

機関番号：14301

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2013～2013

課題番号：25600039

研究課題名(和文) 巨大ひずみ加工を必要としないナノ結晶金属の創製

研究課題名(英文) Fabrication of Nanocrystalline Metallic Materials without Severe Plastic Deformation

研究代表者

辻 伸泰 (TSUJI, Nobuhiro)

京都大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：30263213

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円、(間接経費) 930,000円

研究成果の概要(和文)：巨大ひずみ加工を行わずに、平均結晶粒径 $1\ \mu\text{m}$ 以下の完全再結晶ナノ結晶粒組織を有する金属材料を創製することを目的として研究を行った。本研究では当初計画した以上の多くの種類の合金 (Fe-31Mn-3Al-3Si, Fe-22Mn-0.6C, Cu-6.8Al (mass%), いくつかの High Entropy Alloys) において、単純な冷間加工と焼鈍プロセスによって、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ 以下の完全再結晶ナノ組織を得ることに成功した。これらの完全再結晶ナノ組織合金が、いずれも室温引張試験において高い強度と大きな延性を示したことは、特筆すべき結果である。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this experimental study was to obtain fully-recrystallized nano structures having mean grain sizes much smaller than $1\ \mu\text{m}$ in various metallic alloys. Fully-recrystallized nano crystals were successfully obtained by simple cold-deformation and annealing processes in Fe-31Mn-3Al-3Si, Fe-22Mn-0.6C, Cu-6.8Al (mass%) and some high entropy alloys. All alloys showing fully-recrystallized nano structures exhibited both high strength and large tensile elongation at room temperature.

研究分野：総合理工

科研費の分科・細目：ナノ・マイクロ科学 ナノ材料工学

キーワード：ナノ結晶 超微細粒金属 再結晶 圧延 巨大ひずみ加工 力学特性 強度 延性

1. 研究開始当初の背景

近年、平均結晶粒径 $1\ \mu\text{m}$ 以下の超微細粒・ナノ組織を有する金属材料に関する研究が極めて盛んに行われている。これは、金属材料に対数相当ひずみ $4\sim 5$ 以上の巨大ひずみ加工を加えることによって超微細粒組織が得られることが 1990 年頃に見いだされたことがブレークスルーとなっている。超微細粒を得るために、ECAE (Equal Channel Angular Extrusion), HPT (High Pressure Torsion), ARB (Accumulative Roll Bonding) などの特殊な巨大ひずみ加工法が開発されてきた。これらの巨大ひずみ加工プロセスは、実験室レベルでナノ組織金属を作製することができるが、いずれも特別な加工設備を必要としたり、対象となる試料が小さく、連続化が困難で生産性が低いなどの理由から、大規模な工業化に対してはむしろネックとなっている。また、後述するように、巨大ひずみ加工により作製されたナノ組織は一種の加工組織であり、そのことが得られたナノ組織金属の力学特性 (特に延性) に悪影響をおよぼしている可能性がある。したがって、加工組織ではない完全再結晶相当の等軸超微細粒組織を、巨大ひずみ加工を必要とせず得ることが強く望まれている。

2. 研究の目的

本研究の目的は、いわゆる巨大ひずみ加工を行わずに、平均結晶粒径 $1\ \mu\text{m}$ 以下の完全再結晶ナノ結晶粒組織を有する金属材料を創製することである。積層欠陥エネルギーの極めて低い合金系や超高合金に対して通常の冷間圧延と種々の条件の焼鈍を行い、どれだけ微細な再結晶組織が得られるのか、その限界を明らかにする。

3. 研究の方法

Fe-高 Mn 系合金 (twinning-induced plasticity (TWIP) 鋼)、Cu-Al 合金、High Entropy Alloy (HEA) の 3 種類の合金に対して、冷間加工と焼鈍により、粒径 $1\ \mu\text{m}$ 以下の完全再結晶超微細粒組織が得られるか否かを明らかにする。各合金に対し、研究室に所有する 250 二段圧延機により、種々の圧延圧下率の冷間圧延を行い、様々な加工度の試料を準備した。また、HEA に対しては、High Pressure Torsion (HPT) 法による冷間巨大ひずみ加工も行った加工材に対して種々の条件での焼鈍熱処理を施し、再結晶挙動をピッカース硬度測定、光学顕微鏡組織観察、SEM/EBSD (electron back scattering diffraction in scanning electron microscope)、TEM (transmission electron microscope) により調査した。

4. 研究成果

Fe-31Mn-3Al-3Si (wt.%) 合金の場合、92% の冷間圧延後、650 で焼鈍を行うことにより、

平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ 以下の完全再結晶ナノ組織を得ることに成功した。650 -0.3ks 焼鈍材の SEM-EBSD マップを Fig.1 に示す。平均粒径 400nm の完全再結晶組織が得られている。この組織中の焼鈍双晶の割合は 40% に達することも明らかとなった。

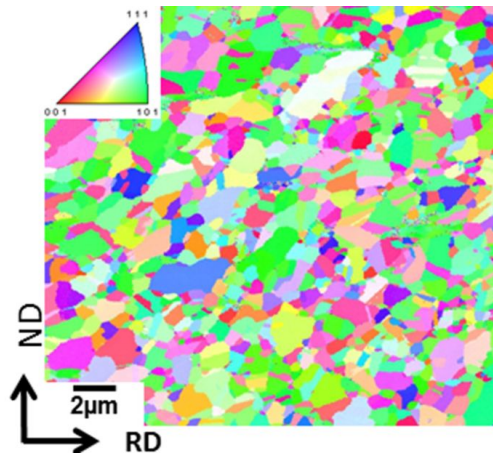


Fig.1 EBSD color map of the Fe-31Mn-3Al-3Si specimen 92% cold-rolled and then annealed at 650°C for 0.3ks.

同じく TWIP 鋼に分類される Fe-22Mn-0.6C 合金の場合は、圧延に伴って材料の強度が大きく増加し加工性が低下したため、60%以上の圧下率の冷間圧延は困難であった。しかし、中程度の冷間圧延と焼鈍を繰り返す加工熱処理により、平均粒径 550nm の完全再結晶ナノ組織を得ることに成功した。Fe-22Mn-0.6C 材の最終焼鈍材 (焼鈍温度 550°C) の SEM-EBSD 組織を Fig.2 に示す。

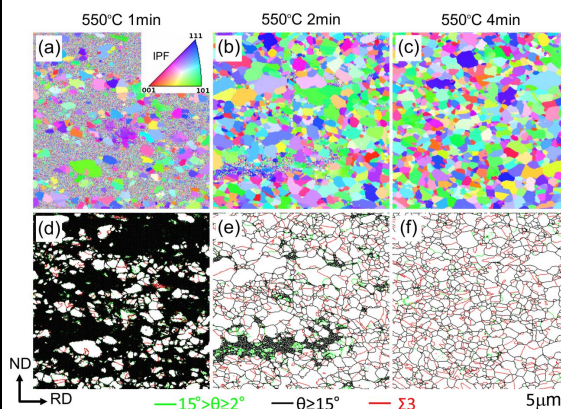


Fig.2 EBSD maps observed from TD plane of the Fe-22Mn-0.6C TWIP steel after the final cold-rolling and annealing at 550°C for (a,d) 1 min, (b,e) 2 min, and (c,f) 4min, respectively

Cu-6.8Al 合金の場合にも、完全再結晶ナノ組織を得ることに成功した。例えば 96%冷間圧延後 400 で 10s 焼鈍された試料は、10s という短時間の焼鈍にも関わらず、平均粒径 770nm の完全再結晶組織を示した。さらに、

複数の HEA においても、冷間加工と再結晶により完全再結晶ナノ組織を得ることに成功した。

以上のように、本研究では当初計画した以上の多くの種類の合金において、単純な冷間加工と焼鈍プロセスによって、平均粒径 1 μm 以下の完全再結晶ナノ組織を得ることに成功した。これらの完全再結晶ナノ組織合金が、いずれも室温引張試験において高い強度と大きな延性を示したことは、特筆すべき結果である。

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 5 件)

Y.Z. Tian, S. Chen, L.J. Zhao, D. Terada, A. Shibata, N. Tsuji, "STRAIN HARDENING BEHAVIOR OF CU-AL ALLOY WITH LOW STACKING FAULT ENERGY": Proc. of the 35th Riso Int. Symp. on Mater. Sci. (2014), in press.

Y.Z. Tian, L.J. Zhao, S. Chen, D. Terada, A. Shibata, N. Tsuji, "Optimizing strength and ductility in Cu-Al alloy with recrystallized nanostructures formed by simple cold rolling and annealing": J. Mater. Sci. (2014), in press.

Shuai Chen, Akinobu Shibata, Si Gao and Nobuhiro Tsuji, "Formation of Fully Annealed Nanocrystalline Austenite in Fe-Ni-C Alloy": Mater. Trans., Vol.55, No.1 (2014), pp.223-226. DOI: 10.2320/matertrans.M2013324

Rajib Saha, Rintaro Ueji and Nobuhiro Tsuji, "Nanocrystalline Twinning Induced Plasticity Steel with Superior Mechanical Properties Fabricated by Cold Rolling and Annealing": Mater. Sci. Forum, Vol.753 (2013) pp.518-521. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.753.518

Rajib Saha, Rintaro Ueji and Nobuhiro Tsuji, "Fully Recrystallized Nanostructure Fabricated without Severe Plastic Deformation in High-Mn Austenitic Steel": Scripta Mater., Vol.68, Issue 10 (2013), pp.813-816. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2013.01.038

[学会発表](計 7 件)

Nobuhiro Tsuji; Rajib Saha; Shuai Chen; Rintaro Ueji; Akinobu Shibata; Si Gao; Daisuke Terada, "Fully Recrystallized Nanostructures in Bulk Austenitic Steels" <INVITED>: TMS 2014 Annual Meeting, San Diego, U.S., 2014.2.17

Nobuhiro Tsuji; Ikuto Watanabe; Nokeun Park; Daisuke Terada; Akinobu Shibata;

Yoshihiko Yokoyama; Peter Liaw, "Ultra Grain Refinement in High Entropy Alloys" <INVITED>: TMS 2014 Annual Meeting, San Diego, U.S., 2014.2.17

Yanzhong Tian; Daisuke Terada; Akinobu Shibata; Nobuhiro Tsuji, "Optimizing Strength and Ductility in Cu-Al Alloy with Fine and Homogeneous Recrystallized Structure by Simple Cold Rolling and Annealing": TMS 2014 Annual Meeting, San Diego, U.S., 2014.2.17

Y.Tian, D.Terada, A.Shibata and N.Tsuji, "Optimizing Strength and Ductility in Cu-Al Alloy with Fine Homogeneous Recrystallized Structures by Simple Cold Rolling and Annealing": 日本金属学会秋期講演大会、金沢大学、2013.9.17

Shuai Chen, Akinobu Shibata and Nobuhiro Tsuji, "Nanocrystalline Austenite in Fe-24Ni-0.3C Alloy Fabricated by High Pressure Torsion and Subsequent Heat Treatment": Euromat 2013, Selvia, Spain, 2013.9.10

Nobuhiro Tsuji, Rajib Saha, Rintaro Ueji, Yanzhong Tian, Shuai Chen, Daisuke Terada and Akinobu Shibata, "Fully Recrystallized Nanostructures in Steels": Euromat 2013, Selvia, Spain, 2013.9.10

Rajib Saha, Rintaro Ueji and Nobuhiro Tsuji, "Nanocrystalline TWIP Steel with Superior Mechanical Properties Fabricated by Cold Rolling and Annealing": The 4th Int. Conf. on Recrystallization and Grain Growth, Sydney, Australia, 2013.5.7

[図書](計 0 件)

[産業財産権]

出願状況(計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
国内外の別：

取得状況(計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
取得年月日：
国内外の別：

[その他] ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

辻 伸泰 (TSUJI, Nobuhiro)

研究者番号: 30263213

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

なし