

令和 3 年 5 月 31 日現在

機関番号：34310

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2018～2020

課題番号：18K04783

研究課題名（和文）超微細結晶材料の粒界誘起塑性に起因する展性を活用した二次加工性向上

研究課題名（英文）Grain boundary enhanced ductility of ultrafine grained materials

研究代表者

宮本 博之（Miyamoto, Hiroyuki）

同志社大学・理工学部・教授

研究者番号：10298698

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,400,000円

研究成果の概要（和文）：構造用金属材料の強化手法である結晶粒微細化の一つの方法として、強ひずみ加工法が注目されているが、結晶粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の超微細粒になると延性が著しく低下する。しかし、くびれ後の局部変形能は高く本研究ではUFG材料が本質的に持つであろう展性に注目した。ECAP法により超微細結晶銅を作製し、冷間圧延を模擬した円筒工具試験を用いて破断までの圧縮率を測定することにより、展性を評価した。超微細結晶銅は粗粒材よりも破断までの高い圧縮率を示し、展性が遜色ないことが明らかになった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

構造用金属材料の高強度化は構造物の軽量化の手段であり、省資源省エネルギーに寄与できる。高強度化の強化手法の一つである結晶粒微細化はその他の方法と比較して、希少金属が多い合金元素が不要であるため、今後は重要な方法となる。一方、通常は高強度化により延性が低下する。本研究では圧縮応力下での展性は通常粒径材と比較しても遜色ないことが明らかになった。このことは加工条件をうまく選択すれば、超微細結晶材料の二次加工性を引き出すことができることを示唆している。

研究成果の概要（英文）：Severe plastic deformation (SPD) can fabricate high-strength materials by forming ultrafine grained (UFG) microstructure. But, in general, as in other methods, strengthening accompanies ductility loss. Low ductility, which is usually evaluated by the uniaxial tensile tests, has been attributed to low strain hardening of UFG structure where dislocation slip and its accumulation is very limited. In the present work, it is shown that the compressive ductility, or classically called malleability of UFG materials can be comparable or potentially superior to that of coarse-grained counterparts in an appropriate stress state. The high malleability of UFG materials by SPD can be attributed to the unique deformation mechanism related with non-equilibrium grain boundaries and their high damage tolerance. The present results present a prospect for expanding industrial application of UFG materials, which has been limited because of low tensile ductility.

研究分野：金属材料工学

キーワード：強ひずみ加工 超微細結晶材料 ナノ結晶材料 強度 加工性

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

様式 C-19、F-19-1、Z-19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

材料の靱性・強度の向上など材料に優れた特性を与えるには結晶粒微細化が必要不可欠である。結晶粒微細化の方法として、巨大ひずみ付与法である強ひずみ加工 (SPD) 法が注目されているが、結晶粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の超微細粒 (UFG) になると引張延性が著しく低下する。これは、引張試験では加工硬化能の低下によって塑性不安定現象であるくびれが原因であり、二次加工性の改善が課題と認識されている。しかし、くびれ後の局部延性は高く、粗粒材より高い場合もある。このように、材料の変形能そのものが失われたわけではなく、実際に圧縮変形では十分な変形能を示す。そこで本研究では超微細結晶材料が本質的に持つであろう展性に注目した。ここで展性とは圧縮応力のもとで拡張できる変形能を示すものとする。展性は変形組織の進展による加工硬化がなく、定常組織を保持することにより発現する。

2. 研究の目的

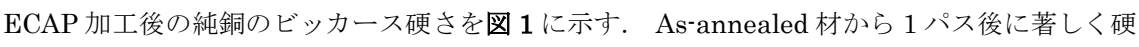

粒界誘起塑性が支配的な UFG 材料やナノ結晶材料は、変形に伴う組織変化と加工硬化能が小さく本質的に展性に対する高いポテンシャルを有すると考えられる。そこで展性を少なくとも 1 方向以上の圧縮応力のもとで表面積が増大できる変形能として広く解釈し、延性という概念から切り離した上で、UFG 材における展性の優位性を明らかにする。一般的には展性を利用した加工方法として冷間圧延による金属箔への加工がある。本研究では冷間圧延を模擬した円筒圧縮試験により変形能を評価した。

3. 研究の方法

供試材として純銅を使用した。試料の残留応力を除去するために、 573K 、保持時間 1 時間の熱処理を行った。結晶粒微細化強化の方法として ECAP 法を使用した。島津製作所製 Autograph AGS-10kND を使用して引張試験を行った。試験片の両面を機械研磨で鏡面にした。引張速度は初期ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ とした。

圧縮試験および円筒工具試験は島津製作所製 Autograph AG-I 100kN を使用して圧縮試験を行った。圧縮速度は引張試験と同じ初期ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ とした。圧縮方向は ECAP 後の RD 面に相当する面に垂直な方向とする。なお、圧縮による変形能を評価するのは摩擦の影響が多いため適切ではない。そこで、円筒工具による圧縮試験を行った。本試験では、圧縮試験機の圧縮部に円筒状の工具を取り付けた。試験片の初期厚さは 4mm とし、圧縮速度は通常の圧縮試験と同じ $0.5\text{mm}/\text{min}$ (初期ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$) とした。ECAP 試験後と圧縮試験後の各試験片の微細組織を EBSD 法を使用して観察した。なお、各試験片の観察面は TD 面とした。

4. 研究成果

ECAP 加工後の純銅のビッカース硬さを  **図 1** に示す。As-annealed 材から 1 パス後に著しく硬化したが、2 パス以降は硬さの変化は小さい。ECAP 加工後の EBSD による組織写真を  **図 2** に示す。ECAP 加工によるパス数の増加につれて結晶粒が微細化されていることが分かる。平均結晶粒径を測定したところ、As-annealed 材の平均結晶粒径は $32.45\mu\text{m}$ であるのに対し、8 パス材では $0.22\mu\text{m}$ となり、超微細結晶組織が形成されていることが確認された。

純銅の引張試験と圧縮試験の結果を図 3 に示す。ECAP 加工を施した材料はパス数の増加に伴い降伏応力は増加し、伸びが減少している。ECAP 加工材は As 材にくらべて早期に加工硬化が飽和してしる。すなわち、パス数の増加とともに加工硬化が抑制されて、早期にくびれが形成して破断に至る。結晶粒が微細化され、転位の活動と蓄積が抑制されたために加工硬化性が低下したと考えられる。圧縮試験では、As-annealed 材は降伏後すぐに加工硬化挙動を示している。1 パス材から 8 パス材では、降伏後一定の応力で変化したのち、急激な加工硬化挙動を示している。この加工硬化はアンビルと試験片間の摩擦により、幅方向の変形が拘束されてことによるみかけの応力上昇で、材料の組織発展に起因する加工硬化によるものではない。加工硬化挙動にはパス数によって違いが生じた。UFG 材は降伏後、As 材よりも緩やかな荷重の上昇の後、急激に荷重が上昇した。

圧縮試験後の EBSD による組織写真を図 4 に示す。As 材や 1~4 パス材では、圧縮前後で結晶粒が圧縮方向に微細化されている。一方、8 パス材においては、圧縮後の結晶粒は圧縮方向に少しだけ伸びているが、平均結晶粒径は $0.21\mu\text{m}$ となっており、結晶粒径にほとんど変化が見られなかった。超微細結晶材料は結晶粒の回転を伴った粒界すべりが支配的であり、回転による結晶方位の変化は考えられても、結晶粒径の変化は起こりにくい。また、転位密度の変化も極めて小さなものであると考えられる。これにより、超微細結晶である 8 パス材では、ECAP 加工後の組織の進展が少ないと考えられる。超微細結晶粒を有する純銅では組織の進展が小さいために加工硬化が起こりにくく、圧縮変形による加工性が向上したと考えられる。

圧縮速度を変化させた 8 パス材の真応力真ひずみ線図を図 5(a) に示す。圧縮速度を変化させた際、降伏応力に僅かな変化があり、圧縮試験にひずみ速度依存性があることが分かる。そこで、単回帰分析法を用いて m 値を算出した。ひずみ ε を 0.2, 0.4, 0.6 の一定の値として定め、そのときの真応力真ひずみ速度を図 5(b) にプロットし、直線の傾きを求めた。その結果それぞれのひずみに対する傾き (m 値) は 0.027, 0.077, 0.096 となり平均値は 0.067 となった。超塑性発現の 1 つの指標として、ひずみ速度感受性指数が 0.3 以上であるといわれている。この結果から純銅 8 パス材の圧縮挙動は超塑性挙動ではなく、純粋に超微細粒材料が圧縮変形における展性に優れていることが明らかとなった。

展性の変形能を評価する方法として、円筒工具試験を採用した。円筒工具試験では、材料が圧縮部中央から水平方向に流動するため、圧縮試験のような摩擦の影響が少ない。そのため、材料の割れが発生するまでの圧縮変形が期待でき、変形能の評価が期待できる。試験片の初期厚さを 4mm とし、圧縮速度は通常の圧縮試験と同じ $0.5\text{mm}/\text{min}$ とした。その結果それぞれの試験片において割れを確認することが出来た。割れが発生した際の圧縮率を図 6 に示す。ECAP 加工を行った材料はより優れた圧縮率を示した。圧縮変形では空隙の形成と成長を抑制することができ、As 材と UFG 材ではその影響度が異なるために、圧縮率に差が生じたと考えられる。円筒工具試験後の破面の写真を図 7 に示す。As 材は短いディンプルが多数生じているように見えるが、UFG 材に生じたディンプルは全体的に長くなっている。As 材は加工硬化性が高いために圧縮変形の進行とともに硬化し破断に至る。一方、UFG 材では、加工硬化性が低いため、圧縮応力下では早期の破断を抑制する要因となり、結果的にディンプルが長くなり高い圧縮率を示したと考えられる。

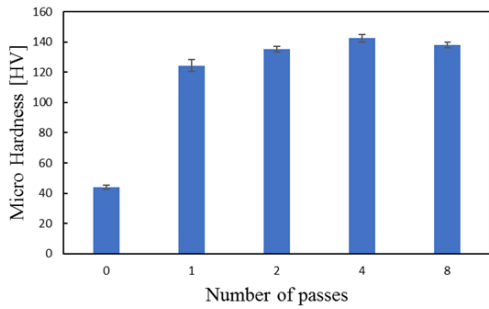


図 1. E C A P 加工後の硬さ

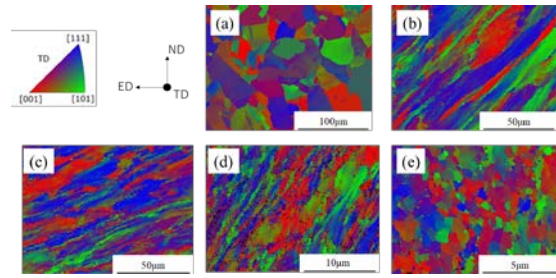


図 2. E C A P 加工後の結晶方位マップ

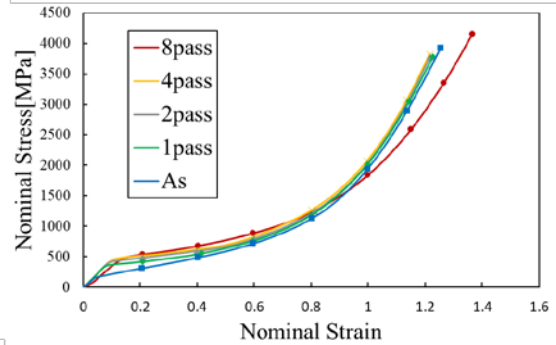
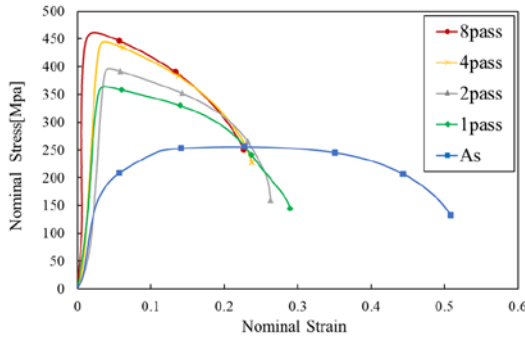


図 3. E C A P 加工後の引張試験による応力ひずみ線図と圧縮試験による応力ひずみ線図

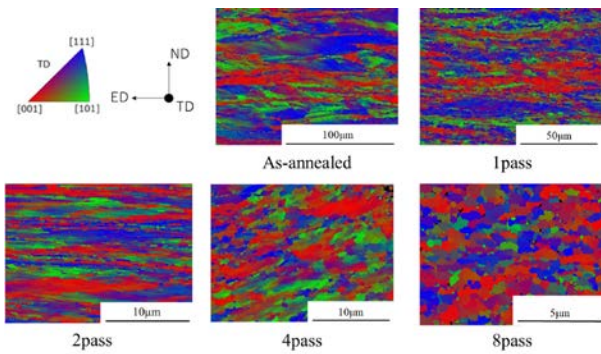


図 4. 圧縮試験後の結晶方位図

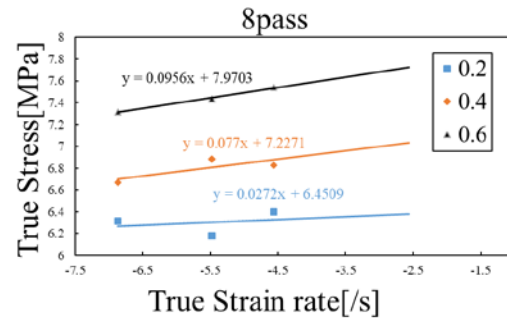
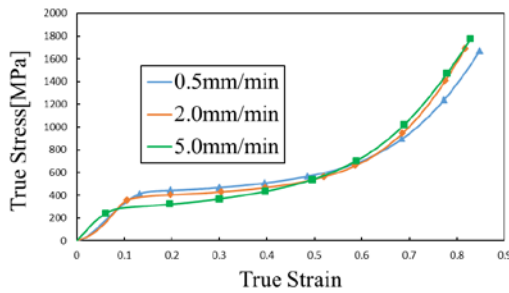


図 5. 圧縮試験における 8 パス材の応力ひずみ線図 (左) と変形応力とひずみ速度の関係

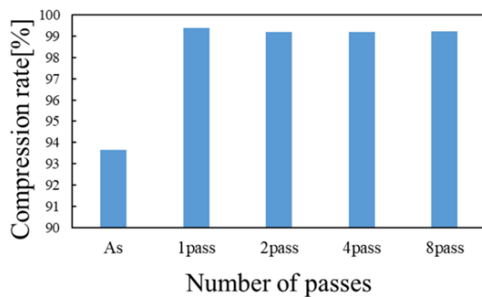


図 6. 円筒工具試験における圧縮率

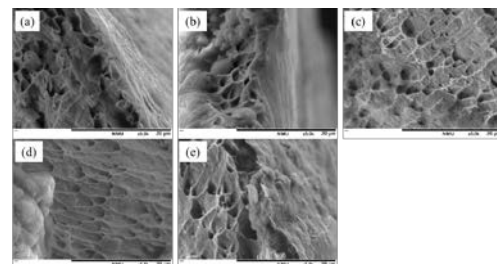


図 7. 円筒工具試験後の破断面 (a) As, (b) 1, (c) 2, (d) 4, (e) 8 passes

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計1件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 山本勇気、湯浅元仁、宮本博之
2. 発表標題 強ひずみ加工法による超微細結晶金属の圧縮変形における加工性
3. 学会等名 日本機械学会関西支部講演大会
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	湯浅 元仁 (Yuasa Motohiro) (70635309)	同志社大学・理工学部・准教授 (34310)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計1件

国際研究集会 First International Workshop on Plasticity, Damage and Fracture of Engineering Materials	開催年 2020年～2020年
--	--------------------

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------