



# 低合金鋼の温間テンプレフォーミング

木村 勇次\*

## Warm Tempforming of Low-Alloy Steel

Yuuji KIMURA

**Key words** : Low-Alloy Steel, Thermo-Mechanical Treatment, Martensite, Toughness, Delayed Fracture, Bolt

\* 国立研究開発法人物質・材料研究機構  
(National Institute for Materials Science)  
住 所 : 〒305-0047 茨城県つくば市千現1-2-1  
(1-2-1 Sengen, Tsukuba, Ibaraki, 305-0047)  
連絡方法 : E-mail KIMURA.Yuuji@nims.go.jp

### 1. はじめに

低合金鋼(ここでは炭素(C)以外の合金元素の含有量が10%以下の鋼とする)は、安価で、強度、じん性などの機械的特性に優れる。鉄鋼材料ではマルテンサイト変態をはじめとして種々の固相変態が起こるので、合金成分、熱処理や加工の組み合わせにより多様な性能が導き出せる。

物質・材料研究機構(NIMS)では、強度2倍・寿命2倍の超鉄鋼の実現を目指して、1997~2005年度まで超鉄鋼プロジェクトが進められた<sup>(1)</sup>。ここで、著者は、ライフワークとも言える2000 MPa級超高強度ボルトの研究開発を開始した<sup>(2)</sup>。1996年に1400 MPa級超高力ボルト(Super High Strength Bolt, SHTB)<sup>(3)</sup>が実用化されており、SHTBを超える超高強度ボルトの開発が期待された。なお遅れ破壊のために、SHTBが実用化されるまでの約30年間、高力ボルトの高強度化は引張強さ、 $\sigma_B$ が1000 MPaで頭打ちとなっていた。著者らは、まずプロトタイプ鋼としてリサイクル性に優れた単純組成の0.6% C-2% Si-1% Cr-1% Mo鋼(mass%)を開発し、ついで通常のボルト製造プロセスで超高強度ボルトの試作研究を行った<sup>(2)</sup>。耐遅れ破壊特性の向上に高温焼戻しとナノサイズの析出物による水素トラップを活用するという点でプロトタイプ鋼の合金設計指針はSHTB用鋼材<sup>(3)</sup>と同じであった。ただし、550℃以上の高温焼戻しで1800 MPaの $\sigma_B$ を維持するには0.6%までのCの増量が必要であった。1) 焼鈍による軟質化が困難となりJIS B1186で規格される高力六角ボルト(ねじの呼びM16)の頭部を冷間圧造で成形できない、2) 通常の油焼入れではねじ谷底で焼割れが生じるという問題が生じた。さらに、これらの問題を解決して試作した1700 MPa級超高力ボルトの締結体ではNIMS構内の大気暴露試験で遅れ破壊が生じた<sup>(4)</sup>。ボルトの $\sigma_B$ が1700 MPaとなったのは、焼割れ防止のためにマルテンサイト変態温度直上の300℃まで急冷して数分の保持後に空冷する段階焼

入れ(オーステンパ)を採用したためである。したがって、低合金鋼で2000 MPa級超高強度ボルトを実現するには、材料だけでなく、1) ボルト形状や2) 従来の製造プロセス自体も根本的に見直す必要があるという結論に達した<sup>(4)</sup>。

このような背景のもと、温間テンプレフォーミング(Warm Tempforming, TF)という加工熱処理の開発に至った<sup>(5)~(16)</sup>。温間TFは、焼入れおよび焼戻し材(QT材)の温間加工・成形で強じんな高強度部品を創製することを目的とした加工熱処理で、軟質化処理を必要としない。しかも焼戻マルテンサイト組織の温間加工により結晶粒組織の超微細化だけでなく異方性も制御することで部材のじん性<sup>(5)~(13)(15)</sup>や耐遅れ破壊特性<sup>(12)~(14)(16)</sup>を飛躍的に向上できる。本稿では、焼戻マルテンサイト鋼の加工熱処理の変遷をまとめたうえで低合金鋼の温間TFによる強じん化と最近の開発動向について、著者らの研究成果<sup>(5)~(16)</sup>を中心に解説する。

### 2. 焼戻マルテンサイト鋼の加工熱処理の変遷

1960~1970年代前半は、超強力鋼( $\sigma_B$ が1300 MPa程度以上)の開発を目的として、オースフォーム(Ausform, AF)鋼、TRIP(Transformation Induced Plasticity)鋼などのマルテンサイト組織を対象とした加工熱処理(Thermo-Mechanical Treatment)が全盛期であった<sup>(17)</sup>。その当時の加工熱処理法の分類<sup>(18)(19)</sup>では、焼戻マルテンサイト組織の加工は相変態後の加工に分類される。1958年に西岡<sup>(20)</sup>は、C量が0.05~0.25%の低炭素鋼を350℃以上で焼戻して $\sigma_B$ を930~1030 MPaに調整した後に冷間伸線加工を施すと $\sigma_B$ が980~1960 MPaの強じんな鋼線が得られることを報告した。一方、低合金鋼を200℃付近までの低温焼戻し後に加工し、再焼戻しすると強度が著しく上昇する<sup>(21)</sup>。この加工熱処理はストレインテンパリング(Strain Tempering)と呼称された。

関口ら<sup>(22)</sup>は、短時間の焼戻しに引き続く温間加工がヘディング加工などの鍛造に適用できることを見出し、これを

焼戻温間鍛造法 (Warm Temper-Forging) と名付けた。JIS-S45C 鋼の温間域での圧縮試験とヘディング加工試験から、400～600℃での焼戻温間鍛造が冷間鍛造よりも加工力の低減や塑性加工限界の向上に有利なことを示した。また、焼戻温間鍛造材では $\sigma_B$ が1000～1300 MPaでQT材よりも高い延性が得られる。大森と山崎<sup>(23)</sup>は、改良AF鋼の焼戻し過程での温間成形を目的として、JIS-SNC631とSCM435鋼について改良AF材の機械的特性に及ぼす焼戻温間加工の影響を調査した。500～700℃の圧延温度で圧下率50%までの温間加工では、圧下率が高いほど改良AF材の強度は上昇するが延性は低下する。

時実ら<sup>(24)</sup>は、旧オーステナイト( $\gamma$ )粒の微細化手法として、焼戻マルテンサイト組織の冷間または温間加工後に $\gamma$ 化処理する加工熱処理を開発した。この $\gamma$ 粒微細化法は、マルテンサイトと $\gamma$ 間に変態を数回繰り返す、Grangeの方法<sup>(25)</sup>よりも効果的に旧 $\gamma$ 粒を微細化できる。0.4% C-3% Mn-1% Cr-1% Mo鋼の焼戻マルテンサイト組織に圧下率80%の冷間圧延を施した後に820℃で20 sの $\gamma$ 化処理を施すと旧 $\gamma$ 粒径は1 $\mu$ m程度まで超微細化する。最近では、 $\sigma_B$ が2.6 GPaで7%の伸びを示す0.66% C-1.4% Cr-0.4% Si-0.4% Mn-0.07% V鋼の創製にこの $\gamma$ 粒微細化法が応用されている<sup>(26)</sup>。また、横田ら<sup>(27)</sup>は、0.3% C-9% Ni鋼に550℃で加工量が70% (真ひずみ=1.2)の1パス大ひずみ温間加工 (ひずみ速度=10/s)を施すと加工発熱誘起変態によって平均粒径が1 $\mu$ m未満の超微細 $\gamma$ 粒組織が得られることを見出した。

2000年代には、超鉄鋼<sup>(1)</sup>やスーパーメタルプロジェクト<sup>(28)</sup>をはじめとして、低炭素鋼を低温域で強ひずみ加工することでフェライト( $\alpha$ )粒径を1 $\mu$ m以下に超微細化する研究開発が盛んに行われた。超微細 $\alpha$ 粒組織を得るための初期組織としてマルテンサイトの微細ヘテロ構造 (Fig. 1) が着目され、マルテンサイト組織の冷間圧延・焼鈍<sup>(29)</sup>、焼戻マルテンサイト組織の2方向圧下温間多パス平ロール圧延<sup>(30)</sup>、温間多パス溝ロール圧延後の焼鈍<sup>(31)</sup>などの加工熱処理法が開発された。

著者らが開発した温間TFは、超高強度ボルトの温間加工プロセス開発を目的として、時実らが開発した $\gamma$ 粒微細化法<sup>(24)</sup>を中炭素低合金鋼に適用した際に見出した。後述

のように、0.4% C-2% Si-1% Cr-1% Mo鋼の焼入れ材を500℃で焼戻した後に多パスの溝ロール圧延で減面率78%の温間加工を施して得られた棒材のシャルピー衝撃特性が1800 MPaの超高強度で飛躍的に向上した<sup>(5)</sup>。2009年には、温間TF材の温間頭部圧造と温間ねじ転造により1800 MPa級超高強度ボルト (ねじの呼びM12)<sup>(12)</sup>の開発に成功した。なお1960年代の加工熱処理法の分類<sup>(18)(19)</sup>で、テンプレフォーミングという呼称の記載がすでにあるものの、それが具体的にどのような加工法であったのかは深堀できなかった。著者らは、焼戻マルテンサイト組織の温間加工による鋼材の強じん化からボルトなどの部品に温間成形するまでの加工熱処理を温間TFと呼ぶこととした。Dolzhenkoら<sup>(32)</sup>は、平ロール圧延による温間TFを開発している。最近では、0.15% C-1.4% Cr-0.45% Mo-0.42% Cu-1.3% Mn-0.17% Ti鋼に600℃で相当ひずみが1.5の平ロール圧延による温間TFを施して作製した鋼材 ( $\sigma_B=1020$  MPa)の摩擦攪拌接合 (Fiction Stir Welding, FSW)を行った<sup>(33)</sup>。1) 攪拌部では加工発熱誘起の逆変態が起こり旧 $\gamma$ 粒の平均粒径が1.3 $\mu$ mのマルテンサイト組織が形成される、2) 接合体の引張試験では母材と攪拌部の間の熱影響部 (軟化部)で接合体が破断するが $\sigma_B$ は970 MPaと母材の強度とほぼ同等であることが報告されている。

### 3. 温間テンプレフォームで形成される超微細繊維状結晶粒組織

C量が0.6%までのラスマルテンサイト組織は、Fig. 1に0.4% C-2% Si-1% Cr-1% Mo鋼のQT材の一例を示すように、旧 $\gamma$ 粒→パケット→ブロック→ラスからなる階層的なヘテロ構造組織からなる。ラス境界は結晶方位差が数度以内の小角粒界であるのに対し、ブロックとパケット境界は大角粒界である。ブロックは強度<sup>(34)</sup>やじん性<sup>(34)(35)</sup>を支配する有効結晶粒と考えられており、C量が0.2%以上の中炭素低合金鋼のブロック幅は数 $\mu$ m以下と微細である<sup>(36)</sup>。例えば、逆極点図方位マップ (Inverse Pole Figure, IPF map) 中の結晶方位差が15°以上の粒界はブロック境界を主に反映し、ブロックの平均切片長さは0.6 $\mu$ mである。したがって、炭化物が微細に分散した中炭素低合金鋼の焼戻マルテンサイト組織は“超微細複相組織”と見なせる。

Fig. 2は、Fig. 1の鋼材に500℃で多パスの溝ロール圧延 (減面率=78%、相当ひずみ=1.75)による温間TF処理を施して得られた超微細繊維状結晶粒組織 (Ultrafine Elongated Grain, UFEG structure)の一例である<sup>(5)(7)</sup>。伸長 $\alpha$ 粒の短軸の平均切片長さは0.3 $\mu$ mであり、 $\alpha$ <sup>(37)</sup>、パーライト<sup>(38)</sup>などの冷間伸線材でも観察される強い<110>繊維集合組織 (温間TF材では<110> // 圧延方向 (Rolling Direction, RD))が発達している。QT材よりも炭化物粒子は成長、球状化し、多くの粒界炭化物の長軸がRDに配向している。炭化物の粒子径分布はバイモーダルとなっており、粒内よりも粒界で炭化物の粒子径が大きい。これらの炭化物粒子は、粒界や転位をピン止めして温間TF中の基地結晶粒の成長を抑制するとともに転位の蓄積を促進する

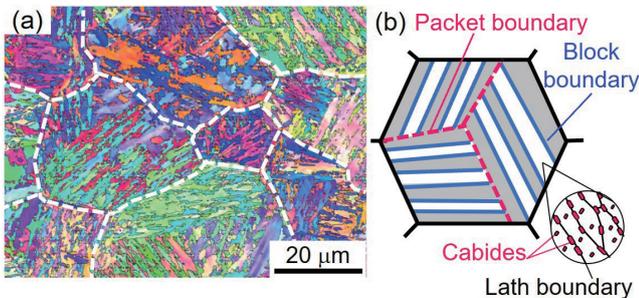
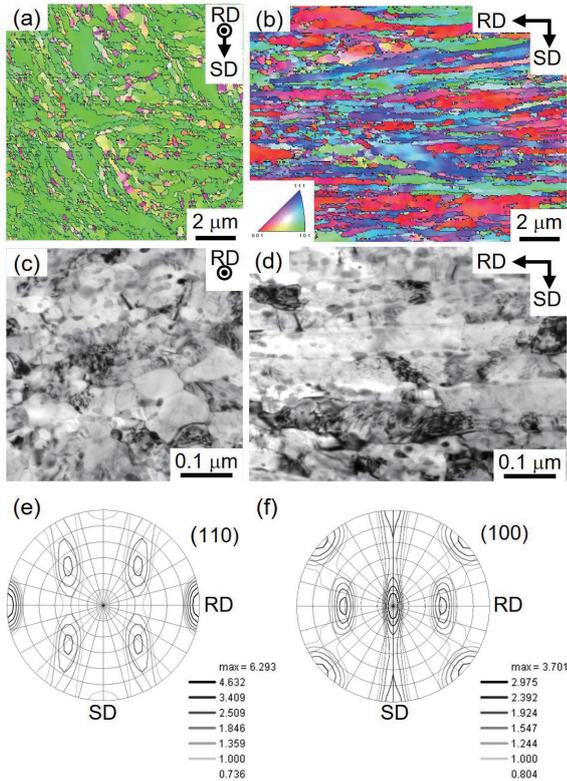
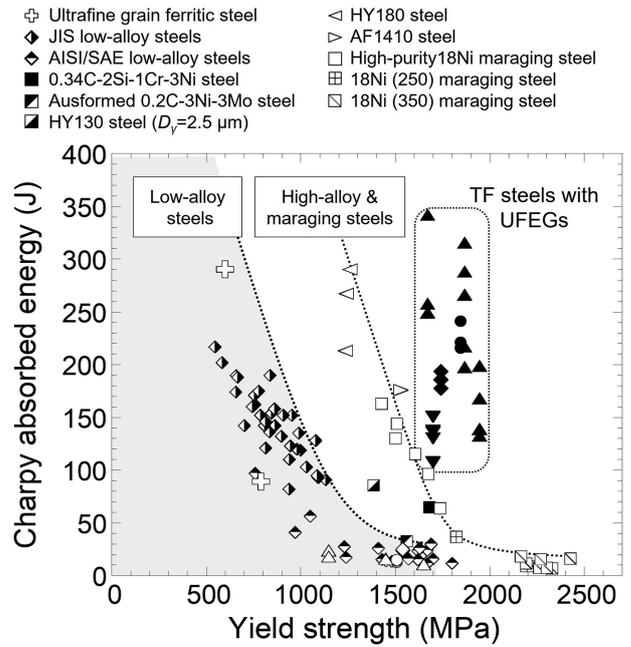


Fig. 1 IPF map for 0.4% C-2% Si-1% Cr-1% Mo steel that was quenched and tempered at 500℃ for 1 h (a) and schematic illustration of tempered martensite (b). High angle grain boundaries (HAGBs) with a misorientation angle of 15° or over are indicated by black lines in (a).



**Fig. 2** IPF maps for rolling direction (RD) (a) and striking direction (SD) (b) of impact specimen, TEM bright field images (c, d) and pole figures (e, f) showing ultrafine elongated grain (UFEG) structure for 0.4% C-2% Si-1% Cr-1% Mo steel that was tempformed by multi-pass caliber rolling at 500°C with a rolling reduction of 78%<sup>(5)(7)</sup>. HAGBs are indicated by black lines in (a, b).

ことで UFEG 組織の形成に重要な役割を果たしている<sup>(7)(8)</sup>。温間 TF では、炭化物粒子が微細に分散した焼戻マルテンサイト組織の旧  $\gamma$  粒、パケットならびブロックが RD に伸展される過程を通して UFEG 組織が形成される。ブロックやパケットの変形挙動は、RD に対するこれらの結晶方位や形態で異なる (Fig. 1)。さらにブロックの形態や結晶方位はパケットごとでも異なることから、UFEG 組織の形態や結晶方位も伸長したパケットごとに異なる<sup>(7)(9)(10)(13)</sup>。したがって、温間 TF 材の組織制御には、加工方法、加工温度<sup>(6)</sup>、加工度<sup>(7)(10)</sup>などの加工条件と初期組織の焼戻マルテンサイト組織のヘテロ構造制御が重要な鍵となる。UFEG 組織は主にブロックの RD への伸展を通して形成され、相当ひずみが大きくかつブロックが微細なほど短軸粒径が小さい UFEG 組織が形成される<sup>(7)~(10)(13)</sup>。また、 $\langle 110 \rangle // RD$  繊維集合組織の発達の度合いは相当ひずみに比例する<sup>(7)(10)</sup>。これと同様の傾向は、低炭素鋼の温間圧延でも確認されている<sup>(39)</sup>。一方、加工温度が高いほど材料の変形抵抗が下がるので温間 TF には有利であるが、短軸粒径、炭化物粒子径は大きくなるとともに転位密度は低下する<sup>(6)</sup>。その結果、温間 TF 材の強度は低下する。なお温間 TF では、降伏強さ、 $\sigma_y$  の上昇がとくに大きい<sup>(7)(10)(13)</sup>。

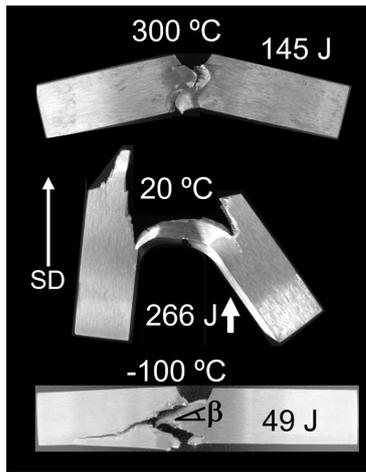


**Fig. 3** V-notch Charpy absorbed energies,  $vE$ , as a function of yield strength,  $\sigma_y$  for warm tempformed (TF) steels with UFEG structure<sup>(5)(7)(8)(10)(15)</sup> and various steels<sup>(30)(40)~(49)</sup>.

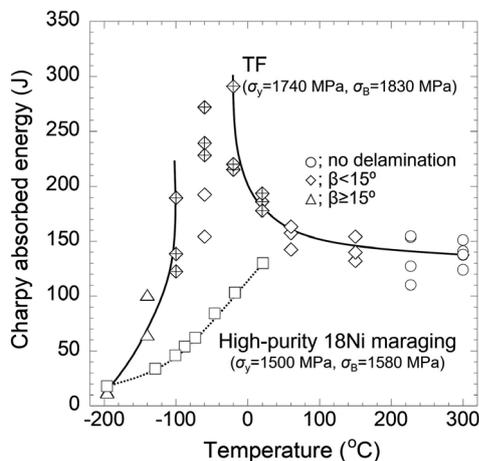
#### 4. じん性

Fig. 3 は、種々の鋼の室温での  $\sigma_y$  と V ノッチシャルピー衝撃吸収エネルギー、 $vE$  の関係を示す<sup>(5)(7)(8)(10)(15)(30)(40)~(49)</sup>。550°C 以上で高温焼戻された構造用低合金鋼は、 $\sigma_y$  が 1000 MPa 付近まで優れた強度・じん性バランスを有する<sup>(40)</sup>。ところが  $\sigma_y$  が 1400 MPa 以上の超高強度低合金鋼では  $vE$  が 40 J 以下にまで低下する<sup>(41)</sup>。旧  $\gamma$  粒の微細化は、パケットやブロックを微細化でき<sup>(9)(36)</sup>、焼戻マルテンサイト鋼の強じん化に有効である。例えば、旧  $\gamma$  粒径を 2.5  $\mu\text{m}$  まで微細化した HY130 鋼 (0.1% C-5% Ni-0.6% Cr-0.5% Mo-0.06% V-0.7% Mn 鋼) は 1390 MPa の  $\sigma_y$  で 85 J の  $vE$  を示し、延性ぜい性遷移温度 (Ductile-to-Brittle Transition Temperature, DBTT) も低下する<sup>(44)</sup>。さらに、マルエージング鋼を含む高合金鋼<sup>(45)~(49)</sup> は、ナノサイズの析出物による粒子分散強化と、1) P, S などの不純物元素や介在物の低減、2) C 量の低減、3) じん性を高める Ni などの合金元素添加により低合金鋼よりも優れた強度・じん性バランスを示す。しかしながら、マルエージング鋼でも  $\sigma_y$  が 1800 MPa 以上では  $vE$  が 40 J 程度にまで低下する<sup>(49)</sup>。以上のことは、等方性の材料で材料固有の破壊に対する抵抗を高める方策のみで超高強度低合金鋼のじん性を大幅に向上させることの難しさを示す。

一方、低合金鋼の温間 TF 材は、 $\sigma_y$  が 1700~2000 MPa の超高強度でも高合金鋼よりも高い  $vE$  を示す<sup>(5)(7)(8)(10)(15)</sup>。これは、Fig. 4 に示すような衝撃方向 (Striking Direction, SD) とはほぼ直角にき裂が伝播する Crack-arrester 型の層状破壊の発生による。Fig. 5 で示すように、サブゼロ温度域での層状破壊の度合いに応じて  $vE$  が室温よりもさらに増大する、じん性の逆温度依存性が発現する<sup>(5)(7)(8)(10)(15)</sup>。



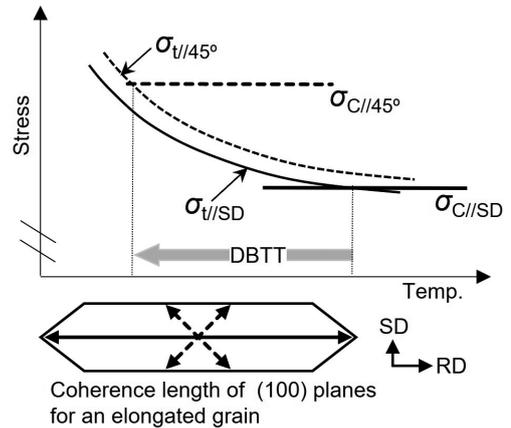
**Fig. 4** Fracture appearances of V-notch Charpy impact specimens for 0.4% C-2% Si-1% Cr-1% Mo steel that was tempformed by multi-pass caliber rolling at 500°C with a rolling reduction of 78%<sup>(8)</sup>.  $\beta$  indicates crack branching angle between the crack path and the longitudinal direction of impact bar ( $//RD$ ).



**Fig. 5**  $vE$  as a function testing temperature for TF steel<sup>(15)</sup> and high-purity maraging steel<sup>(47)</sup>. 0.4% C-2% Si-1% Cr-1% Mo steel was tempformed by multi-pass caliber rolling at 500°C with a rolling reduction of 78% and annealed at 570°C for 1 h. “+” indicates the specimen that did not separate into two pieces.

Crack-arrester 型の層状破壊では、主き裂の方向と垂直な面 ( $//RD$ ) にき裂が伝播して主き裂先端がほぼ完全に鈍化されることで、主き裂先端の応力状態が3軸から1軸引張状態へと緩和される<sup>(50)(51)</sup>。つまり、実効的には単純な曲げ変形となり  $vE$  が著しく上昇する。1962年に McEvily と Bush<sup>(43)</sup> は、0.2% C-3% Ni-3% Mo 鋼の AF 材で Crack-arrester 型の層状破壊が生じ、 $vE$  が 300 J 程度にまで上昇することを報告した。この場合、層状破壊は伸長した旧  $\gamma$  の粒界に沿って発生する。しかしながら、 $vE$  上昇のピークは 200°C 付近で、室温では  $vE$  は 33 J に低下する。

Fig. 6 は、 $\langle 110 \rangle //RD$  繊維集合組織を有する UFEG 組織について、ノッチ近傍で発生する引張応力、 $\sigma_t$  とぜい性破壊応力、 $\sigma_c$  の関係を V ノッチ衝撃試験温度の関数として模式的に示す。この図は、Yoffee diagram として知られ



**Fig. 6** Modified Yoffee diagram showing the relationship between tensile stress,  $\sigma_t$  and cleavage fracture stress,  $\sigma_c$  near the notch root for UFEG structure with a strong  $\langle 110 \rangle //RD$  fiber texture.

る<sup>(34)</sup>。ぜい性破壊は  $\sigma_t$  が  $\sigma_c$  を上回ったときに起こる。 $\sigma_t$  は  $\sigma_y$  に比例し、 $\sigma_y$  の 2~3 倍である。等方性材料では、結晶粒微細化により  $\sigma_y$  と  $\sigma_c$  が同時に上昇するが、その上昇の度合いは  $\sigma_c$  の方で大きい。その結果、DBTT が低下する。一方、UFEG 組織では、Fig. 2 (f) の極点図から、bcc 鉄の (100) へき開面が、RD に平行な面および RD と SD に対して 45° 方向の面に集積する。伸長粒では、(100) へき開面の大きさ、すなわち有効結晶粒径は 45° 方向よりも長軸に平行な RD で大きい。これにより、高温側ではノッチ底近傍で発生する  $\sigma_{t//SD}$  が  $\sigma_{c//SD}$  を上回ることによって RD に沿った層状破壊が生じ、 $vE$  が上昇する。低温では、 $\sigma_{t//45^\circ} > \sigma_{c//45^\circ}$  となり 45° 方向のぜい性き裂の進展が顕著となり層状破壊が起こりにくくなる。その結果、 $vE$  が低下する。

以上のように考えると、 $\langle 110 \rangle //RD$  繊維集合組織を有する UFEG 組織で短軸粒径を小さくすることは  $\sigma_y$  と  $\sigma_c$  を同時に上昇でき、温間 TF 材の強じん化に有効である。なお、前述のように UFEG 組織の形態や結晶方位は伸長したパケットごとで異なることから、ぜい性き裂は伸長したパケット境界で分岐する<sup>(9)</sup>。すなわち、き裂伝播の観点からは伸長したパケットの短軸径が層状破壊を制御するための有効結晶粒径と見なすことができ、 $\gamma$  粒径を小さくしてパケットの短軸径を小さくするほどより低温域で層状破壊を発生できる<sup>(9)(13)</sup>。0.4% C-2% Si-1% Cr-1% Mo 鋼について、旧  $\gamma$  粒の平均切片長さを 600  $\mu\text{m}$  から 90  $\mu\text{m}$  へと小さくして伸長パケットの短軸の平均切片長さを 100  $\mu\text{m}$  から 13  $\mu\text{m}$  へと小さくした場合には、低温側で層状破壊が起こる温度が 20°C から -40°C へと低下する<sup>(9)</sup>。また最近では、旧  $\gamma$  粒の平均切片長さが 90  $\mu\text{m}$  の温間 TF 材をさらに 570°C で 1 h 焼鈍すると、低温側で層状破壊が起こる温度は Fig. 5 で示すように -100°C へと低下することもわかってきた<sup>(15)</sup>。炭化物粒子については、炭化物による粒子分散強化は  $\sigma_y$  の上昇に有効であるものの、炭化物分散量の増加は温間 TF 材のじん性を低下させる<sup>(8)</sup>。よって、炭化物粒子の粒子径を小さくして分散量をできるだけ少なくするのが有効である。JIS-SCM440 鋼の 500°C 温間 TF 材では  $\sigma_y$  が低く層状

破壊が起こりにくいですが、粒界脆化元素のPを0.09%添加してUFEG組織の粒界に偏析させる<sup>(16)</sup>と低温域で層状破壊の発生を促進できる<sup>(11)</sup>。これは、UFEG組織の粒界組織制御とスクラップ鉄中の不純物元素であるPを高強度鋼の強じん化に有効に活用するという観点で注目される。

層状破壊は、温間圧延鋼板<sup>(30)(39)</sup>、積層鋼板<sup>(50)(51)</sup>、AF鋼<sup>(43)(52)</sup>などで金属組織の異方性に起因して発生する。層状破壊をじん性向上に活用した近年の事例では、5%Mn-3%Al低炭素鋼の(a+γ)2相域圧延を通して創製したDP(Dual Phase)鋼では、伸長したaとマルテンサイト(a')の界面でCrack-arrester型の層状破壊が生じ、1000~1200MPaのσ<sub>B</sub>でvEが400~450Jに増大する<sup>(53)</sup>。10%Mn-0.1%C鋼では、γ相の未再結晶域圧延で伸長したγ粒の粒界に沿って層状破壊が発生して低温じん性が向上する<sup>(54)</sup>。(γ+a')層状組織を有する10%Mn-0.4%C-1.9%Al-0.7%V鋼では、TRIP効果と層状破壊の組み合わせにより2000MPaのσ<sub>y</sub>でマルエージング鋼の約2倍に相当する破壊靱性値(K<sub>IC</sub>≒100MPa m<sup>1/2</sup>)が得られている<sup>(55)</sup>。この場合、伸長したγ粒の粒界にMnを偏析させて層状破壊を誘発している。最近、研究開発が盛んに行われている積層造形では、様々な層状組織を創製することが可能<sup>(56)</sup>であり、層状破壊をじん性の向上に活用した材料の開発が今後期待される。

### 5. 耐遅れ破壊特性

ボルトの遅れ破壊は製造工程や使用環境で発生した水素が首下アール部やねじ谷底の応力集中部へ拡散集積することで発生すると考えられている。その発生は、材料が遅れ破壊を引き起こさない上限の拡散性水素量(限界拡散性水素量)と環境から材料中に侵入する侵入水素量との関係でしばしば議論される<sup>(57)</sup>。応力集中部での局所的な水素濃度分布を考慮すると、応力集中部での局所限界拡散性水素濃

度、H<sub>C</sub>\*を局所侵入水素濃度、H<sub>E</sub>\*が上回ったときに遅れ破壊が発生すると判定できる<sup>(58)</sup>。

Fig. 7は、σ<sub>B</sub>が1600~1850MPaの超高強度鋼のH<sub>C</sub>\*/H<sub>E</sub>\*と負荷応力、σ<sub>a</sub>の関係を示す<sup>(12)(14)(59)</sup>。なおH<sub>C</sub>\*は、応力集中係数が4.9の環状切欠き試験片を用いた低歪速度引張試験(Slow Strain Rate Testing, SSRT)、H<sub>E</sub>\*は沖縄本島の大気腐食環境を模擬した浸漬試験または複合サイクル腐食試験から求めた。0.4%C-2%Si-1%Cr-1%Mo鋼の500℃焼戻し材(QT)では、0.7~1.0σ<sub>B</sub>のσ<sub>a</sub>でH<sub>C</sub>\*/H<sub>E</sub>\*は1未満であり、大気腐食環境で遅れ破壊の発生が懸念される<sup>(12)</sup>。SSRT試験片の起点部には旧γ粒界に沿った粒界割れが観察された。冒頭でも述べた超高強度ボルト用プロトタイプ鋼の0.6%C-2%Si-1%Cr-1%Mo鋼では570℃での高温焼戻しとMoが濃化した析出物に関連した水素トラップサイトの活用により0.4%C-2%Si-1%Cr-1%Mo鋼のQT材よりも耐遅れ破壊特性が向上する<sup>(59)</sup>。その起点部の破面形態は擬へき開破壊となるものの、H<sub>C</sub>\*/H<sub>E</sub>\*は1未満である。一方、0.4%C-2%Si-1%Cr-1%Mo鋼の温間TFでは、σ<sub>a</sub>が1660MPa(≒0.9σ<sub>B</sub>)以下でH<sub>C</sub>\*/H<sub>E</sub>\*が1を上回り、σ<sub>B</sub>が1800MPaの超高強度でQT材よりも耐遅れ破壊特性が大幅に向上する<sup>(12)</sup>。実際に0.4%C-2%Si-1%Cr-1%Mo鋼を用いて作製したTFボルト(σ<sub>0.2</sub>=1700MPa, σ<sub>B</sub>=1800MPa)とQTボルト(σ<sub>0.2</sub>=1500MPa, σ<sub>B</sub>=1700MPa)の締付体の大気暴露試験では、QTボルトは1050MPaのσ<sub>a</sub>で遅れ破壊したのに対して、TFボルトはQTボルトの約1.4倍の1460MPaのσ<sub>a</sub>でも遅れ破壊しなかった<sup>(12)</sup>。

また0.4%C-2%Cr-2%Ni-1%Mo鋼について、850℃でγ化した後に減面率78%の溝ロール圧延による温間TFとAFをそれぞれ500℃と600℃で施した後に570℃で焼戻した材料のデータを示す<sup>(14)</sup>。なおTFとAF材では、570℃で焼戻すことで、プロトタイプ鋼と同様にFig. 8で示すようなMoが濃化したナノ析出物が水素トラップサイトとして基地中に分散する<sup>(14)</sup>。AF材のσ<sub>B</sub>は1600MPaでプロトタイプ鋼のσ<sub>B</sub>より低いものの、σ<sub>a</sub>が1500MPa付近までH<sub>C</sub>\*/H<sub>E</sub>\*が1を上回る。さらにTF材では、σ<sub>a</sub>がσ<sub>B</sub>と同程度の1660MPaでもH<sub>C</sub>\*/H<sub>E</sub>\*は1.9であり、0.4%C-2

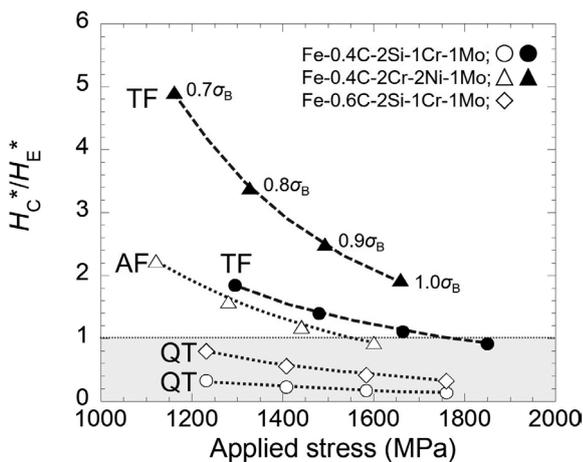


Fig. 7 H<sub>C</sub>\*/H<sub>E</sub>\* as a function of applied stress, σ<sub>a</sub> for ultra-high-strength steels<sup>(12)(14)(59)</sup>. H<sub>C</sub>\* is the critical diffusible hydrogen concentration for hydrogen embrittlement, and H<sub>E</sub>\* is the maximum concentration of diffusible hydrogen that accumulates locally in the stress concentration region near the notch root from an atmospheric corrosive environment.

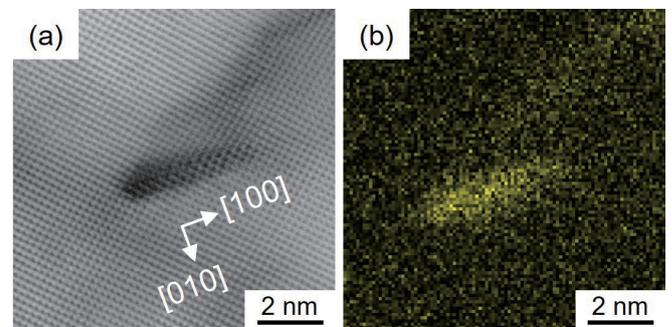
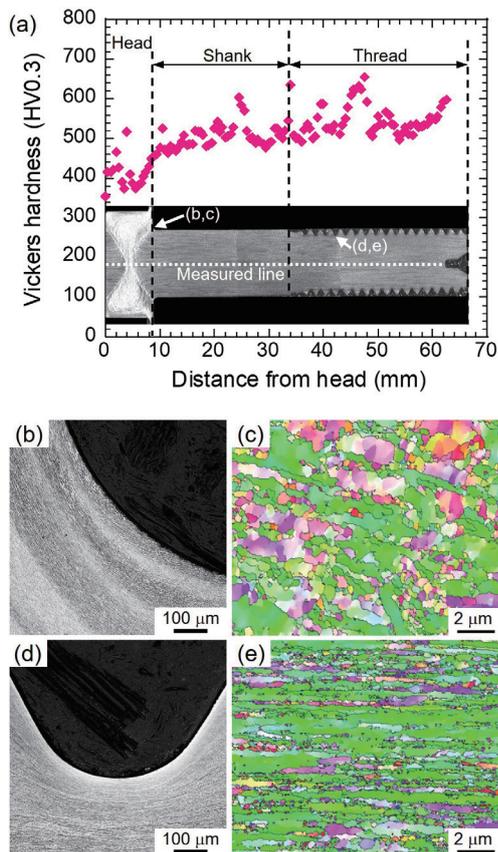


Fig. 8 High-resolution image (a) and EDS map of Mo (b) showing a Mo-rich precipitate<sup>(14)</sup>. 0.4%C-2%Cr-2%Ni-1%Mo steel was tempormed by multi-pass caliber rolling at 500℃ with a rolling reduction of 78% and annealed at 570℃ for 1 h.



**Fig. 9** Hardness change as a function of distance from bolt head (a), and optical micrographs (a, b, d) and IPF maps for RD (c, e) showing microstructure of a 1800 MPa-class bolt that was fabricated through warm tempforming of 0.4% C-2% Si-1% Cr-1% Mo steel<sup>(12)(13)</sup>. HAGBs are indicated by black lines in (c, e).

% Si-1% Cr-1% Mo 鋼の TF 材よりもさらに優れた耐遅れ破壊特性が得られる。

QT 材と比べて AF と TF 材で耐遅れ破壊特性が大幅に向上する要因としては、1) 加工によって旧  $\gamma$  粒が RD に沿って伸長することで短軸方向 ( $\perp$ RD) の旧  $\gamma$  粒界に沿った粒界割れが抑制されること、2) 組織の異方性に起因した層状破壊の発生によって材料の破断につながる主き裂の進展が抑制されることが挙げられる<sup>(14)</sup>。さらに AF 材よりも TF 材で耐遅れ破壊特性が優れる要因として、同じ初期  $\gamma$  粒径かつ減面率で AF 材と TF 材を比較した場合、TF 材の方で短軸粒径が小さく、かつ  $\langle 110 \rangle // RD$  繊維集合組織の強い超微細結晶粒組織が形成しており、伸長粒の短軸方向にき裂が進展しにくいことが挙げられる<sup>(14)</sup>。

TF ボルト (ねじの呼び M12) の断面組織と硬さ分布を Fig. 9 に示す<sup>(12)(13)</sup>。JIS 六角ボルトではねじ部有効断面積よりも軸部断面積が大きいことに着目して、成形が困難な頭部は温間 TF 材の端を 700~730℃ に高周波加熱して圧造した後に、ねじ部を 500℃ で温間転造して TF ボルトを作製している。首下アール部付近から頭部にかけて軟化部が形成されるが、鍛流線は連続しており、ボルト製品としては 1800 MPa の  $\sigma_B$  を実現している。ねじ部では UFEG 組織が維持されるだけでなく、ねじ谷底の UFEG 組

織はさらに微細化する。また、軟化部の首下アール部でも超微細結晶粒組織が維持されることで遅れ破壊は起こりにくい。このように、温間 TF では、部品の形状・寸法や要求性能に応じて TF 材の鍛造温度を部品の部位で変更することでその適材適所に超微細結晶粒組織を配置できる点も大きな利点である。

## 6. おわりに

温間 TF は、1800 MPa 級超高強度ボルトの創製に有効な加工熱処理法の一つであることを紹介した。しかしながら、量産性、大型化、そしてコストまでを考えると超高強度ボルト実用化までの道りは遠い。また温間 TF 鋼では遅れ破壊をはじめとした力学特性発現の機構やデメリットについても未解明の部分が多く残されている。加工・熱処理分野の発展に少しでも貢献できるように、今後も夢をもって粘り強く挑戦を続けたい。

ここで紹介した研究は、共研究者をはじめ多くの方々の協力と支援によりなされたものである。この場を借りてお礼を申し上げます。

(2025 年 2 月 14 日受理)

## 参考文献

- (1) 片田康行：まてりあ **45** (2006) 425-428.
- (2) 木村勇次, 秋山英二, 津崎兼彰：鋼構造論文集 **14** (2007) 121-127.
- (3) 宇野暢芳, 久保田 学, 永田匡宏, 樽井敏三, 蟹澤秀雄, 山崎真吾, 東清三郎, 宮川敏夫：新日鉄技報 **387** (2007) 85-93.
- (4) 木村勇次：工業材料 **57** (2009) 34-35.
- (5) Y. Kimura, T. Inoue, F. Yin and K. Tsuzaki: Science **320** (2008) 1057-1060.
- (6) Y. Kimura, T. Inoue, F. Yin and K. Tsuzaki: ISIJ Int. **50** (2010) 152-161.
- (7) Y. Kimura and T. Inoue: Metall. Mater. Trans. A **44A** (2013) 560-576.
- (8) Y. Kimura and T. Inoue: ISIJ Int. **55** (2015) 1135-1144.
- (9) Y. Kimura and T. Inoue: ISIJ Int. **55** (2015) 1762-1771.
- (10) Y. Kimura and T. Inoue: ISIJ Int. **56** (2016) 2047-2056.
- (11) X. Min, Y. Kimura, T. Kimura and K. Tsuzaki: Mater Sci Eng A **649** (2016) 135-145.
- (12) 木村勇次, 井上忠信, 中田隆之, 福田又一：日本機械学会論文集 **84** (2018) DOI: 10.1299/transjsme.17-00493.
- (13) Y. Kimura and T. Inoue: ISIJ Int. **60** (2020) 1108-1126.
- (14) Y. Kimura, T. Moronaga and T. Inoue: ISIJ Int. **62** (2022) 377-388.
- (15) Y. Kimura and T. Inoue: ISIJ Int. **62** (2022) 402-404.
- (16) Y. Kimura, T. Moronaga and K. Tsuzaki: ISIJ Int. **65**

- (2025) 20-25.
- (17) 牧 正志, 古原 忠, 辻 伸泰, 森戸茂一, 宮本吾郎, 柴田 曉伸: 鉄と鋼 **100** (2014) 1062-1075.
- (18) 田村今男: 日本金属学会会報 **2** (1963) 426-440.
- (19) S. V. Radcliffe and E. B. Kula: *Fundamentals of Deformation Processing*, (eds by W. A. Backofen, J. J. Burke, L. F. Coffin, Jr., N. L. Reed and V. Weiss, Syracuse University Press, New York, USA, 1964) pp.321-363.
- (20) 西岡多三郎: 鉄と鋼 **44** (1958) 151-157.
- (21) D. Kalish and M. Cohen: Mater. Sci. Eng. **6** (1970) 156-166.
- (22) 関口秀夫, 小島耕二, 小坂田宏造, 久保勝司: 塑性と加工 **24** (1983) 873-879.
- (23) 大森宮次郎, 山崎 明: 茨城大学工学部研究集報 **31** (1983) 171-178.
- (24) M. Tokizane, K. Ameyama and K. Takao: Scr. Metall. **22** (1988) 697-701.
- (25) R. A. Grange: ASM Trans. Quart **59** (1966) 26-48.
- (26) Y. Wang, J. Sun, T. Jiang, Y. Sun, S. Guo and Y. Liu: Acta Mater. **158** (2018) 247-256.
- (27) 横田智之, 白神哲夫, 佐藤 馨, 新倉正和: 鉄と鋼 **86** (2000) 479-484.
- (28) 粟飯原周二: JRCM NEWS **191** (2002) 2-5.
- (29) R. Ueji, N. Tsuji, Y. Minamino and Y. Koizumi: Acta Mater **50** (2002) 4177-4189.
- (30) 大森章夫, 鳥塚史郎, 長井 寿: 鉄と鋼 **89** (2003) 765-772.
- (31) A. Ohmori, S. Torizuka and K. Nagai: ISIJ Int. **44** (2004) 1063-1071.
- (32) A. Dolzhenko, Z. Yanushkevich, S. A. Nikulin, A. Belyakov, R. Kaibyshev: Mater. Sci. Eng. A **723** (2018) 259-268.
- (33) A. Dolzhenko, S. Malopheyev, A. Lugovskaya, V. Dudko, M. Tikhonova, R. Kaibyshev and A. Belyakov: Steel Res. Int. **95** (2024) 2300812.
- (34) J. W. Morris Jr: ISIJ Int. **48** (2008) 1063-1070.
- (35) J. W. Morris Jr, C. Kinney, K. Pytlewski and Y. Adachi: Sci. Technol. Adv. Mater. **14** (2013) 014208.
- (36) S. Morito, H. Saito, T. Ogawa, T. Furuhashi and T. Maki: ISIJ Int. **45** (2005) 91-94.
- (37) G. Langford and M. Cohen: Metall. Trans. A **6A** (1975) 901-910.
- (38) D. G. Enos and J. R. Scully: Metall. Mater. Trans. A **33A** (2002) 1151-1166.
- (39) D. L. Bourell: Metall. Trans. A **14A** (1983) 2487-2496.
- (40) 西島 敏, 石井 明, 金澤健二, 松岡三郎, 増田千利: 金材技研疲労データシート資料 **5**, (1989).
- (41) T. V. Philip and T. J. McCaffrey: *ASM Handbook 10<sup>th</sup> ed. I: Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys*, (ASM Int., Ohio, USA, 1990) pp.430-448.
- (42) W. M. Garrison Jr: Metall. Trans. A **17A** (1986) 669-678.
- (43) A. J. McEvily Jr. and R. H. Bush: Trans. ASM **55** (1962) 654-666.
- (44) L. F. Porter and D. S. Dabkowski: *Ultrafine grain Metals*, (eds by J. J. Burke and V. Weiss, Syracuse University Press, New York, USA, 1969) pp.133-161.
- (45) J. L. Maloney and W. M. Garrison Jr: Acta Mater. **53** (2005) 533-551.
- (46) L. E. Iorio and W. M. Garrison Jr: Metall. Mater. Trans. A **37A** (2006) 1165-1173.
- (47) G. J. Spaeder: Metall. Trans. **1** (1970) 2011-2014.
- (48) G. W. Tuffnell and R. L. Cairns: Trans. ASM **61** (1968) 798-806.
- (49) K. Rohrbach and M. Schmidt: *ASM Handbook 10<sup>th</sup> ed. I: Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys*, (ASM Int., Ohio, USA, 1990) pp.793-800.
- (50) J. D. Embury, N. J. Petch, A. E. Wraith and E. S. Wright: Trans. Metall. Soc. AIME **239** (1967) 114-118.
- (51) D. W. Kum, T. Oyama, J. Wadsworth and O. D. Sherby: J. Mech. Phys. **31** (1983) 173-186.
- (52) C. M. Yen and C. A. Stickels: Metall. Trans. **1** (1970) 3037-3047.
- (53) W. Cao, M. Zhang, C. Huang, S. Xiao, H. Dong and Y. Weng: Sci. Report **7** (2016) 41459.
- (54) T. Maeda, S. Okuhata, K. Matsuda, T. Masumura, T. Tsuchiyama, H. Shirahata, Y. Kawamoto, M. Fujioka and R. Uemori: Mater. Sci. Eng. A **812** (2021) 141058.
- (55) L. Liu, Q. Yu, Z. Wang, J. Ell, M. X. Huang, R. O. Ritchie: Science **368** (2020) 1347-1352.
- (56) N. Haghdadi, M. Laleh, M. Moyle and S. Primig: J Mater. Sci. **56** (2012) 64-107.
- (57) 山崎真吾, 高橋稔彦: 鉄と鋼 **83** (1997) 454-459.
- (58) 高力ボルトの遅れ破壊評価法ガイドライン, No.JSS IV 10-2014, 日本鋼構造協会標準, (2014).
- (59) S. Li, E. Akiyama, Y. Kimura, K. Tsuzaki, N. Uno and B. Zhang: Sci. Technol. Adv. Mater. **11** (2010) 025005.

## 木村 勇次 プロフィール

1968年5月10日に広島県に生まれ、1991年3月に九州大学工学部鉄鋼冶金学科を卒業、1993年3月に同大学院工学研究科鉄鋼冶金学専攻修士課程を修了し、同年4月より九州大学工学部助手に採用され、1998年12月に「メカニカルミリングによる超強加工法を利用した鉄の結晶粒超微細化に関する研究」で九州大学より博士（工学）の学位を取得した。1999年4月に旧金属材料技術研究所、現在の物質・材料研究機構に研究員として転じ、2001年4月に主任研究員、2009年4月に主幹研究員、2016年4月に主席研究員に昇任し、現在に至っている。

一貫して加工熱処理による鉄鋼材料の強じん化に関する研究開発に取り組み、平均結晶粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の結晶粒超微細化を組織制御の基軸として、開発材の部品化までを見据えた加工熱処理技術の開発研究を行ってきた。その主な成果として、九州大学在籍中は、熱力学的に安定な酸化物が鉄粉末のボールミリングによる超強加工ではナノフェライト粒組織の形成とともに分解・非晶質化してその後の熱処理ではナノメートルスケールで再析出するという現象を解明し、この現象を応用した超微細結晶粒鋼の創製技術を開発した。平均フェライト粒径が $0.2\mu\text{m}$ の超微細結晶粒鋼のバルク体を創製して超微細結晶粒鋼の力学特性を示した。物質・材料研究機構では、中炭素低合金鋼のマルテンサイト組織が超微細なヘテロ構造であることに着目し、焼戻マルテンサイト鋼の温間加工（温間テンプレフォーミング）を応用した超高強度鋼の創製技術を開発した。温間テンプレフォーミング材では超微細繊維状結晶粒組織が形成され、従来の超高強度鋼が延性ぜい性遷移を示すサブゼロ温度域でシャルピー衝撃吸収エネルギーが著しく増大するという“じん性の逆温度依存性”を見出した。さらにボルトメーカーとの共同で、超微細繊維状結晶粒組織を有する温間テンプレフォーミング材の温間鍛造成形技術を開発して1800 MPa級超高強度ボルトを実現した。ボルト部位の適材適所に超微細結晶粒組織を配置するという部品の組織設計思想を提案し、大気腐食環境下での超高強度ボルトの耐遅れ破壊性能を大幅に向上させることに成功した。

本協会では、学術研究委員会委員（2013～2014年度）、学術研究委員会副委員長（2015～2022年度）、理事（2017～2022年度）を務め、2023年度からは学術研究委員会委員として活動している。