

平成21年6月2日現在

研究種目：特定領域研究

研究期間：2006～2008

課題番号：18062002

研究課題名（和文） 高密度格子欠陥を有する物質・材料のメカニクス解明

研究課題名（英文） Mechanics of high-density lattice defect materials

研究代表者

加藤 雅治 (KATO MASAHARU)

東京工業大学・大学院総合理工学研究科・教授

研究者番号：50161120

研究成果の概要：

巨大ひずみ加工により創製された格子欠陥を高密度に含む超微細粒金属材料の塑性変形、疲労、破壊などの力学特性を実験的、理論的に研究し、そのメカニクスを解明した。結晶粒の微細化に伴う強度の上昇と高いひずみ速度依存性の発現は、結晶粒界からの転位の発生とその熱活性化運動過程によって合理的に説明できた。さらに、疲労軟化挙動や脆性-延性遷移温度の低下についても、結晶粒微細化効果を通じて合理的に説明することができた。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2006年度	28,100,000	0	28,100,000
2007年度	17,100,000	0	17,100,000
2008年度	16,900,000	0	16,900,000
年度			
年度			
総計	62,100,000	0	62,100,000

研究分野：材料の力学特性

科研費の分科・細目：「材料工学」・「構造・機能材料」

キーワード：強化機構、ひずみ速度依存性、破壊靱性、転位、結晶粒微細化、中性子回折、ECAP加工、ARB加工

## 1. 研究開始当初の背景

(1) 巨大ひずみ加工により創製された高密度格子欠陥を有する材料は特異な力学特性（高強度、塑性変形の高い温度・ひずみ速度依存性、脆性-延性遷移温度の低下など）を示すが、その理由や機構は全く不明であった。

(2) 結晶粒が超微細になると、今まで暗黙のうちに十分大きな結晶に適用してきた転位論の概念が成立しない可能性があった。

## 2. 研究の目的

(1) 高密度格子欠陥材料（超微細粒材料）の特異な力学応答（メカニクス）を実験によって系統的に明らかにする。

(2) 特異な力学応答のメカニズムを解明して、上記材料のメカニクスを体系づける。

(3) 上記材料の高強度と高延性・高靱性を両立させるための材料設計指針の策定を試みる。

### 3. 研究の方法

(1) 本特定領域研究で巨大ひずみ (ECAP や ARB 加工) された共通試料 (Cu, Al 等) も用いて, 引張試験, 疲労試験, 破壊靱性試験などを系統的に行い, 高密度格子欠陥材料 (超微細粒材料) の特異な力学応答 (メカニクス) を調査する.

(2) 変形の中性子その場回折実験を行い, 得られる情報を解析することによって, 塑性変形の機構に関する知見を得る.

(3) 材料の組織 (結晶粒径, 粒界方位差, 集合組織等) を解析し, 定量化する.

(4) 巨大ひずみ材料のメカニクスの理論化と体系化を行い, 転位論などの従来の手法が特異な力学特性を説明できるかどうかを考察する.

### 4. 研究成果

以下に主要な研究成果を列挙する. これらの研究成果によって, 当初の研究目的は十分達成されたと考える. また, 研究が進むにつれて, 当初目的以外の興味ある多くの事実を発見するに至った. 高密度格子欠陥材料の研究は, まさに新しい材料科学分野展開の宝庫と言えるもので, 力学応答 (メカニクス) に限っても, 提唱された理論の実験的な検証や, 高強度と高延性・高靱性を両立させるための材料設計指針をさらに洗練させていくことなど, 多くの今後の研究指針を見いだすことができた.

(1) Al やフェライト鋼による実験により, 結晶粒が小さくなるにつれて強度は上昇するが延性が小さくなることがわかった. しかし, たとえばフェライト鋼に準安定オーステナイト相を分散させることによって, リューダース変形の後, 加工硬化が起こり, 良好な延性が得られることを発見した. その場中性子回折実験でこの現象を追い, この良好な延性は, リューダース変形中にオーステナイト相がマルテンサイト相に変態することが原因であることを見いだした.

(2) 本補助金で曲げ試験装置を開発した (図 1). 液体窒素の流れを調節することによって, さまざまな温度で破壊靱性の測定が可能となった. IF 鋼を用いた一連の実験によって, 高密度格子欠陥材料では, 脆性-延性遷移温度が低温側に移行すること, さらに, その原因が転位源間隔の減少によって説明できることを見だし, この材料において高強度と高靱性が両立するための基本条件を提示することができた.

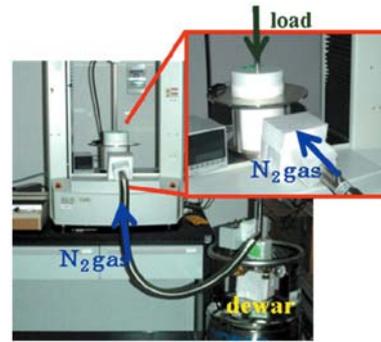


図 1 開発した低温曲げ試験装置

(3) fcc や bcc 金属の超微細粒材の力学応答に関する研究は多いが, hcp 金属に関する研究は非常に少ない. そこで, Ti の超微細粒材を調べた結果, ARB 加工の後, 温度を上げて焼鈍を施すと, 非常に優れた強度・延性バランスを示すことを発見した.

(4) ECAP 加工を施した Al や Cu の超微細粒材に塑性ひずみ制御の条件で疲労試験を行うと疲労軟化現象が観察された. このことは, 巨大ひずみ加工による超微細粒材料は, すでに加工硬化された材料であり, 疲労試験中に高密度格子欠陥の減少・消滅過程が起こっていることを示唆するものである. さらに, 疲労による塑性変形に伴って, 顕著なせん断帯の形成や, その中の結晶粒の異常粗大化現象を見いだした (図 2). これらの知見は, 通常の粗大結晶粒の材料では見られない新発見である.

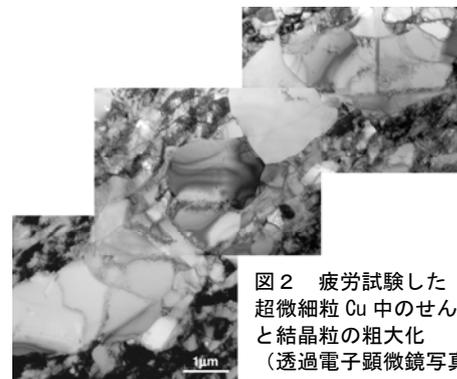


図 2 疲労試験した超微細粒 Cu 中のせん断と結晶粒の粗大化 (透過電子顕微鏡写真)

(5) ARB 加工を 4~8 サイクル施した純 Cu を種々の温度で引張変形させ, 同時にひずみ速度急変試験から活性化体積を求めた. その結果, ARB サイクル数の増加 (結晶粒径の減少) に伴って, 活性化体積の温度依存性が通常の正の依存性 (活性化体積が温度の増加関数) から負の依存性へ変化することを見いだした (図 3). この結果は, 変形を担う転位が粒界から発生し, 粒界ピン止め点を熱活性化過程によって乗り越える過程を考えれば合理的に理解できることがわかった.

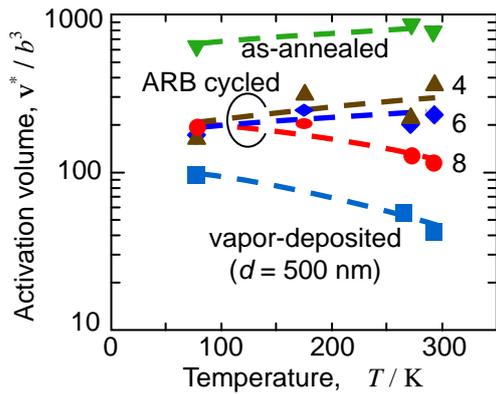


図3 ARB加工した純Cuを塑性変形中に測定された活性化体積の温度依存性

(6) 結晶粒径が数百ナノメートル以下の超微細粒やナノ結晶からなる材料の変形機構を今までの実験結果を基に転位論を用いて理論的に考察した。その結果、以下のことがわかり、実験結果を合理的に説明できる強化理論を構築することができた。

- ・変形を担うすべり転位は結晶粒界中に存在する転位源から発生する。

- ・粒界転位源から発生した転位は結晶内部に張り出すが、その際、熱活性化過程によって、粒界ピン止め点を乗り越えることができる(図4)。この乗り越え過程が、超微細粒材料やナノ結晶材料の大きな温度・ひずみ速度依存性や活性化体積の負の温度依存性(5)で見いだした事実)の原因になる。

- ・粒界から発生した転位の張り出し過程を考察すれば、実験的に得られている降伏応力の温度依存性を定量的に説明することができる(図5)。

- ・既存の材料に適用する転位論では、転位の自己エネルギーは、ある一定値と考える場合がほとんどであるが、超微細粒材料やナノ結晶材料では、結晶粒径や張り出し半径に依存するエネルギーを考える必要があることがわかった。この新しい概念の導入は、これらの材料での力学応答(メカニクス)を理解する上で必須のものであり、新しい材料科学の展開が期待される。

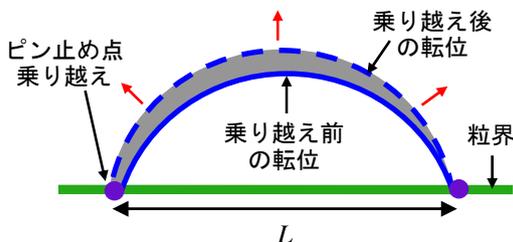


図4 粒界から発生した転位の張り出しとピン止め点乗り越え過程の模式図。乗り越え前後の転位で囲まれた面積(ハッチ部)にパーガースベクトルの大きさをかけたものが活性化体積。

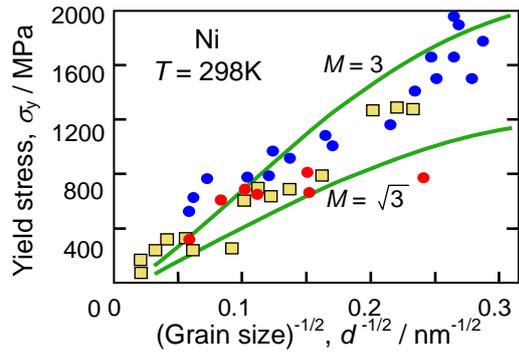


図5 理論で予測される微細粒Niの室温での降伏応力の結晶粒径依存性(実線)と過去の文献の実験値。Mはテイラー因子。

### 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 20 件)

① M. Kato, Thermally Activated Dislocation Depinning at a Grain Boundary in Nanocrystalline and Ultrafine-grained Materials, Mat. Sci. Eng. A, 2009, 印刷中, 査読有。

② M. Tanaka, K. Higashida, T. Shimokawa and T. Morikawa, Brittle-ductile Transition in Low Carbon Steel Deformed by the Accumulative Roll Bonding Process, Mater. Trans., 50, 56-63, 2009, 査読有。

③ T. Kunimine, N. Takata, N. Tsuji, T. Fujii, M. Kato and S. Onaka, Temperature and Strain Rate Dependence of Flow Stress in Severely Deformed Copper by Accumulative Roll Bonding, Mater. Trans., 50, 64-69, 2009, 査読有。

④ Y. Furukawa, T. Fujii, S. Onaka and M. Kato, Cyclic Deformation Behavior of Ultra-Fine Grained Copper Produced by

Equal Channel Angular Pressing, Mater. Trans., 50, 70-75, 2009, 査読有.

⑤ T. Suzuki, Y. Tomota, A. Moriai and H. Tashiro, High Tensile Strength of Ferritic Steel Subjected to Severe Drawing, Mater. Trans., 50, 51-55, 2009, 査読有.

⑥ M. Tanaka and K. Higashida, Fracture Toughness Enhanced by Grain Boundary Shielding in Submicron-grained Low Carbon Steel, Mater. Trans., 49, 58-63, 2008, 査読有.

⑦ M. Kato, T. Fujii and S. Onaka, A Dislocation Bow-Out Model for Yield Stress of Ultra-Fine Grained Crystals, Mater. Trans., 49, 1278-1283, 2008, 査読有.

⑧ Y. Tomota, A. Narui and N. Tsuchida, Tensile Behavior of Fine-Grained Steels, ISIJ Int., 48, 1107-1112, 2008, 査読有.

⑨ M. Tanaka, N. Fujimoto, T. Yokote and K. Higashida, Fracture Toughness Enhanced by Severe Plastic Deformation in Low Carbon Steel, Mater. Sci. Forum, 584-586, 637-642, 2008, 査読有.

⑩ M. Wakita, Y. Adachi and Y. Tomota, Crystallography and Mechanical Properties of Ultrafine TRIP-aided Multi-phase Steels, Material Science Forum, 539-543, 4351-4356, 2007, 査読有.

⑪ N. Tsuji, Unique Mechanical Properties of Nano-Structured Metals, J. of Nanoscience and Nanotechnology, 7, 3765-3770, 2007, 査読有.

⑫ N. Takata, S-H Lee, C-Y Lim, S-S Kim and N. Tsuji, Nanostructured Bulk Copper

Fabricated by Accumulative Roll Bonding, J. of Nanoscience and Nanotechnology, 7, 3985-3989, 2007, 査読有.

⑬ D. Tedara, S. Inoue and N. Tsuji, Microstructure and Mechanical Properties of Commercial Purity Titanium Severely Deformed by ARB Process, J. Mater. Sci., 42, 1673-1681, 2007, 査読有.

⑭ N. Kamikawa, N. Tsuji, X. Huang and N. Hansen, Through-thickness Characterization of Microstructure and Texture in High Purity Aluminum Processed to High Strains by Accumulative Roll-bonding, Mater. Trans., 48, 2043-2048, 2007, 査読有.

⑮ S. Ryufuku, Y. Tomota, Y. Shiota, T. Shiratori, H. Suzuki and A. Moriai, Neutron Diffraction Profile Analysis to Determine Dislocation Density and Grain Size for Drawn Steel Wire, Material Science Forum, 539-543, 2281-2286, 2007, 査読有.

⑯ X. Huang, N. Hansen and N. Tsuji, Hardening by Annealing and Softening by Deformation in Nanostructured Metals, Science, 312, 249-251, 2006, 査読有.

⑰ N. Kamikawa, N. Tsuji, X. Huang and N. Hansen, Quantification of Annealed Microstructures in ARB Processed Aluminum, Acta Materialia, 54, 3055-3066, 2006, 査読有.

⑱ B. L. Li, N. Tsuji and N. Kamikawa, Microstructure Homogeneity in Various Metallic Materials Heavily Deformed by Accumulative Roll-Bonding, Mater. Sci. Eng. A, 423, 331-342, 2006, 査読有.

⑱ K. Inoke, K. Kaneko, M. Weyland, P.A. Midgley, K. Higashida and Z. Horita, Severe Local Strain and the Plastic Deformation of Guinier-Preston Zones in the Al-Ag System Revealed by 3D Electron Tomography, *Acta Materialia*, 54, 2957-2963, 2006, 査読有.

⑳ T. Morikawa and K. Higashida, The Role of Deformation Twinning in the Formation of a Fine-grained Structure in Cold-rolled 310 Steels, *J. Mater. Sci.*, 41, 2581-2585, 2006, 査読有.

[学会発表] (計 10 件)

① M. Kato, Thermal Activation Process during Dislocation Bow Out at a Grain Boundary in Nanocrystals and Ultra-fine-Grained Materials, International Symposium on Giant Straining Process for Advanced Materials (GSAM-2008), 2008.11.22, Fukuoka, Japan.

② T. Kunimine, N. Takata, N. Tsuji, T. Fujii, M. Kato and S. Onaka, Temperature and Strain Rate Dependence of Flow Stress in Severely Deformed Copper by Accumulative Roll Bonding, International Symposium on Giant Straining Process for Advanced Materials (GSAM-2008), 2008.11.23, Fukuoka, Japan.

③ Y. Furukawa, T. Fujii, S. Onaka and M. Kato, Cyclic Deformation Behavior of Ultra-Fine Grained Copper Produced by Equal Channel Angular Pressing, International Symposium on Giant Straining Process for Advanced Materials (GSAM-2008), 2008.11.23, Fukuoka, Japan.

④ K. Higashida, M. Tanaka, S. Horiuchi and T. Shimokawa, The Effect of Severe Plastic Deformation of the Brittle-ductile Transition in Low Carbon Steel, International Symposium on Giant Straining Process for Advanced Materials (GSAM-2008), 2008.11.22, Fukuoka, Japan.

⑤ S. Horiuchi, M. Tanaka, T. Yokote and K. Higashida, Brittle-to-ductile Transition in Severely Deformed Ferrite Steel, International Symposium on Giant Straining Process for Advanced Materials (GSAM-2008), 2008.11.23, Fukuoka, Japan.

⑥ Y. Tomota, T. Suzuki, A. Moriai and H. Tashiro, High Tensile Strength of Ferritic Steel Subjected to Severe Drawing, International Symposium on Giant Straining Process for Advanced Materials (GSAM-2008), 2008.11.22, Fukuoka, Japan.

⑦ N. Tsuji, Reason of Limited Tensile Elongation and Ways to Manage Both High Strength and Large Ductility on Nanostructures Metals Fabricated by Giant Straining Processes, International Symposium on Giant Straining Process for Advanced Materials (GSAM-2008), 2008.11.22, Fukuoka, Japan.

⑧ M. Tanaka, N. Fujimoto, T. Yokote and K. Higashida, Fracture Toughness Enhanced by Severe Plastic Deformation in Low Carbon Steel, The 4th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD4), 2008.8.18, Goslar, Germany.

⑨ N. Tsuji, N. Kamikawa, N. Takata and N. Shigeiri, Recrystallization Behaviors of Highly Strained Metallic Materials, Int. Conf. on Recrystallization & Grain Growth, 2007.6.12, 韓国・濟州島.

⑩ N. Tsuji, X. Huang, N. Hansen, N. Kamikawa and D. Terada, Unique Mechanical Properties of Nanostructured Bulk Metals Fabricated by Severe Plastic Deformation, The Sixth Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing, 2007.11.5-9, Jeju, Korea.

[図書] (計 1 件)

① N.Tsuji, NOVA Science Publishers, NY, Severe Plastic Deformation: Towards Bulk Production of Nanostructured Materials, 2006, 545-565.

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

特になし

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

加藤 雅治 (KATO MASAHARU)

東京工業大学・大学院総合理工学研究科・教授

研究者番号：5 0 1 6 1 1 2 0

### (2) 研究分担者

尾中 晋 (ONAKA SUSUMU)

東京工業大学・大学院総合理工学研究科・教授

研究者番号：4 0 1 9 4 5 7 6

東田 賢二 (HIGASHIDA KENJI)

九州大学・工学研究院・教授

研究者番号：7 0 1 5 6 5 6 1

友田 陽 (TOMOTA YO)

茨城大学・大学院理工学研究科・教授

研究者番号：9 0 0 0 7 7 8 2

辻 伸泰 (TSUJI NOBUHIRO)

大阪大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号：3 0 2 6 3 2 1 3

(3) 連携研究者

なし