

平成 30 年 6 月 27 日現在

機関番号：24402

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K06510

研究課題名(和文) 低パス回数 ECAP によるステンレス鋼への高密度ナノ双晶導入とその力学的特性

研究課題名(英文) Deformation Twinning and Related Change in Mechanical Properties in Stainless Steel Processed by Low ECAP Passes

研究代表者

兼子 佳久 (Kaneko, Yoshihisa)

大阪市立大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号：40283098

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,800,000円

研究成果の概要(和文)：オーステナイト系ステンレス鋼に対し、150℃という比較的低いダイス温度の条件で1回または2回のECAP加工を施した。2パス加工については、双晶密度を増加させたり、組織を均質化させたりするために、1パス後および2パス後に熱処理を施した。600℃での中間熱処理を施すことで双晶密度が47%まで増加し、最大引張強度も1160MPaに達した。1パス加工材については熱処理によって低サイクル疲労における繰返し軟化が抑制され、高サイクル疲労における疲労強度が増加した。しかし、2パス材では、熱処理無しでも非常に優れた疲労特性を有しており、それらに及ぼす熱処理の追加的な効果は低かった。

研究成果の概要(英文)：Austenitic stainless steel was processed by equal-channel angular pressing (ECAP) for one and two passes, using a die heated at 423K. To increase deformation twin density, some two-pass samples were annealed insertionaly before the second pass. In addition, some samples including one-pass samples were post-annealed after the last ECAP pass, to homogenize a heavily-deformed structure. The insertional annealing at 600 degree Celsius resulted in increase in twinned area up to 47%, and the tensile strength of this two-pass sample attained to be 1160MPa. For the one-pass samples, by the post-annealing at 600 degree Celsius, the fatigue strength under a high-cycle condition improved and the fatigue softening under a low-cycle condition was moderated. The as-ECAPed two-pass sample showed a high fatigue strength and a small fatigue softening, and no significant influence of the heat treatments on fatigue performance was recognized for the two-pass samples.

研究分野：材料工学

キーワード：ステンレス鋼 強ひずみ加工 引張変形 疲労 双晶

1. 研究開始当初の背景

金属材料の結晶粒を微細化すると Hall-Petch の関係に従い降伏強度が増加する。粒径を $1\mu\text{m}$ 以下にまで減少させることによって強度を高めたバルク状金属材料の製造は、現状では強ひずみ加工 (Severe Plastic Deformation: SPD) が唯一の方法である。Equal Channel Angular Pressing (ECAP) 法は SPD の一種であり、屈曲した経路を有するダイスに材料を通過させることによって高いせん断変形を与え、結晶粒を微細化する方法である。ただし、非常に高い圧力で材料を押し出す必要があるため、強度が高い合金に対しては加工がきわめて困難であり、ステンレス鋼の ECAP 加工では従来は 700°C 程度にダイスを加熱する必要があった。申請者らは図 1 のような特殊構造を有するダイスの採用などの種々の改良を施すことで、 150°C という低温で SUS316L 鋼を 4 回まで ECAP 加工することに成功している。¹⁾

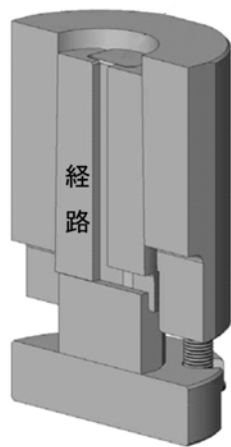


図 1 ECAP 加工用ダイスの構造

低温 ECAP 加工材は、等軸状粒ではなく、幅約 50nm の非常に細い変形双晶 (ナノ双晶) の形成を特徴としている。SUS316L 鋼では、引張強度は 4 回加工では 1.5GPa に達した。疲労強度も未加工材に比べ 3 回加工材で 3 倍に増加しており²⁾、市販のステンレス鋼の強度特性が低温 ECAP 加工によって劇的に改善されることが分かった。

金属材料では一般に強度と延性の両立が困難であり、高強度のものは延性が低下するという排反が生じる。SPD により結晶粒微細化された材料もこの例外ではない。しかし、Lu らは Science 誌において、ナノ双晶を多く含む銅めっき薄膜では高強度と高延性が両立すると報告している。この結果は、低温 ECAP 加工ステンレス鋼でもナノ双晶の導入によって、高強度・高延性両立の可能性を示唆するものである。

<引用文献>

(1) H.Ueno, K.Kakihata, Y.Kaneko, S.Hashimoto, A.Vinogradov, "Nanostructurization assisted by twinning during equal channel angular

pressing of metastable 316L stainless steel", J. Mater. Sci., 46, (2011), pp.4276-4283.

(2) H.Ueno, K.Kakihata, Y.Kaneko, S.Hashimoto, A.Vinogradov, "Enhanced Fatigue Properties of Nanostructured Austenitic SUS 316L Stainless Steel", Acta Mater., 59, (2011), pp.7060-7069.

(3) L.Lu, X.Chen, X.Huang, K.Lu, "Revealing the Maximum Strength in Nanotwinned Copper", Science, 323, (2009), pp.607-610.

2. 研究の目的

上述のように、オーステナイト系ステンレス鋼に対して 1 回の低温 ECAP 加工を行うと、変形双晶と転位を多く含む領域が形成される。この状態で 2 回目の ECAP 加工を行うと、双晶がない領域でも転位やひずみのために多くの双晶が形成されにくい。したがって、双晶は残るが転位・ひずみが消滅するような熱処理を施した後に 2 回目の ECAP 加工を行えば、多くの双晶が形成されると期待される。

微細結晶粒と粗大結晶粒から構成される Bimodal 構造材料では、硬い微細結晶領域で高い強度を保ちつつ、柔らかい粗大結晶領域によって延性を向上させることができる。ECAP 加工された SUS304L 鋼でも結晶粒の割合を熱処理によって操作し、ナノ双晶と、転位が少ない結晶粒から成る材料を作製することができれば、単なる UFG 材料よりも優れた引張変形特性を持つと考えられる。

SPD 加工された金属材料の疲労特性に関しても多くの研究がなされており、微細材料では高サイクル疲労特性において優れた特性を示すことが確認されている。しかしながら、低サイクル疲労では粗大結晶粒より低い疲労寿命を示すことが報告されている。さらに塑性ひずみ振幅が大きいと、せん断帯の形成や結晶粒の粗大化などにより応力振幅が低下する疲労軟化と呼ばれる現象が生じる。強度低下を引き起こす疲労軟化は構造物設計において安全性を低下させるが、詳細は不明な点が多い。

本研究ではオーステナイト系ステンレス鋼である SUS304L 鋼に対して ECAP 加工と熱処理を繰返し行い、双晶比率が高く、強度と延性に優れた材料の作製を目標とした。作製した試料に対し、二点の事柄を調査した。一点目は引張試験と内部構造の観察を行い、引張特性・微細構造に及ぼす ECAP 加工と熱処理の影響を調査した。二点目は高サイクルと低サイクルの二種類の疲労試験を行い、疲労強度と疲労軟化を関連付け、ECAP 加工材における疲労き裂発生機構について検討する。

3. 研究の方法

ECAP 加工前に SUS304L 鋼を 1050°C 、1 時間の条件で真空熱処理を施した後、焼入処理を

施した。その後、 $4 \times 4 \times 40 \text{ mm}^3$ の形状に放電加工機で切り出した。ECAP 加工時のダイス温度は 150°C とし、2 パス目の加工には Route Bc を用いた。

まず、2Pass 加工材に及ぼす中間熱処理温度の影響を調べた。図 2 に加工手順を示す。1 回目の ECAP 加工を行った後、 $500^\circ\text{C} \sim 800^\circ\text{C}$ 、1 時間の条件で焼鈍を行った。その後、2 回目の ECAP 加工を 1Pass 加工と同じ条件で行った。

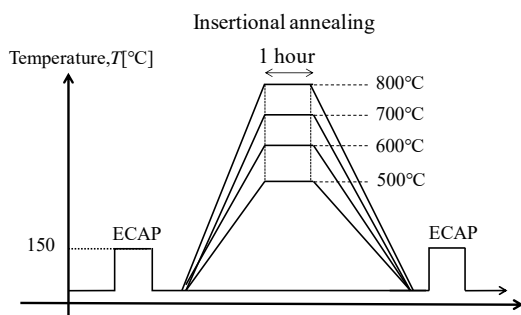


図 2 2Pass 材の中間熱処理

一部の 1Pass および 2Pass 加工材に対しては、 600°C 、1 時間の条件で最終熱処理を施した。

種々の条件で ECAP 加工を施した試料の内部構造を調査するため、透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いて観察を行った。装置は日本電子 JEM-2100 を用いた。

引張試験のために、ECAP 加工材をゲージ部形状が $5 \times 1.5 \times 1.5 \text{ mm}^3$ の平滑試験片に成形した。引張軸方向は押出方向と並行である。引張試験には 5kN のロードセルを取り付けた Shimadzu Autograph AGI-20kN (島津製作所) を用い、初期ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 、室温の条件で行った。

ECAP 加工材の疲労強度を調査するため、高サイクル疲労試験を行った。試験片は放電加工機を用いて、最小断面部が $1.5 \times 1.5 \text{ mm}^2$ の平滑試験片に加工した。引張軸は同様に押出方向とした。疲労試験機は島津製作所製サーボパルサ EHF-FB10KN-4LA を用いた。試験条件は荷重制御のもと、荷重波形は正弦波、周波数は 10Hz、大気中、室温の条件で引張-圧縮とした。荷重比は $R=-1$ である。高サイクル疲労試験の応力振幅 σ_a は $300 \sim 600 \text{ MPa}$ の範囲で行った。疲労強度は 10^7 サイクルで破断しなかった最大の応力振幅とした。

ECAP 加工材の低サイクル疲労特性を調査するために、一定塑性ひずみ振幅 ϵ_{pl} の疲労試験を行った。高サイクル疲労特性と対応させるため、塑性ひずみ振幅条件は $1 \times 10^{-4} \leq \epsilon_{pl} \leq 1 \times 10^{-3}$ の低～中振幅とした。放電加工機を用いてゲージ部形状が $1.5 \times 1.5 \times 2.0 \text{ mm}^3$ の平滑試験片を切り出した。ゲージ部のひずみはひずみゲージで測定した。試験条件は、荷重波形を三角波、周波数を 0.2Hz、大気中・室温で行った。塑性ひずみ振幅制御を実現するために、荷重およびひずみのアナログ信号を A/D コンバーターを介して制御用 PC に

取り込んでヒステリシスループを解析し、設定した塑性ひずみ振幅になるよう、適切な荷重信号を疲労試験機のコントローラに返した。ヒステリシスループは 10 サイクル毎に観測用 PC に記録と同時に表示され、確認することができる。測定されるサンプリングレートは 1 サイクルあたり 1000 回とした。

4. 研究成果

4.1 微視的組織

図 3(a)～(c)に単なる 1Pass 材、1Pass 加工後 600°C と 700°C の熱処理を施した試料の微視的構造を示す。 600°C までの熱処理では微視的構造に大きな変化はなかったが、 700°C 以上の熱処理で再結晶粒が形成されていた。 800°C の熱処理では 9 割以上の領域で再結晶化していた。

図 3(d)は 600°C の中間熱処理を施した 2Pass 材である。1 回目と 2 回目の ECAP 加工で形成されたと考えられる交差した双晶が多く観察された。他の中間熱処理温度と比べて、 600°C が最も双晶が多く、双晶比率は 47% に達した。

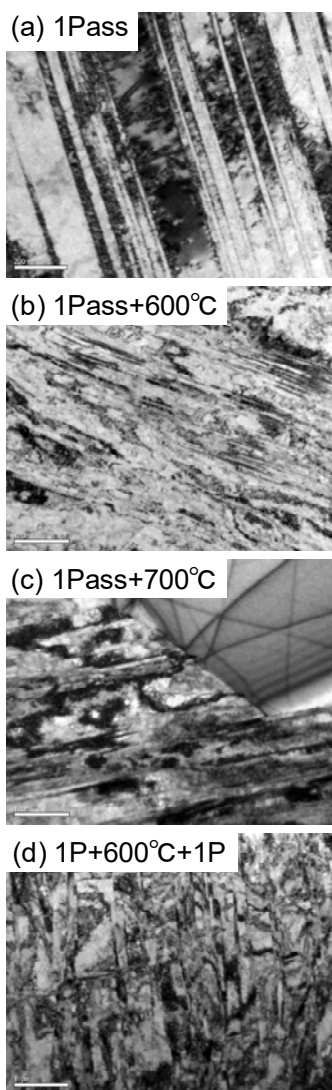


図 3 ECAP 加工と焼鈍を施した SUS304L 鋼の微視的構造

4.2 引張特性

図4に、加工後に種々の温度で熱処理を施した1Pass加工材の応力-ひずみ線図を示す。600°Cまでは高い引張強度を保っていたが、700°C以上では再結晶のために急激に強度が低下し、延性が向上したことが確認できる。

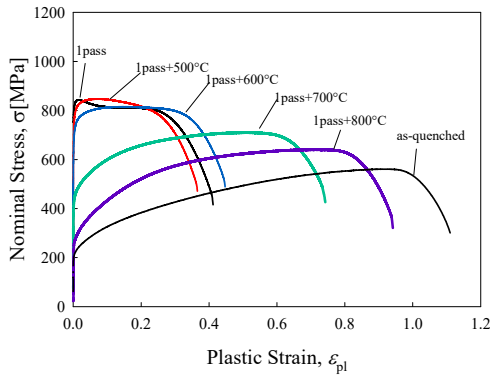


図4 1Pass材の応力-ひずみ線図

図5に種々の温度で中間熱処理を施した2pass材の引張強度と延性（均一伸び）を示す。600°Cの中間熱処理を施した2pass材は単なる2pass材よりも引張強度が優れていたが、700°C以上の熱処理で強度が低下していた。延性は熱処理温度によらず、低い値となった。

図6に中間熱処理を施した2Pass材の双晶比率と引張強度との関係を示す。引張強度は双晶比率の増加とともに増加しており、双晶比率が最も高かった600°Cの中間熱処理で、引張強度は1160MPaに達した。

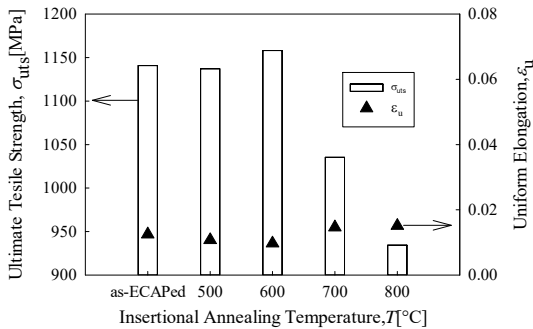


図5 中間熱処理を施した2Pass材の引張試験における最大引張強さと均一伸び

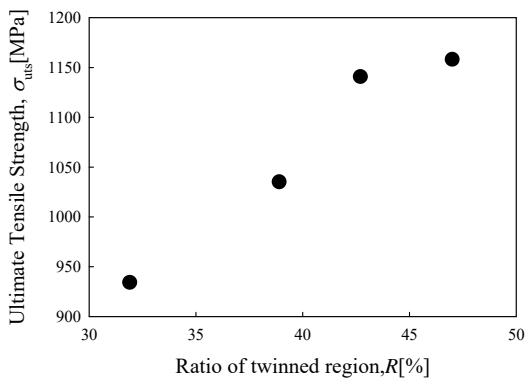


図6 双晶比率と引張強度との関係

中間熱処理を施した2Pass材は優れた強度を示したが延性に乏しかったので、2Pass材に最終熱処理を施し、引張試験を実施した。図7に単なる2pass材、600°Cの中間熱処理を施した2pass材(1pass+600°C+1pass)、600°Cの中間・最終熱処理を施した2pass材(1pass+600°C+1pass+600°C)の引張強度と均一伸びを示す。図5でも示したように、600°Cの中間熱処理を施すと強度が向上していたが延性は乏しかった。しかしながら、600°Cの最終熱処理によって、強度を大きく損なうことなく、均一伸びは約7倍に向上していた。

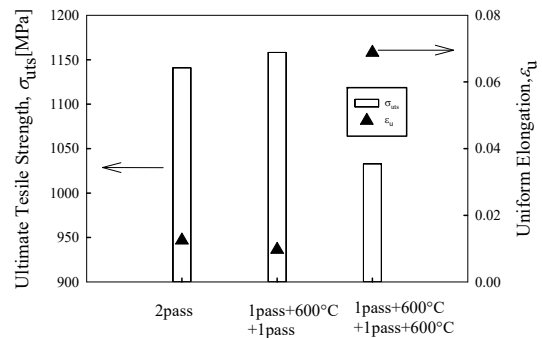


図7 最終熱処理を施した2Pass材の引張試験における引張強度と均一伸び

4.3 高サイクル疲労特性

1Pass材、600°Cの熱処理を施した1Pass材(1Pass+600°C)、600°Cの中間熱処理を施した2Pass材(1Pass+600°C+1Pass)、600°Cの中間熱処理および最終熱処理を施した2Pass材(1Pass+600°C+1Pass+600°C)に対して高サイクル疲労試験を行った。それらのS-N曲線の結果を図8に示す。

1Pass材では最終熱処理の有無および温度に依存して疲労強度が変化した。単なる1Pass材の疲労強度は400MPaだったのに対し、600°Cの最終熱処理を施すと疲労強度は450MPaへと増加した。一方、図には記載していないが、700°Cの熱処理を施した1Pass材では、疲労強度は逆に350MPaと低下していた。

2Pass材ではどのような熱処理でも1Pass材よりも疲労強度は向上した。単なる2Pass材の疲労強度は500MPaであった。ただし1Pass材とは異なり、図には記載していないが600°Cの中間熱処理を施した2Pass材の疲労強度も同じく500MPaであり、高サイクル疲労においては中間熱処理の影響はみられなかった。また、最終熱処理を施した2Pass材の疲労強度は490MPaに低下しており、1Pass材と異なり最終熱処理は疲労強度の低下をもたらした。

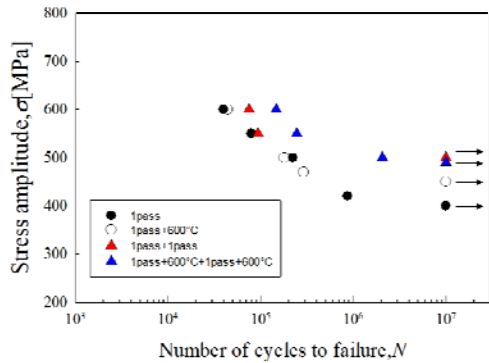


図8 ECAP加工と熱処理を施したSUS304L鋼の疲労寿命

4.4 低サイクル疲労特性

1Pass, 1Pass+600°C, 2Passおよび1Pass+600°C+1Pass+600°C材に対して、 $\epsilon_{pl}=1 \times 10^{-3}$ の一定塑性ひずみ振幅条件で実施した低サイクル疲労試験で得られた繰返し軟化曲線を図9に示す。横軸は累積塑性ひずみ($\epsilon_{pl,cum}$)である。

1つの試験片を除いて、疲労初期から応力振幅が低下する繰返し軟化現象が見られた。中間と最終熱処理を施した2Pass材(1Pass+600°C+1Pass+600°C材)では、初期の繰返し軟化が抑制されることが分かった。

実験初期の応力振幅は、1Passと2Passとを比較すると熱処理の有無によらず2Pass加工材の応力振幅が基本的には高くなった。

1Pass材を比較すると、初期の応力振幅には熱処理の影響は見られなかった。しかしながら、繰返し軟化の速さは熱処理によって抑えられていることが分かった。

2Pass材では、1Pass材とは異なり、熱処理を施した材料の初期の応力振幅は明らかに低下した。しかしながら、初期の軟化が消失し、繰返し硬化現象を示すようになった。

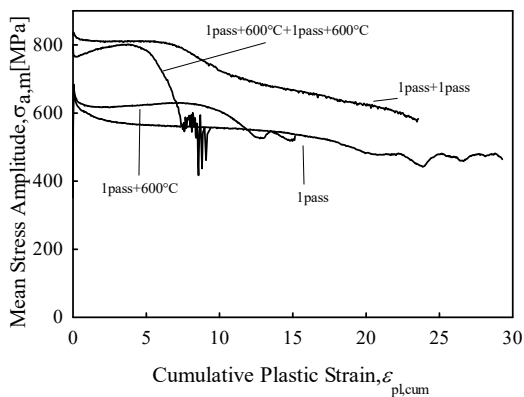


図9 ECAP加工と熱処理を施したSUS304L鋼の塑性ひずみ振幅が $\epsilon_{pl}=1 \times 10^{-3}$ における応力振幅の変化

図9で見られた繰返し軟化の程度を定量的

に評価するため、初期段階の軟化率を検討した。例えば1Pass材の曲線から分かるように、初期の応力振幅の減少の減少速度は繰返し数の増加とともに徐々に低下するが、その後に変曲点を示して二次的な軟化が起こる。実験初期からこの変曲点までの段階を急速軟化領域と考え、その区間の応力振幅の低下を検討した。本研究では、実験開始時と変曲点での応力振幅の差 $\Delta\sigma_a$ を実験開始時の応力振幅 $\sigma_{a,max}$ で除した値 $\Delta\sigma_a/\sigma_{a,max}$ を繰返し軟化率として定義した。

図10に1Pass材の繰返し軟化率の塑性ひずみ振幅依存性を示す。低いひずみ振幅では軟化率に熱処理の影響は見られなかった。一方、ひずみ振幅が高い $\epsilon_{pl} \geq 5 \times 10^{-4}$ の条件では、熱処理によって軟化率が大幅に抑制された。

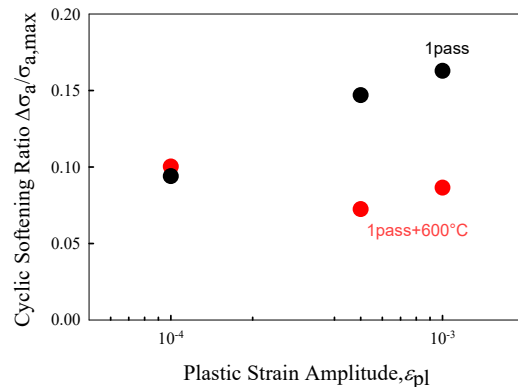


図10 低サイクル疲労における初期軟化率と熱処理との関係

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計3件)

① M. Uchida, T. Ueno, T. Abe, Y. Kaneko, “Quantitative Evaluation of the Development of Stress and Strain Fields using Digital Image Correlation and Finite Element Methods”, *Advanced Experimental Mechanics*, 査読有り, Vol. 2, (2017), pp 76-81, 10.11395/aem.2.0_76

② A. Vinogradov, I. S. Yasnikov, H. Matsuyama, M. Uchida, Y. Kaneko, Y. Estrin, “Controlling strength and ductility: Dislocation-based model of necking instability and its verification for ultrafine grain 316L steel”, *Acta Mater.*, 査読有り, Vol. 106, (2016), pp. 295-303, 10.1016/j.actamat.2016.01.005

③ Y. Kaneko, M. Nishii, “Lattice Rotation in Fe-20%Cr Alloy Single Crystals Subjected to Sliding Wear”, *材料*, 査読有り, Vol. 64, (2015), pp. 281-286, 10.2472/jsms.64.281.

[学会発表] (計17件)

①山田文平, 兼子佳久, 内田真, A. Vinogradov, ECAP加工されたSUS304L鋼の力学的特性に及ぼす熱処理の影響, 日本機械学会関西支部第93期定時総会講演会, 2018

②南友弥, 梅田健司, 兼子佳久, 内田真, A. Vinogradov, ZK60A マグネシウム合金の微視的組織と疲労特性に及ぼす ECAP 加工の影響, 日本機械学会関西支部第 93 期定時総会講演会, 2018

③兼子佳久, 小林温樹, 内田真, A. Vinogradov, ECAP 加工されたステンレス鋼の低サイクル疲労試験における非対称な応力ひずみ応答, 日本機械学会関西支部第 93 期定時総会講演会, 2018

④齋部一至, 兼子佳久, 内田真, A. Vinogradov, サブミクロンの結晶粒径を有するニッケルの引張変形特性, 日本機械学会関西支部第 93 期定時総会講演会, 2018

⑤ Y. Kaneko, H. Kobayashi, K. Tsujimura, M. Uchida and A. Vinogradov, High- and Low-Cycle Fatigue Properties of SUS304L Steel processed by ECAP, The 15-th International Conference on Advanced Materials, 2017

⑥ Y. Kaneko, C. Yoneda and M. Uchida, EBSD Analysis of Local Lattice Rotation below Fracture Surface, 14th International Conference on Fracture, 2017

⑦南友弥, 兼子佳久, 内田真, A. Vinogradov, ECAP加工したZK60Aマグネシウム合金の微視的組織と低サイクル疲労特性, 日本機械学会M&M2017材料力学カンファレンス, 2017

⑧山田文平, 兼子佳久, 内田真, A. Vinogradov, ECAP加工と熱処理を施したSUS304L鋼の引張特性, 日本機械学会関西支部第92期定時総会講演会, 2017

⑨南友弥, 兼子佳久, 内田真, ZK60A マグネシウム合金の微視的組織と力学的特性における ECAP 加工温度依存性, 日本機械学会関西支部第 92 期定時総会講演会, 2017

⑩ Y. Kaneko, I. Tada, H. Kobayashi, M. Uchida, A. Vinogradov, Low-Cycle Fatigue Property of the UFG Nickel, Asia-Pacific Conference on Fracture and Strength 2016 (APCFS2016), 2016.

⑪ Y. Kaneko, H. Kobayashi, M. Uchida, A. Vinogradov, Monotonic Deformation and Low-Cycle Fatigue Properties of SUS304L Stainless Steel Processed by ECAP, 9th Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing (PRICM9), 2016

⑫ S. Gao, K. Yoshino, D. Terada, A. Shibata, N. Tsuji, Y. Kaneko, Discontinuous Yielding and Strengthening Mechanism in Ultra-Fine Grained Al, 9th Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing (PRICM9), 2016

⑬ 兼子佳久, 多田樹生, 内田真, A. Vinogradov,

ECAP 加工された超微細結晶粒ニッケルの繰返し軟化, 日本機械学会 M&M2016 材料力学カンファレンス, 2016

⑭ 山田文平, 兼子佳久, 内田真, A. Vinogradov, ECAP 加工された SUS316L 鋼のナノ双晶形成と引張特性に及ぼす熱処理の影響, 日本機械学会 M&M2016 材料力学カンファレンス, 2016

⑮ 小林温樹, 兼子佳久, 内田真, A. Vinogradov, ECAP 加工を施した SUS304L 鋼の引張強度と低サイクル疲労特性の加工履歴依存性, 日本機械学会 関西支部第 91 期定時総会講演会, 2016

⑯ 多田樹生, 兼子佳久, 内田真, ECAP 加工で作製された超微細結晶粒ニッケルの低サイクル疲労特性, 日本金属学会 2015 年秋期講演大会, 2015

⑰ 兼子佳久, ECAP 加工によるステンレス鋼におけるナノ双晶形成とその力学的特性, 第 3 回グリーンエネルギー材料のマルチスケール創製研究会, 2015

6. 研究組織

(1) 研究代表者

兼子 佳久 (KANEKO, Yoshihisa)
大阪市立大学・大学院工学研究科・教授
研究者番号: 40283098

(2) 研究分担者

内田 真 (UCHIDA, Makoto)
大阪市立大学・大学院工学研究科・准教授
研究者番号: 90432624