

令和 6 年 4 月 19 日現在

機関番号：52601

研究種目：若手研究

研究期間：2021～2023

課題番号：21K14051

研究課題名（和文）バルクナノメタルの巨視的強度特性に関する再検討

研究課題名（英文）Reexamination of macroscopic strength properties of bulk nanometals

研究代表者

小泉 隆行 (Koizumi, Takayuki)

東京工業高等専門学校・機械工学科・准教授

研究者番号：50814092

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,200,000 円

研究成果の概要（和文）：これまで、巨大ひずみ加工金属材料は構造材料への適用を視野に多くの研究がなされてきており、材料強度の評価は時間非依存強度を想定していたものが大半であったと考えられる。しかしながら、工業用純金属や一部の合金において、巨大ひずみ加工は金属材料に対して著しいひずみ速度依存性を付与し、時間依存強度の増加をもたらすこと、その後の低温での焼なましでひずみ速度依存性の低減に大きく寄与することを明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

次世代の構造用材料とされるバルクナノメタルは巨視的強度特性の評価に関して以下の問題があった。材料強度を構成する時間依存強度の影響を考慮しておらず、強化機構の正確な解明がされていない。構造用材料に必要な強度を評価する際には、材料試験で得られた強度から時間依存強度と時間非依存強度が分離されていない。次世代の構造用材料と考えられてきたにも関わらず、実際の構造物の設計時に必要となる時間非依存強度の定量的な評価が行われていない。本研究ではこれらの問題の解決に取り組むことで、極限的な設計を行うために必要な構造材料強度評価における新たな力学的特性値の提案と、その具体的な評価方法を確立するに至った。

研究成果の概要（英文）：Until now, many studies have been conducted on giant strain-worked metallic materials with a view to their application to structural materials, and most of the material strength evaluations have been based on the assumption of time-independent strength. However, it is now clear that giant strain processing imparts significant strain-rate dependence to metallic materials and increases time-dependent strength in industrial pure metals and some alloys, and that subsequent annealing at low temperatures significantly contributes to the reduction of strain-rate dependence.

研究分野：機械材料・材料力学

キーワード：バルクナノメタル アルミニウム合金 ひずみ速度依存性 応力緩和 永久強度 非熱的応力 熱的応力

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 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

巨視的な材料強度は、一般的なひずみ速度( $\sim 10^{-4} \sim 10^{-2}$  /s)の材料試験で測定される流動応力により評価されるのが一般的である。巨大ひずみ加工を用いて作製されるバルクナノメタルは著しく大きい見かけの流動応力を誇ることから、次世代の高強度構造材料として考えられてきた。材料試験から得られる見かけの流動応力は時間依存(熱的)強度と時間非依存(非熱的)強度に分離できることが知られている。すなわち、前者を即時強度、後者を永久強度と呼ぶことができる。ところが、バルクナノメタルにおける強度評価の中心は見かけの流動応力が中心となっており、即時強度と永久強度を分離して評価することが行われてこなかった。

### 2. 研究の目的

構造材料に必要な第一義的強度は恒久的な応力保持能力であると考えられる。このことから、永久強度を評価することが重要である。本研究では、見かけの流動応力から即時強度と永久強度を分離する方法を開発・確立し、バルクメタルにおいて、見かけの流動応力に含まれる永久強度の割合について評価する。その後、強化機構解析を通じて、結晶粒の微細化が永久強度に与える影響を考察する。

### 3. 研究の方法

#### (1) 試料準備

バルクナノメタルの作製には、鉄系材料を対象に、巨大ひずみ加工法の一つである ECAP(equal-channel angular pressing)加工を用い、2つのサンプルグループ(A, B)を準備した。グループAはECAP加工を繰り返すことで結晶粒を段階的に微細化した試料群、グループBは限界まで結晶粒が微細化された試料を焼なましによって、段階的に結晶粒を粗大化した試料群である。以下、前者を Refining approach、後者を Coarsening approach と表記する。

#### (2) 強度分離モデルの検討

単軸引張試験などから得られる流動応力  $\sigma$  は、転位運動における大きな障害物との長距離相互作用に対応する非熱的応力成分  $\sigma_i$  と、局所的な障害物との短い相互作用に対応する熱的応力成分  $\sigma^*$  の和として定式化される。

$$\sigma = \sigma_i + \sigma^* \quad (1)$$

一般に、 $\sigma_i$  は温度やひずみ速度に依存しないが、 $\sigma^*$  は原子の熱振動エネルギーの寄与を反映して、これらに強く依存する。非熱的応力成分  $\sigma_i$  が永久的な応力保持能力を示す材料強度である一方、熱的応力成分  $\sigma^*$  は一時的なものであり、一定のひずみ状態でしばらくすると緩和して消失する材料強度である。先にも述べた通り、前者の  $\sigma_i$  を「永久強度」、後者の  $\sigma^*$  を「即時強度」と呼ぶことができる。

純金属では、永久強度  $\sigma_i$  は粒径関連強化  $\sigma_{gs}$  と転位関連強化  $\sigma_p$  に分解できると仮定する。

$$\sigma = \sigma_{gs} + \sigma_p \quad (2)$$

$\sigma_p$  には次の古典的テイラー則を用いる。

$$\sigma_p = M\alpha b\sqrt{\rho} \quad (3)$$

ここに、 $M$ はランダム方位分布を仮定したテイラー係数、 $\alpha$ は実験事実により求まる係数、 $\mu$ はせん断弾性係数、 $b$ はバーガースベクトルの大きさ、 $\rho$ は転位密度である。また、即時強度  $\sigma^*$  は次の簡易的なべき乗則を用いる。

$$\sigma^* = K\dot{\epsilon}^m \quad (4)$$

ここに、 $K$ は実験に基づき定まる係数、 $m$ はひずみ速度依存性指数である。

#### (3) 永久強度 $\sigma_i$ の決定方法

永久強度  $\sigma_i$  は、応力緩和試験と応力緩和モデルを用いたカーブフィッティングにより、無限時間の残留応力を外挿することで求めた。転位密度の測定には XRD 回折に基づく Williamson-Hall 法、結晶粒径の測定には SEM/EBSD(electron backscattered diffraction pattern)法を用いた。また、ひずみ速度依存性指数  $m$  は2種類のひずみ速度による引張試験を行い、見かけの流動応力から永久強度  $\sigma_i$  を差し引き、各ひずみ速度ごとの  $\sigma^*$  を算出したうえで求めた。

#### 4. 研究成果

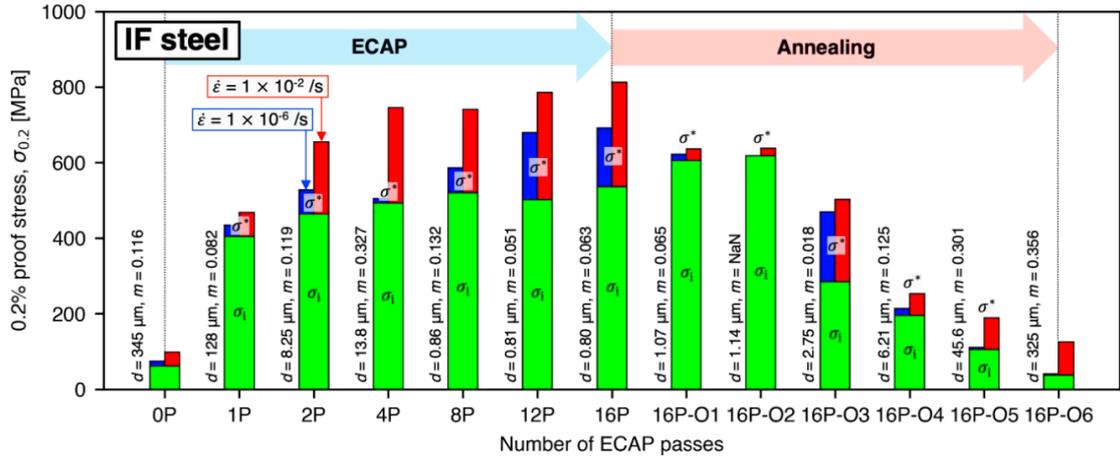


図1 見かけの0.2%耐力における永久強度 $\sigma_i$ と即時強度 $\sigma^*$ の分解. 青の矢印の範囲はRefining approach, 赤の矢印の範囲はCoarsening approachを示す.

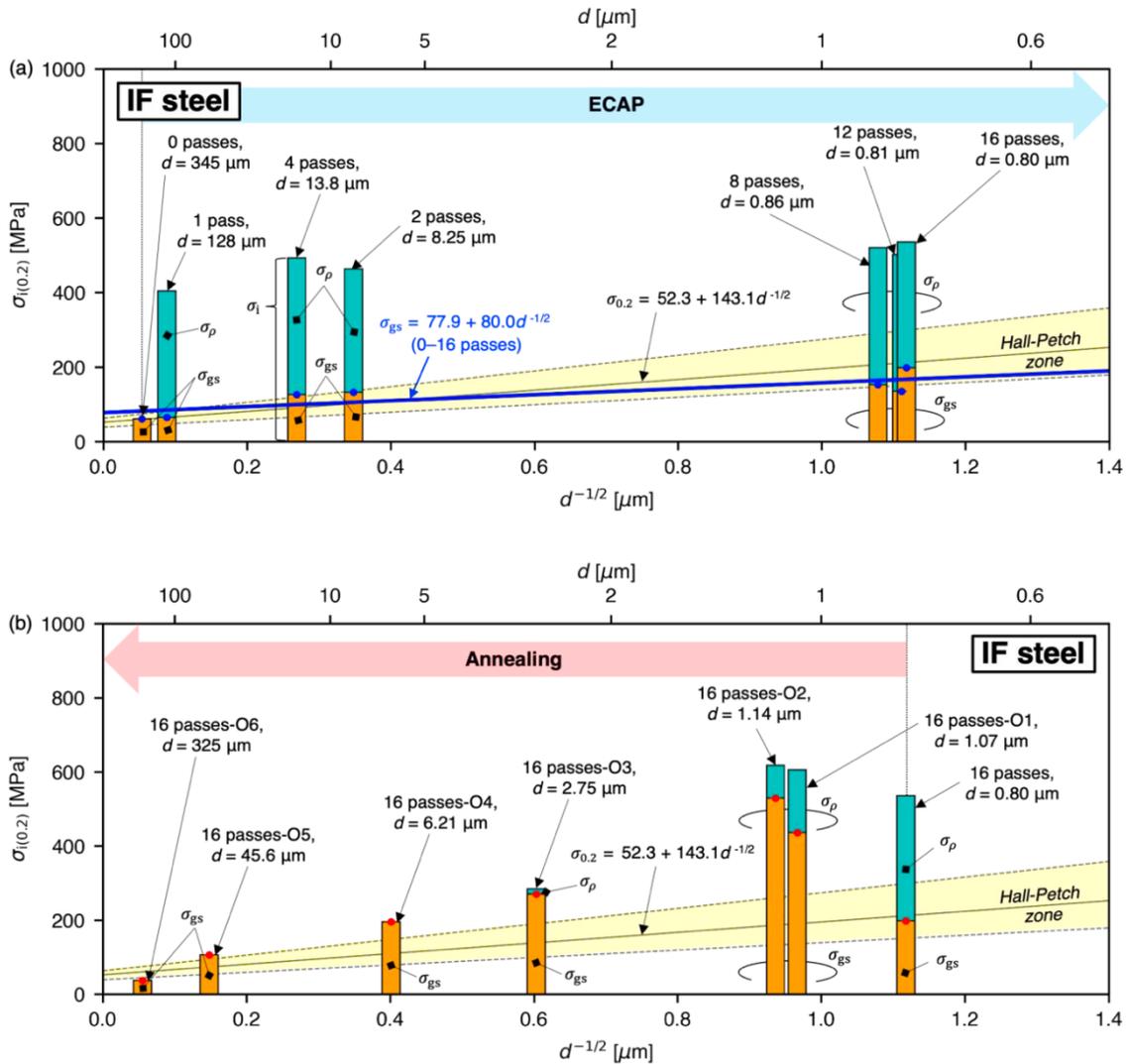


図2 永久強度の0.2%耐力における粒径関連強化 $\sigma_{gs}$ と転位関連強化 $\sigma_p$ の分解. (a)はRefining approach, (b)はCoarsening approachを示す.

### (1) 見かけの 0.2%耐力における永久強度 $\sigma_i$ と即時強度 $\sigma^*$ の分解

見かけの 0.2%耐力における永久強度 $\sigma_i$ と即時強度 $\sigma^*$ の分解結果を図 1 に示す。永久強度 $\sigma_i$ は ECAP 加工数とともに増加することから、巨大ひずみ加工を繰り返すことで永久強度が向上する。また、2 パスから徐々に、一般的なひずみ速度 ( $10^{-2}$  /s) の流動応力 $\sigma$ と永久強度 $\sigma_i$ の差異が大きくなっていく。鉄系材料の場合、巨大ひずみ加工の繰り返しによって、永久強度依存敏感性の両方が増加していく。この傾向はアルミニウムや銅とは異なる結果である。続いて、16 パス材を低温で焼なまし (16P-01, 16P-02) することで、ひずみ速度依存性が著しく抑制され、一般的なひずみ速度の 0.2%耐力に対して永久強度 $\sigma_i$ の占める割合が約 95%まで増加する。鉄系材料においては、巨大ひずみ加工の繰り返しとその後の低温焼なましが永久強度の増加に大きく寄与する。

### (2) 永久強度の 0.2%耐力における粒径関連強化 $\sigma_{gs}$ と転位関連強化 $\sigma_p$ の分解。

永久強度の 0.2%耐力における粒径関連強化 $\sigma_{gs}$ と転位関連強化 $\sigma_p$ の分解に関するホールペッチプロットの結果を図 2 に示す。図 2(a)の Refining approach では、巨大ひずみ加工の繰り返しによる粒径関連強化 $\sigma_{gs}$ は小さく、転位関連強化 $\sigma_p$ が支配性を持つことがわかる。すなわち、Refining approach では結晶粒微細化そのものによる強化は比較的小さいと言える。

対照的に、図 2(b)の Coarsening approach では、粒径関連強化 $\sigma_{gs}$ が支配性を持ち、さらには結晶粒径が  $1\mu\text{m}$  の付近では、従来のホールペッチの関係から大きく逸脱するほどの粒径関連強化が確認される。粒径が同等であっても永久強度に寄与する強化機構は、加工履歴や熱処理の履歴によって大きく異なることが想定される。一方で、アルミニウムや銅の巨大ひずみ加工材と比較すると、鉄系材料は巨大ひずみ加工の繰り返しや熱処理によって永久強度が大きく減少することがなく、構造材料としての優位性が高いと言える。

### (3) 本研究における主な結論

- ① 鉄系材料においては、巨大ひずみ加工を繰り返すことで永久強度が向上すると同時に、一般的なひずみ速度 ( $10^{-2}$  /s) の流動応力 $\sigma$ と永久強度 $\sigma_i$ の差異が大きくなり、ひずみ速度依存性も大きくなる。また、低温での焼なましは永久強度をさらに向上させ、ひずみ速度依存性の影響を抑制する。
- ② 永久強度に対するホールペッチプロットを実施したところ、加工によって結晶粒を微細化していく Refining approach では、粒径関連強化の寄与は小さく、転位関連強化が支配性を持つ。一方、焼なましによって粒径を粗大化していく Coarsening approach では、粒径関連強化が支配性をもち、転位関連強化の寄与がほとんどなくなる。
- ③ アルミニウムや銅と比較すると、Refining approach や Coarsening approach の違いに限らず、永久強度は大きく確保されることから、鉄系材料の構造材料としての優位性が示唆される。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 0件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Koizumi Takayuki, Takahashi Tomoki, Kuroda Mitsutoshi	4. 巻 63
2. 論文標題 Permanent Strength of Interstitial-free Steel Processed by Severe Plastic Deformation and Subsequent Annealing	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 179 ~ 189
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2022-328	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 小泉 隆行、栗田 桃花	4. 巻 61
2. 論文標題 冷間圧延りん青銅板における非熱的応力成分の評価	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 銅と銅合金	6. 最初と最後の頁 130 ~ 134
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.34562/jic.61.1_130	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計7件（うち招待講演 0件/うち国際学会 0件）

1. 発表者名 小泉隆行, 栗田桃花
2. 発表標題 板厚の違いによる冷間圧延りん青銅板の非熱的応力成分の評価
3. 学会等名 日本銅学会第62回講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 応力緩和モデルにおける問題点
2. 発表標題 小泉隆行
3. 学会等名 日本銅学会第62回講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 巨大ひずみ加工が施された工業用純アルミニウムの永久強度評価
2. 発表標題 小泉隆行, 黒田充紀
3. 学会等名 軽金属学会第143回秋期大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 小泉隆行, 栗田桃花
2. 発表標題 ばね用板材の非熱的応力成分に関する面内異方性の評価
3. 学会等名 2022年度秋季ばね及び復元力応用講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 小泉隆行
2. 発表標題 ばね用ステンレス鋼帯において低温焼なまし非熱的応力成分に与える影響
3. 学会等名 2022年度秋季ばね及び復元力応用講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 小泉隆行
2. 発表標題 材料強度評価手法の新提案 -JIS・ISO規格化を視野に-
3. 学会等名 高専EXP02022
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 小泉隆行
2. 発表標題 冷間強圧延りん青銅板の非熱的応力の検討
3. 学会等名 第61回日本銅学会講演大会
4. 発表年 2021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

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0件

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