

機関番号：13904

研究種目：基盤研究（A）

研究期間：2008～2010

課題番号：20246103

研究課題名（和文） 巨大歪勾配を伴う形状不変加工による金属材料の高強度・高延性化とその機構の解明

研究課題名（英文） Strengthening and toughening of metallic materials by size invariant deformation with an ultra large strain gradient and the clarification of its mechanism

研究代表者

梅本 実 (UMEMOTO MINORU)

豊橋技術科学大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号：90111921

研究成果の概要（和文）：

本研究は、金属材料に巨大歪勾配を伴う形状不変加工法を使って巨大ひずみを与えることにより、高強度化と高延性化バランスに優れた材料を創り出す方法を明らかにすることを目的として行った。純 Ti や純 Zr ではそのような加工が高強度高圧相を室温常圧で安定に残留させることを見出し、 α 相との複合化で高強度高延性化の方法を示した。また、オーステナイト系ステンレス鋼では結晶粒微細化強化、時効によるナノ析出強化と変態超塑性により高強度高延性化が実現できることを示した。

研究成果の概要（英文）：

The present research aimed to make clear the method to produce metallic materials with high strength and good ductility by applying shape invariant deformation with a large strain gradient. In pure Ti and pure Zr, it was made clear that such deformation enhance to retain high strength high pressure phase at ambient condition. It was proposed that the two phase structure with high strength high pressure ω phase and ductile α phase can be a good candidate for the high strength-high ductile materials. In austenitic stainless steels, it was shown that high strength-high ductility can be achieved by grain refinement strengthening and nano-size precipitation strengthening and transformation plasticity.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	16,300,000	4,890,000	21,190,000
2009年度	13,400,000	4,020,000	17,420,000
2010年度	4,500,000	1,350,000	5,850,000
年度			
年度			
総計	34,200,000	10,260,000	44,460,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・構造・機能材料

キーワード：金属・巨大ひずみ・強度・延性・歪勾配・高圧相・ナノ結晶・変態

1. 研究開始当初の背景

1990年代に考案された形状不変加工法を使った強加工の研究が近年国内外で非常に活発に行われている。過去5年間で研究論文数は3倍以上に増加し、構造材料関係では最

も多い。各種加工法の相当歪を比較すると、ECAPやARBでは、相当歪10程度が限界であるが、HPT加工では相当歪10000(300回転)以上の最も大きな歪みを加えることができる。さらにECAPやARBでは強度や組織

の微細化が相当歪 4 程度で定常状態に達してしまう。この原因は ARB や ECAP が歪勾配の無い均一加工であるため、「統計的に蓄積される転位(SS 転位)」が主に導入され、歪量の増加とともに異符号の転位の合体による動的回復が起りやすくなるためである。より高強度で微細な組織を得るには同じ符号の転位、つまり「幾何学的に必要な転位(GN 転位)」を大量に導入する必要がある。GN 転位の密度は歪勾配に比例する(図 4)。そこで本研究では、大きな歪勾配を定量的に与えることが可能な HPT(High Pressure Torsion)加工を使って、歪量と歪勾配を独立に変化させた試料を用意し、材料の高強度化や組織の微細化に対する歪勾配の影響を定量的に解明する。

2. 研究の目的

下記の項目に関する高強度化と高延性化の機構を明らかにし、高強度・高延性のバランスに優れた材料創成の条件を提案する。高強度化については 1) 歪勾配硬化、2) 動的変態強化、3) 焼鈍強化、高延性化については、1) 等軸粒化、2) 粒径分布のバイモーダル化、3) 複相化による均一伸びの増加、4) ポスト均一変形伸びの増加、の研究を行う。

3. 研究の方法

純金属の Fe, Al, Ti, Cu および 304 ステンレス鋼に対して種々の条件で HPT による加工を行い、引張試験により強度を測定する。高強度化については 1) 歪勾配強化、2) 動的変態強化、3) 加工途中焼鈍強化の 3 つの観点から研究する。また高延性化については、1) 等軸粒化、2) 粒径分布のバイモーダル化、3) 複相化による均一伸びの増加、4) ポスト均一変形伸びの増加、の研究を行う。加工材のマイクロ組織を FESEM/EBSP、透過電子顕微鏡(TEM)、高分解能電子顕微鏡(HRTEM)などで観察し、高強度化、高延性化のメカニズムを組織との対応で解析する。

歪勾配を伴う巨大ひずみ加工には HPT 加工装置(図 8)を使用する。現有の装置(最大荷重 200t)は回転速度(0.025~5rpm)や試料温度(-15~400°C)、雰囲気ガス(Ar, N₂)など、加工条件の精密な制御が可能である。HPT 試料は直径 10~30mm、厚さ 0.6~2mm の円板であり、それから微小試験片(図 8)を切り出す。また、伸びの測定は現有の高分解能 CCD カメラ(図 8)にて行い、これを 2 台用いることで真応力-真歪曲線を作成する。各歪量の HPT 加工材、および、その引張試験前後の組織変化を、現有の FESEM/EBSP、および学内共通施設である TEM、高分解能 TEM、XRD により観察する。

4. 研究成果

1) 歪勾配強化

純 Fe で高圧ねじり試験(HPT)装置を使って、歪量(回転数、半径方向の中心からの距離)と歪勾配(回転数)を種々変化させた試料を作製、各試料の引張強度を測定した。試料の厚さを半径に変化させた試料を用いて、同じ剪断歪量における引張強度に対する歪勾配の影響を明らかにした。以上の実験から、歪勾配に基づく強化を歪量と歪勾配の大きさの関数として定量的に評価した。

2) 加工途中焼鈍強化

HPT 加工の途中で焼鈍を行うことにより、強度が向上するメカニズムを究明した。純鉄で加工途中での焼鈍でその後の加工硬化が促進される事を見いだした。この原因として粒界構造、粒内転位構造、残留応力などの変化が考えられる。

3) ステンレス鋼の動的変態を利用した高強度高延性化(梅本)

SUS304 ステンレス鋼に HPT 加工を行って生成させた加工誘起マルテンサイトについて研究を行った。加工誘起マルテンサイトは焼鈍による高強度化すること、その原因は Ni₃Si のナノ析出であることがわかった。この加工後の時効硬化と変態超塑性を組み合わせることで、高強度高延性のステンレス鋼が開発できる指針が得られた。

SUS304 よりオーステナイトが安定で、通常は加工によってマルテンサイトが生成しない SUS316L について HPT 加工の研究を行った。その結果、HPT 加工によりマルテンサイト相が生成すること、加工により生成するマルテンサイト相の割合は歪速度が遅いほど、歪量が多いほど多いこと、マルテンサイト相の最大割合は 70%まで到達することが判明した。さらに高強度化の方法として、高歪速度で γ 相状態で HPT 加工後 500°C 付近で焼鈍することで強度が 30%以上増加することが判明した。

4) 高圧相の HPT 加工を使った安定化による高強度高延性材料の開発

純 Ti、純 Zr、を使って、高圧下で巨大歪加工を行い、高圧相を生成させ、常圧下での安定性を調べた。その結果、純 Ti、純 Zr、では高強度の高圧相である ω 相が室温・常圧下でも、残留し、材料の高強度化に利用できることが判明した。残留する ω 相の割合は HPT 時の圧力が大きいほど、HPT によって加える歪みが大きいほど大きいことが判明した。また Ti に対して α 相安定化元素である酸素と鉄を添加すると、 ω 相の割合が減少する事がわかった。また純 Ti の ω 相は加熱により 150°C 付近で α 相に逆変態することが判明した。一方純鉄では高圧相の ϵ 相は常温・常圧下では残留しないことが判明した。そこで ϵ 相を安定化する Mn を種々の量添加した Fe-Mn-C 合金で高圧下で巨大歪加工を行い、

常温・常圧下で高圧相を残留させることに成功した。

5) 粉末の固化成形と高強度・高電気伝導性の両立

高強度・高電気伝導性の銅複合材の開発を目的に、粉末原料をHPT加工し、強度と電気伝導性を調査した。純成分のCu, Nb, C粉末の混合物にHPT加工を加えることで、室温で固化成形が可能であった。HPT加工中にNbCの炭化物が一部生成したが、NbC炭化物はHPT加工後の焼鈍で増加した。NbCの体積割合が1と2%の時に、引張強度600MPa以上、電気伝導度が純銅の50%以上を達成した。この研究から、HPT加工により、粉末の固化成形が可能であり、特に銅複合材料では高強度・高電気伝導性の両立した高機能材料の作製が可能であることが判明した。

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46件)

- 1) B.D. Long, M.Umemoto, Y.Todaka, R. Othman, H. Zuhailawati, Fabrication of high strength Cu-NbC composite conductor by high pressure torsion, *Materials Science and Engineering A*, 有, 528, 2011, 1750-1756
- 2) W.Dmowska, Y.Yokoyama, Chuanga, Y.Renc, M.Umemoto, K.Tsuchiya, A.Inoue and T. Egami, Structural rejuvenation in a bulk metallic glass induced by severe plastic deformation, *Acta Materialia*, 有, Volume 58, Issue 2, 2010, 429-438
- 3) Minoru Umemoto, Bui Duc Long, Yoshikazu Todaka and Koichi Tsuchiya, Work-Softening High Pressure Phase Formation and Powder Consolidation by HPT, *Materials Science Forum*, 有, Vols. 654-656, 2010, 1205-1210
- 4) Innocent Shuro, Minoru Umemoto, Yoshikazu Todaka and Seiji Yokoyama, Phase Transformation and Annealing Behavior of SUS 304 Austenitic Stainless Steel Deformed by High Pressure Torsion, *Materials Science Forum*, 有, Vols. 654-656, 2010, 334-337
- 5) Y.Todaka, H Azuma, Y Ohnishi, H Suzuki and M.Umemoto, Influence of strain amount on stabilization of ω -phase in pure Ti by severe plastic deformation under high-pressure torsion, 15th International Conference on the Strength of Materials (ICSMA-15), *Journal of Physics*, 有, Conference Series 240, 2010, 012113
- 6) Y.F. Suna, H. Fujii, N. Tsuji, Y.Todaka, M.Umemoto, Fabrication of ZrAlNiCu bulk metallic glass composites containing pure copper particles by high-pressure torsion, *Journal of Alloys and Compounds*, 有, 492, 2010, 149-152
- 7) B.D. Long, R. Othman, M.Umemoto, H. Zuhailawati, Spark plasma sintering of mechanically alloyed in situ copper-niobium carbide composite, *Journal of Alloys and Compounds*, 有, 505, 2010, 510-515
- 8) Innocent Shuro, Minoru Umemoto, Yoshikazu Todaka, Ho-Hung Kuo, Hongcai Wang, Anomalous Property Evolution during Annealing in HPTed SUS304 Austenitic Stainless Steel, *Materials Science Forum*, 有, Vols. 667-669, 2010, 589-592
- 9) Y.Todaka, K.Morisako, M.Kumagai, Y.Matsumoto, M.Umemoto, Hydrogen embrittlement of submicrocrystalline ultra-low carbon steel produced by high-pressure torsion straining, *Advanced Materials Research*, 有, Vols.89-91, 2010, 763-768
- 10) Ciuca, K.Tsuchiya, Y.Yokoyama, Y.Todaka, M.Umemoto, Heterogeneous process of disordering and structural refinement in Ni3Al during severe plastic deformation by high-pressure torsion, *Materials Transactions*, 有, Vol.51, 2010, 14-22
- 11) 戸高義一, 川畑雄士, Jinguo Li, 田中修二, 小栗和幸, 鈴木正, 梅本実, 土谷浩二, マルテンサイト鋼の高速ドリル加工によるドリル穴表層における超微細結晶粒組織形成とその力学特性, 鉄と鋼, 有, Vol.96, 2010, 21-28
- 12) Y.F.Sun, T.Nakamura, Y.Todaka, M.Umemoto, N.Tsuji, Fabrication of CuZr(Al) bulk metallic glasses by high

- pressure torsion, Intermetallics, 有, Vol.17, 2009, 256-261
- 13) Y.Todaka, H.Nagai, Y.Takubo, M.Yoshii, M.Kumagai, M.Umemoto, Tensile and fatigue properties of sub-microcrystalline ultra-low carbon steel produced by HPT-straining, International Journal of Materials Research, 有, Vol.100, 2009, 775-779
 - 14) D.Orlov, Y.Todaka, M.Umemoto, N.Tsuji, Role of strain reversal in grain refinement by severe plastic deformation, Materials Science Eng. A, 有, Vol.499, 2009, 427-433
 - 15) D.Orlov, Y.Todaka, M.Umemoto, Y.Beygelzimer, Z.Horita, N.Tsuji, Plastic flow and grain refinement under simple shear-based severe plastic deformation processing, Materials Science Forum, 有, Vols. 604-605, 2009, 171-178
 - 16) O.Ciucu, K.Tsuchiya, Y.Yokoyama, Y.Todaka, M.Umemoto, Effect of nanocrystallization and twinning on hardness in Ni₃Al deformed by high-pressure torsion, Materials Transactions, 有, Vol.50, 2009, 1123-1127
 - 17) K.Tsuchiya, Y.Hada, T.Koyano, K.Nakajima, M.Ohnuma, T.Koike, Y.Todaka, M.Umemoto, Production of TiNi amorphous/nanocrystalline wires with high strength and elastic modulus by severe cold drawing, Scripta Materialia, 有, Vol.60, 2009, 749-752
 - 18) D.Orlov, P.P.Bhattacharjee, Y.Todaka, M.Umemoto, N.Tsuji, Texture evolution in pure aluminum subjected to monotonic and reversal straining in high pressure torsion, Scripta Mater., 有, Vol.60, 2009, 893-896
 - 19) S.Farjami, K.Tsuchiya, Y.Todaka, and M.Umemoto, Nanocrystallization of β -titanium Alloys by High-pressure Torsion, Processing and Fabrication Advanced Materials- XVIII, eds: M.Niinomi, M.Morinaga, M.Nakai, N.Bhatnagar, T.S.Srivatsan, 有, Vol.3, 2009, 1053-1060
 - 20) K.Tsuchiya, S.Yamamoto, Y.Yokoyama, H.Kato, Y.Todaka and M.Umemoto, Severe plastic deformation of Zr-Cu-Al metallic glass in As-cast and crystallized conditions, Processing and Fabrication Advanced Materials- XVIII, eds: M.Niinomi, M.Morinaga, M.Nakai, N.Bhatnagar, T.S.Srivatsan, 有, Vol.4, 2009, 1865-1874
 - 21) K.Morisako, Y.Todaka, M.Kumagai, Y.Matsumoto, and M.Umemoto, Influence of hydrogen on mechanical properties of submicrocrystalline ultra-low carbon steel produced by high-pressure torsion straining, Processing and Fabrication Advanced Materials- XVIII, eds: M.Niinomi, M.Morinaga, M.Nakai, N.Bhatnagar, T.S.Srivatsan, 有, Vol.4, 2009, 1875-1884
 - 22) Y.Todaka, H.Azuma, Y.Ohnishi, and M.Umemoto, High-functionalization of mechanical property in Ti and Zr by pressure-induced phase transformation under high-pressure torsion straining, Processing and Fabrication Advanced Materials- XVIII, eds: M.Niinomi, M.Morinaga, M.Nakai, N.Bhatnagar, T.S.Srivatsan, 有, Vol.4, 2009, 1895-1904
 - 23) O.Ciucu, K.Tsuchiya, Y.Yokoyama, Y.Todaka, and M.Umemoto, Structural refinement of Ni₃Al intermetallic compound by high-pressure torsion, Processing and Fabrication Advanced Materials- XVIII, eds: M.Niinomi, M.Morinaga, M.Nakai, N.Bhatnagar, T.S.Srivatsan, 有, Vol.4, 2009, 1915-1924
 - 24) K.Koujina, Y.Todaka, T.Yakushiji, H.Nagai, Y.Iguchi and M.Umemoto, Formation of ultrafine-grained structure at worn surface in carbon steel by wearing process, Processing and Fabrication Advanced Materials- XVIII, eds: M.Niinomi, M.Morinaga, M.Nakai, N.Bhatnagar, T.S.Srivatsan, 有, Vol.4, 2009, 1925-1932
 - 25) 戸高義一, 梅本実, 大野哲史, 鈴木真由美, 川畑雄士, 土谷浩一, 超強加工による炭素鋼中のセメンタイトの変形と分解, ふえらむ, 有, Vol.14, No.1, 2009, 28

- 26) 戸高義一, 梅本実, 李金国, 川畑雄士, 土谷浩一, 切削加工により鉄鋼材料表面に形成されたナノ結晶粒組織, ふえらむ, 有, Vol.14, No.1, 2009, 26
- 27) 戸高義一, 梅本実, 渡辺幸則, 山崎歩見, 土谷浩一, ショットピーニングにより鉄鋼材料表面に形成したナノ結晶粒組織, ふえらむ, 有, Vol.14, No.1, 2009, 24
- 28) 戸高義一, 梅本実, 好井美樹, 熊谷匡明, 土谷浩一, HPT加工により作成したサブミクロン結晶粒 IF 鋼の微細組織, ふえらむ, 有, Vol.14, No.1, 2009, 14
- 29) Dmitry Orlova, Yoshikazu Todaka, Minoru Umemoto and Nobuhiro Tsuji, Role of strain reversal in grain refinement by severe plastic deformation, *Materials Science and Eng.: A*, 有, 499, 2009, 427-433
- 30) Y.F. Sun, T. Nakamura, Y. Todaka, M.Umemoto and N. Tsuji, Fabrication of CuZr(Al) bulk metallic glasses by high pressure torsion, *Intermetallics*, 有, 17, 2009, 256-261
- 31) Koichi Tsuchiya, Yasufumi Hada, Tamotsu Koyano, Kiyomi Nakajima, Masahito Ohnuma, Tadahiro Koike, Yoshikazu Todaka and Minoru Umemoto, Production of TiNi amorphous/nanocrystalline wires with high strength and elastic modulus by severe cold drawing, *Scripta Mater.*, 有, 60, 2009, 749-752
- 32) Dmitry Orlov, Pinaki Prasad Bhattacharjee, Yoshikazu Todaka, Minoru Umemoto and Nobuhiro Tsuji, Texture evolution in pure aluminum subjected to monotonous and reversal straining in high-pressure torsion, *Scripta Materialia*, 有, 60, 2009, 893-896
- 33) 戸高義一, 梅本実, 好井美樹, 熊谷匡明, 土谷浩一, HPT加工により作製したサブミクロン結晶粒 IF 鋼の微細組織, ふえらむ, 有, 14(1), 2009, 14
- 34) 戸高義一, 梅本実, 渡辺幸則, 山崎歩見, 土谷浩一, ショットピーニングにより鉄鋼材料表面に形成したナノ結晶粒組織, ふえらむ, 有, 14(1), 2009, 24
- 35) 戸高義一, 梅本実, 李金国, 川畑雄士, 土谷浩一, 切削加工により鉄鋼材料表面に形成したナノ結晶粒組織, ふえらむ, 有, 14(1), 2009, 26
- 36) 戸高義一, 梅本実, 大野哲史, 鈴木真由美, 川畑雄士, 土谷浩一, 超強加工による炭素鋼中のセメントタイトの変形と分解, ふえらむ, 有, 14(1), 2009, 28
- 37) Y. Todaka, M.Umemoto, A.Yamazaki, J.Sasaki and K.Tsuchiya, Effect of strain path in high-pressure torsion process on hardening in commercial purity titanium, *Mater. Transactions*, 有, 49(1), 2008, 47-53
- 38) Y. Todaka, M.Umemoto, A.Yamazaki, J.Sasaki and K.Tsuchiya, Influence of high-pressure torsion straining conditions on microstructure evolution in commercial purity aluminum, *Mater. Transactions*, 有, 49, (1), 2008, 47-14
- 39) Yoshikazu Todaka, Jun Sasaki, Takayuki Moto and Minoru Umemoto, Bulk submicrocrystalline x-Ti produced by high-pressure torsion straining *Scripta Materialia* 有 59, 2008, 615-618
- 40) M.Umemoto, Y. Todaka, J. Sasaki and I. Shuro, Strain Gradient Hardening and Pressure induced Phase Transformation of Metals by HPT, *Materials Science Forum*, 有, 584-586, 2008, 493-500
- 41) Yoshikazu Todaka, Yoshii Miki, Minoru Umemoto, Chaohui Wang and Koichi Tsuchiya, Tensile Property of Submicrocrystalline Pure Fe Produced by HPT-straining, *Materials Science Forum*, 有, 584-586, 2008, 597-6028
- 42) Dmitry Orlov, Pinaki Prasad Bhattacharjee, Yoshikazu Todaka, Minoru Umemoto and Nobuhiro Tsuji, Reversal straining to manage structure in pure aluminum under SPD, *Materials Science Forum*, 有, 584-586, 2008, 133-138
- 43) H. Zuhailawati, R. Othman, D. L. Bui, and M.Umemoto, Synthesis and Characterization of In-situ Copper-Niobium Carbide Composite, *AIP Conf. Proc.*,

有, 989, 2008, 241-244

- 44) K.Tsuchiya, T.Waitz, T.Hara, H.P.Karntaler, Y.Todaka, M.Umemoto, Crystalline-to-amorphous transformation in intermetallic compounds by severe plastic deformation, Proceedings, EMC2008 Materials Science, 有, 2, 2008, 385-386
- 45) 梅本 実, 戸高 義一、Li Jinguo、鉄鋼材料の表層超強加工による組織と特性変化、鉄と鋼(Tetsu-to-Hagane)、有、94, (12)、2008、616-628
- 46) J.G.Li, M.Umemoto, Y.Todaka, K.Fujisaku and K.Tsuchiya, THE DYNAMIC PHASE TRANSFORMATION AND FORMATION OF NANOCRYSTALLINE STRUCTURE IN SUS304 AUSTENITIC STAINLESS STEEL SUBJECTED TO HIGH PRESSURE TORSION, Rev.Adv. Mater. Sci., 有, 18, 2008, 577-582

[学会発表] (計 94 件)

- 1) Minoru Umemoto, Yoshikazu Todaka, Koichi Tsuchiya, Bui Duc Long, Work-Softening, High Pressure Phase Formation and Powder Consolidation by HPT, The 7th Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing, 2010/8/2, オーストラリア・ケアンズ(H22 年度 他 22 件)
- 2) Y.Todaka, H.Nagai, Y.Takubo, M.Yoshii, M.Kumagai and M.Umemoto, Mechanical Properties Of Submicrocrystalline If Steel Produced By HPT-Straining (Invited), International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials (THERMEC ' 2009), 2009/8/25-29, Germany, Dresden (H21 年度 他 37 件)
- 3) Minoru Umemoto, Strain Gradient Hardening and Pressure induced Phase Transformation of Metals by HPT, Materials Science & Technology 2008 Conference and Exhibition (MS&T ' 08), 2008/10/8, Pittsburgh, USA (H20 年度 他 32 件)

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

ホームページ等

<http://martens.me.tut.ac.jp/research/index.html>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

梅本 実 (UMEMOTO MINORU)

豊橋技術科学大学・大学院工学研究科・
機械工学専攻・教授

研究者番号：90111921

(2) 研究分担者

戸高 義一 (TODAKA YOSHIKAZU)

豊橋技術科学大学・大学院工学研究科・
機械工学専攻・准教授

研究者番号：50345956

(3) 連携研究者

土谷 浩一 (THUCHIYA KOICHI)

独立行政法人物質・材料研究機構・

ハイブリッド材料センター・研究員

研究者番号：50236907