	25%	50%	75%
A			○	○		
B			○			
C	○	○	○	○	○	○
D			○	○		

3. ミクロ組織キャラクタリゼーション

熱加工フォーマスタによる組織作成シミュレーションを行った試験片について、ミクロ組織のキャラクタリゼーションを行った。熱加工を受けた試験片材料の中央断面図について EBSD 分析を行い、結晶方位図を得た。Fig. 2 は C-700-75 のミクロ組織断面図である。この図から、初析フェライトが認められず、圧縮を受けた方向に扁平な旧々粒界を持つベイナイト組織を有していることがわかり、ターゲットとしていた X-70-80 パイプライン用鋼の模擬作成に成功したといえる。次に EBSD 分析データから有効結晶粒径分布を取得した。この際、隣接する2つの結晶粒の方位差が 15°以内であれば同一粒であるとみなしている。得られた有効結晶粒径分布から、各熱加工履歴を有する材料の平均結晶粒径及び最大結晶粒径について調査したものを Fig.3,4 に示す。



IPF IQ
Fig.2 Microstructure of C-700-75

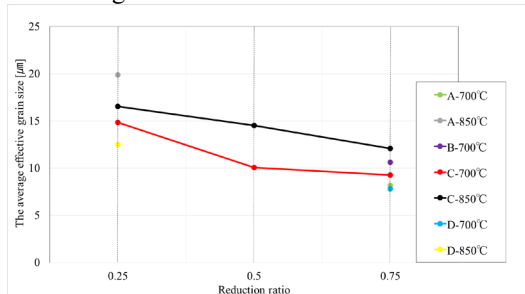


Fig.3 The average effective grain diameter

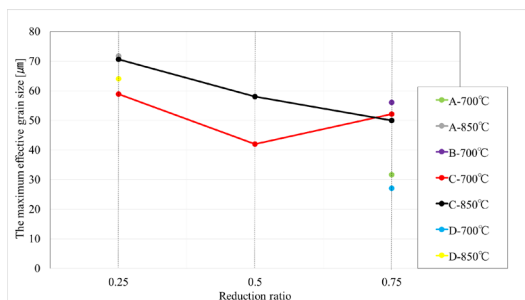


Fig.4 The maximum effective grain diameter

Fig.3,4 から、結晶粒径に平均結晶粒径に関しては圧下率を上げることで小さくなるが、最大の結晶粒径に関しては平均結晶粒径程圧下率との相関は見られなかった。このことから、高圧下を受ける材料においても圧延による微細化を免れる

粒が局所的に存在する可能性があることが示唆される。

4 従来モデルを用いた靱性評価モデル

Table 2 に示した鋼種において微小な 3 点曲げ試験を行った。試験は全て-196°C液体窒素下で行い、破断に至るまでの押し治具の荷重-変位曲線を取得した後、脆性破断した材料の破面を観察することで破面単位及び破壊起点も計測した。破面単位の計測結果を Table 3 に示す。Fig.3 を比較することより、脆性破壊起点となるのは平均的な結晶粒に比べ粗大な結晶粒であることがわかる。また、同時に C-700-75 試験片の-196°C微小引張試験も行い、FEM 解析に用いる材料構成式を取得した。FEM は汎用計算ソフト Abaqus6.14-1 の陰解法を使用する。

Table 3 Fracture facet diameter [µm]

700-75	A	B	C	D
Fracture Facet [µm]	26.3	39.78	47.7	49.9

FEM 解析によって 3 点曲げ試験を再現し、破断時の押し治具の変位を与えた時の脆性破壊起点座標における最大主応力を取得した。その結果を Fig.5 に示す。Fig.5 から 75%圧下材は非常に靱性値が良いことがわかる。ここで、Fig.2 と Table 2 は粗大粒近傍において脆性破壊起点が発生しやすいことを示し、Fig.3 は最大結晶粒径が圧下率の影響をそれ程受けないことを示していることから、結晶粒の微細化だけでは 3 点曲げ試験結果に示された「高圧下材料が高靱性である」という結果を説明することはできない。よって本研究では、脆性破壊発生核となる^[4]と考えられている MA(Martensite-Austenite Constituent)に着目し、材料靱性を予測するモデルを作成した。

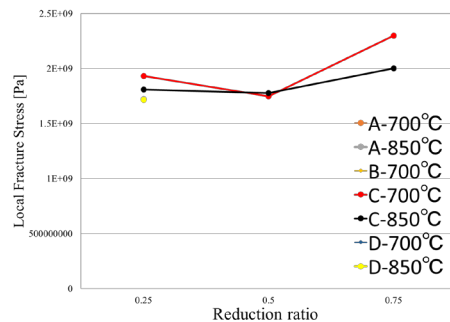


Fig. 5 Local fracture stress

まず既に取得済みの EBSD 分析画像を画像処理し、ミクロ組織中に偏在している MA を楕円近似し、その長径分布と面積分率を取得する。面積分率と体積分率は等しく、MA の割れ率を一定値 0.01 と仮定した上で、MA の長径分布を考慮することで、要素体積中の初期亀裂(マイクロクラック)の長さ分布を取得することができる。初

期亀裂の長さとして MA の長径長さを使用する理由は後述する。こうして得られた初期亀裂長さ分布に対して下式(1)で表された、Griffith のエネルギーバランスを考慮することで、初期亀裂が母相マトリックスへ伝播する際の局所限界応力の分布を取得することができる。ここで、 γ_{eff} は有効表面エネルギーであり、 E はヤング率、 ν はポアソン比、 d は初期亀裂の長さ分布である。

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{\pi E \gamma_{eff}}{(1-\nu^2)d}} \quad (1)$$

各鋼種において破壊確率 50%となる局所限界応力を Fig.6 に示す。Fig.6 は圧下率の増加によって材料が高靱性化する傾向を捉えており、実際の経験的な知見と整合している。Fig.7 に最大結晶粒径とそれが観察された鋼種の局所限界応力の関係を、Fig.8 に観察された MA の最大長径とその鋼種における局所限界応力の実験値をプロットした。Fig.7 から最大結晶粒径と局所限界応力には緩やかな相関があるものの、3章で論じたように圧延履歴と最大結晶粒径の間に明確な相関がない。一方で、Fig.8 で示すように、脆化相の最大長径と局所限界応力を整理してみると粗大な脆化相の存在による脆化効果をはっきりと示されている。このことから、圧延による有効結晶粒の微細化はオースフォームドベイナイト鋼高靱性化への本質的な支配因子ではなく、全体の靱性を支配しているのは特に粗大な脆化相の存在であると結論付けられる。

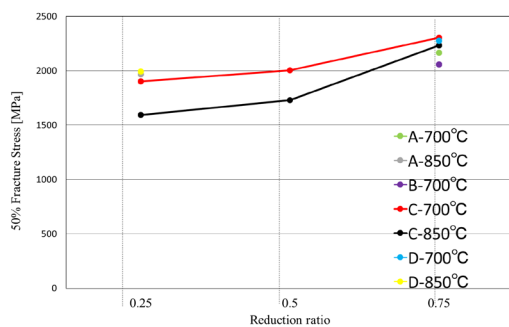


Fig.6 Local fracture stress

5. 特殊試験による脆性破壊素過程の観察

4章で述べた靱性評価モデルは脆化相に着目

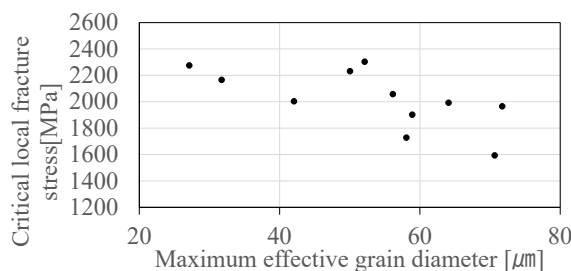


Fig.7 Local fracture stress and maximum grain size

して靱性評価を行い、一定の整合性を得られたといえる。しかしながら局所限界応力を求めるプロセスを詳細に振り返ってみると、計算過程に、結果を合わせ込む働きをするパラメータ γ_{eff} が存在している、脆性破壊初期亀裂発生頻度を一定値にしているなど、本研究の目的である真のマイクロメカニズムを抽出する観点に立つと必ずしも適正なものではない可能性は否定できない。モデル計算は簡易的に靱性予測を行うことを主目的としているため実現象の解明に深く立ち入らないという背景がある。しかしながら上述した様に、さらなる高靱性鋼の開発には脆性破壊メカニズムの解明が必要である。

これまでにも脆性破壊メカニズム解明のために様々な研究が行われてきたが、それらは脆性破壊現象が起こった後に、その起点近傍について詳細に調べるとい性質のものであった。しかしながらこれらの手法では脆性破壊起点を直接観察できない上に、事後的な現象理解の域を出ない。よって本論では、Fig.9 に示すような脆性破壊に至るマイクロメカニズムをその場観察できる特殊形状の微小試験片を考案し、脆性破壊の素過程を直接観察することを試みた。

本試験片の特徴は Fig.10 に試験片断面図を示すように、試験片全体に圧縮荷重を負荷した際に試験片の表層領域で最大主応力が最も高くなることである。脆性破壊は応力支配が他であり、主応力が高い程脆性起点となりやすいと考えられているが、本試験片はこの特徴から、脆性破壊起点が表層部に位置する可能性が高く、表層部を研磨し、観察をしながら圧縮荷重をすることで、脆性破壊の起点において脆性破壊が発生するプロセスを観測することができると考えられる。よってこの試験片を用いて、脆性破壊の素過程、特に母相結晶粒がマイクロクラックに与える影響について調査をすることにする。

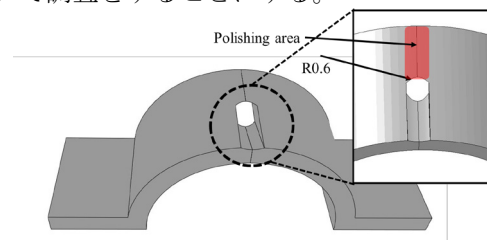


Fig.9 Overview of specimen

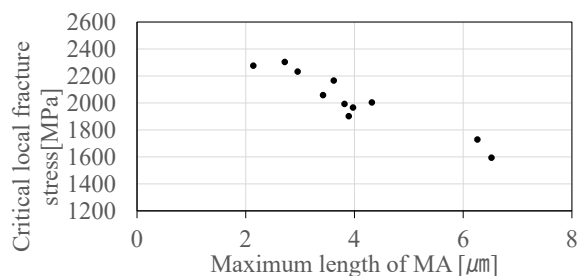


Fig.8 Local fracture stress and maximum MA size

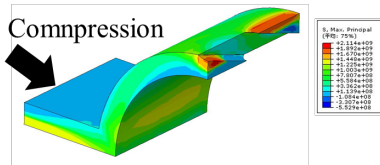


Fig.10 Max principal distribution

まず、Fig.9 に示したハッチング領域を研磨を施した後、この試験用に設計製作された特殊な圧縮ステージを用いて、 -196°C の液体窒素下で試験片に Fig.10 に図示した方向に $125\ \mu\text{m}$ の圧縮荷重を加えた。この治具は除荷することなくそのまま SEM の真空チャンバーに導入することができるように工夫されたものである。研磨を施した表層領域を SEM によって観察すると、全てのマイクロクラック部位で Fig.11 に示すような脆化相と母相の界面において両者が剥離する形でマイクロクラックが生じていた。よって、このマイクロクラックの座標を把握した後、そのマイクロクラック周辺の母相方位について Fig.12 に示すように詳細に EBSD によって分析をし、マイクロクラックに隣接した母相マトリックスの方位について調べる。

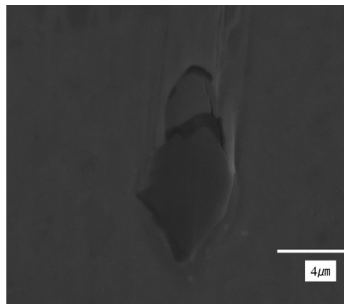


Fig.11 Example of microcrack observation

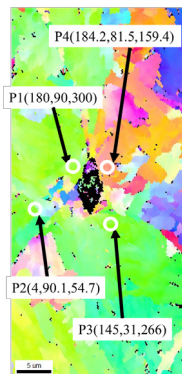


Fig.12 Euler angles analysis results by EBSD

SEM 観察によって、既にマイクロクラックの位置は取得してあり、FEM 解析によってこのマイクロクラックにおける応力テンソルを得ることができる。ここで、bcc の結晶構造を有する Fe-C の鉄鋼材料において最も活動しやすいすべり面およびすべり方向が $\{100\}\langle 111 \rangle$ であることから、マイクロクラックにおける応力テンソルと、母相の結晶方位から、マイクロクラックに隣接した母相における転位運動の様子を記述することができる。Fig.12 に示したマイクロクラック周辺母相の転位のすべり方向は、すべり面と合わせて下の様に模式図で表せることが分かった。これは Fig.11-12 の SEM/EBSD 画像と同じ方向から、マイクロクラックを俯瞰的に見た場合における、転位のすべり面及びすべり方向を 2 次元的に記述した模式図である。この図から、マイクロクラッ

クが形成された場所においては、隣接した母相の転位運動が楕円形をしたマイクロクラックの長径に方向に垂直方向に作用していることがわかる。次に、マイクロクラックが観察されなかった脆化相についてもその位置を特定したうえで、FEM によって求めた脆化相における応力テンソルと、周辺母相の結晶方位から、脆化相に隣接した母相の滑り運動について調査した。Fig.13 はその結果を模式的に示している。Fig.13 では、楕円形をしたマイクロクラックの下方に位置する点 P1 の滑り方向が、脆化相の長径方向に対して水平方向であることがわかった。Fig.12 と Fig.14 から、マイクロクラックの生成には局所的な転位運動が関わっており、Fig.12 に示したように MA の長径にたいして垂直方向に転位が運動する場合に剥離型の脆性破壊を生じる可能性が示唆された。

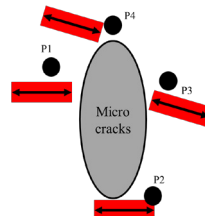


Fig.13 Simplified estimation results of slip plane and slip direction around a microcrack

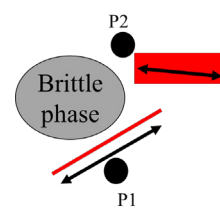


Fig.14 Simplified estimation results of slip plane and slip direction around uncracked MA

5. 結論

パイプライン用鋼模擬材料を用いて組織観察・3点曲げ試験・破面観察・FEM 等を行い、局所限界応力の有効結晶粒径と MA 形状分布の関係性を調査した結果、靱性に対して支配的に影響力を持つのは MA に代表される脆化相の形状であり、有効結晶粒径の微細化による高靱性化の影響は限定的である可能性が示唆された。

さらに脆性破壊マイクロメカニズムの理解を図るべく、真の前駆機構を調査するため、工夫した試験片と試験装置を開発しマイクロクラックの発生プロセスを観察した。その結果、脆性破壊の前駆現象として MA とマトリクス間の剥離型マイクロクラックが多く確認され、マイクロクラックの形成には母相の転位運動の方向が関係していることが結論付けられた。

参考文献

- [1] IEA. Key world energy statistics, 2015
- [2] Endo, Development of TMCP and High performance Steel in JFE Steel, JFE, 2014
- [3] D.A. Curry, J.F. Knott, Metal Science, pp.511-514, 1978
- [4] C. L. Davis, J. E. King, Cleavage initiation in the intercritically reheated coarse grained heat affected zone: Part I. Fractographic evidence, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 25, Issue 3, pp 563.573, 1994