

研究種目：特定領域研究

研究期間：2006～2009

課題番号：18062006

研究課題名（和文） 巨大ひずみが開拓する高密度格子欠陥新材料

研究課題名（英文） Giant Straining Process for Advanced Materials Containing
Ultra-High Density Lattice Defects

研究代表者 堀田 善治

九州大学・大学院工学研究院・教授

研究者番号：20173643

研究成果の概要（和文）：本領域研究では、(I) 巨大ひずみによる高密度格子欠陥の導入と微細組織形成過程の定量的理解、および (II) 巨大ひずみ材料のメカニクス（力学応答）に対する理解（特に、高強度と高延性の両立について）の 2 点を課題目標として研究を行った。本領域研究は、構造化グループ（A01 班）、メカニクス体系化グループ（A02 班）、階層化グループ（A03 班）の 3 班で構成され、各班内でいずれも実験と計算の両面からメンバーが緊密に連携して現象把握に努めた。スケールのにもマクロからミクロ、メゾ、ナノ、原子・電子レベルまで網羅できる構成とした。本領域研究では、共通試料を設け、有機的な連携を図って推進した。

研究成果の概要（英文）：In this research project, we conducted giant straining processes (GPS) to impose large strain in metallic materials and investigated the role of high density lattice defects for the microstructure refinement and simultaneous achievement of strength and ductility. First, we examined mechanisms of grain refinement when large strain was imposed on the samples through GPS. Second, we investigated mechanisms for the unusual and unique mechanical properties that the strength and ductility were both improved. In order to achieve the goal, this research program proceeded with 3 teams. Each team consisted of 2 groups: one was based on experimental measurements and structure observations and the other was theoretical calculation and computer simulation. This project was carried out by using samples common to all groups and by making an intimate and frequent exchange of idea and information.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2006 年度	2,800,000	0	2,800,000
2007 年度	3,300,000	0	3,300,000
2008 年度	3,300,000	0	3,300,000
2009 年度	3,000,000	0	3,000,000
年度			
総計	12,400,000	0	12,400,000

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：巨大ひずみ、高密度格子欠陥、形状不変加工、材料メカニクス、マルチスケール計算

科学研究費補助金研究成果報告書

1. 研究開始当初の背景

金属材料に巨大ひずみを付与することで、大量の格子欠陥が導入され、従来達成できなかったサブミクロンからナノスケールの微細組織が形成できるようになっていた。しばしば特異構造の形成に至ることがあり、これまで難しいとされてきた強度と延性が同時に向上するなど特異現象が生じていた。巨大ひずみの付与は ECAP (Equal-Channel Angular Pressing), ARB (Accumulative Roll Bonding), HPT (High Pressure Torsion) などの形状不変加工プロセスを用いることでバルク試料でも実現可能となっている。このような背景をもとに、本特定領域研究は平成 18 年 9 月から開始した。

2. 研究の目的

特定領域研究「巨大ひずみ」は次のような 2 点を課題目標として研究を行った。

- (I) 巨大ひずみによる高密度格子欠陥の導入と微細組織形成過程の定量的理解。
- (II) 巨大ひずみ材料のメカニクス(力学応答)に対する理解(特に、高強度と高延性の両立について)。

3. 研究の方法

本領域研究は、図 1 に示すように、構造化グループ(A01 班)、メカニクス体系化グループ(A02 班)、階層化グループ(A03 班)の 3 班から構成され、各班内でいずれも実験と計算の両面からメンバーが緊密に連携して現象把握に努めた。スケールの的にもマクロからミクロ、メゾ、ナノ、原子・電子レベルまで網羅できる構成とした。本領域研究では、共通試料を設け、有機的な連携を図って推進した。また、研究進捗状況の確認、情報集約、研究方針の策定や企画調整、中間発表会と成果報告会を定期的に行い、本特定領域研究の効果的な推進を図った。



図 1 特定領域研究「巨大ひずみ」の研究目標及び研究の構成と体制

4. 研究成果

特定領域研究「巨大ひずみ」で設けた 2 つの課題に対して以下のことが明らかとなった。

(I) 巨大ひずみによる高密度格子欠陥の導入と微細組織形成過程の定量的理解

高圧下で巨大ひずみが付与できる HPT 加工では、新たにリング状試料や板状試料が利用できる新たな加工プロセスを考案した。このようなプロセスも含めて、組織や力学特性は相当ひずみの一義的な関数で表されることを示し、これよりアルミニウム、銅などその微細化過程は、純度や積層欠陥エネルギーに大きく影響されることが明らかとなった。結晶粒の微細化には、転位の役割が極めて大きく、ひずみ量が比較的少ないときは転位の蓄積と低角度の亜結晶粒界(サブバンダリー)の形成が生じて、加工とともに転位密度が増えて、結晶粒界角度も大角化していくことが知られた。しかし、転位密度には臨界値があり、これ以上では生成と消滅とがバランスして組織、強度が付与ひずみとともに変化しない定常状態を呈することが明らかとなった。微細組織の形成は積層欠陥エネルギーや不純物量とともに、融点にも影響することが明らかとなり、これは巨大ひずみ加工時の温度が極めて敏感で、従って加工に伴う熱の発生に影響されることが示された。この他、チタンやジルコニウムでは高圧下で加工したときにオメガ相に変態し、付与するひずみがこの変態相の安定に大きく影響することが新たに示された。純鉄では一方向に発達した微細粒集合組織ができると、これまで炭素鋼でしか達成できなかった 2 GPa もの高強度値が得られ、しかも破断の伸びが十分に確保された状態に作り込むことができることが示された。加工に伴う転位密度の変化や結晶粒界角度の変化は中性子線回折や、X 線回折の結果からも示されており、また巨大ひずみ加工に特有の回位が多数観察されるなど特異な現象が生じていることが示された。計算グループはこのような加工に伴う転位密度の生成消滅をシミュレーションで明らかにし、また特異な回位も存在できることを示して、実験結果との整合性を証明した。

(II) 巨大ひずみ材料のメカニクス(力学応答)に対する理解

微細な結晶粒を变形すると降伏強度が大きく増加することが示され、これは転位増殖時における張出しが困難になることが一因であることが示された。この他、微細粒と粗大粒が混在したバイモーダル組織では延性が大きくなり高強度・高延性の同時実現が図られることが明らかにされた。微細粒領域で高強度を保持しつつ、粗大粒領域で延性が確

保されるという、予測と一致することが示された。この他にも、結晶粒を微細化することで、延性・脆性遷移温度が低下することが示され、理論的にも微細粒組織が有効であることが示された。微細粒材の引張変形に伴うリュース帯の出現などこれまで粗大な結晶粒では決して観察されなかった新たな現象が、アルミニウムで観察された。不純物元素の量や種類によっても高強度・高延性の挙動が異なり、変形時の転位の生成・消滅挙動が大きく影響することが示唆されており、計算グループがこの点の解明を進めた。

本研究結果は個々のメンバーが論文発表や学会発表で公表した。おもな発表論文は次節にまとめる通りであるが、本特定領域研究としては以下のような形で公開した。

(1) 定期報告会

毎年度研究の成果をまとめて本特定領域の評価委員より研究内容に関する評価を受けた。研究成果について概要集にまとめた。

(2) ニュースレター

第1号を2007年3月発表してから、2009年8月に第8号を発表するまで定期的に発行して、国内外の関係者に配布するとともに、ホームページに掲載した。



(3) 「巨大ひずみ」特集号の編集

特定研究の年度ごとの主な研究成果を日本金属学会欧文誌機関誌の Materials Transactions で3編の特集号として編纂した。刊行は平成20年1月第49巻、平成21年1月第50巻、平成22年1月第51巻に掲載した。



(4) 国際会議への参加とシンポジウムの開催

ドイツ・ゴスラー市で行われた巨大ひずみに関する国際会議 NanoSPD4 に本特定領域研究メンバーが多数出席して成果発表を行った。また、国内では日本巨大ひずみ加工委員会主催の「巨大ひずみ国際シンポジウム GSAM2008」が平成20年11月21日(金)~24日(月)に九州大学西新プラザにて開催され、本特定領域研究から大多数のメンバーが参加してこれまでの研究成果を発表した。この国際シンポジウムには海外から6名の巨大ひずみ関連の著名な研究者が参加し活発な意見交換を行い、本特定研究の成果について高い評価を受けた。



(5) 国内シンポジウムやワークショップの開催

計算工学会、日本機械学会、日本金属学会等では、本研究領域のメンバーが中心となり、巨大ひずみに関する特別セッション、シンポジウム、ワークショップを開催した。プログラや概要集は本研究活動記録として編集した。

(5) 事後評価ヒアリング

2009年9月27日の事後評価ヒアリングでは、以下のようなコメントの元に「A」評価を受

けた。

本領域研究は、巨大ひずみの付与による微細組織形成メカニズムの解明と新材料の開発という設定目的に対し、比較的短い研究期間であるにも関わらず、十分な研究成果をあげている。新材料という視点からはやや不足が感じられるものの、実験と理論および計算機シミュレーションの連携によって基礎的な理解が進み、研究業績も十分にあげられている。また、研究成果の評価、普及にも努めており、海外評価者からも高い評価が得られている。これらのことから、当初の研究目的が十分に達成されたと評価する。金属学及び関連学問分野や産業分野への貢献度についても大きく、応用開発への広がりも期待できることから、今後は、新材料の更なる開発につなげられることを期待する。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 20 件)

K. Edalati and Z. Horita, Mater. Trans., 51, 1051-1054, (2010). “Universal Plot for Hardness Variation in Pure Metals Processed by High-Pressure Torsion” (査読有)

堀田善治, 軽金属, 第 60 巻第 3 号, 134-141, (2010), 「解説 巨大ひずみ加工による超微細組織制御」(査読有)

C. Xu, Z. Horita and T. G. Langdon Materials Transactions., 51, 2-7, (2010). “Microstructural evolution in pure aluminum in the early stages of processing by high-pressure torsion”

K. Edalati, Y. Yokoyama and Z. Horita, Materials Transactions., 51, 23-26, (2010). “High-Pressure Torsion of Machining Chips and Bulk Discs of Amorphous $Zr_{50}Cu_{30}Al_{10}Ni_{10}$ ”

K Edalati, Z. Horita and Y. Mine, Materials Science Engineering, A527, 2136-2141, (2010). “High-pressure torsion of hafnium”

Y. Ito and Z. Horita. Materials Science and Engineering A, 503, 32-36, (2009).

“Microstructural Evolution in Pure Aluminum Processed by High-Pressure Torsion” (査読有)

K. Edalati, T. Fujioka and Z. Horita, Materials Transactions, 50, 44-50, (2009).

“Variation of Mechanical Properties and Microstructures with Equivalent Strain in Pure Fe Processed by High Pressure Torsion” (査読有)

T. Fujioka and Z. Horita, Materials Transactions, 50, 930-933, (2009).

“Development of High-Pressure Sliding for Microstructural Refinement of Rectangular Metallic Sheets” (査読有)

H. Matsunaga and Z. Horita, Materials Transactions, 50, 1633-1637, (2009).

“Softening and Microstructural Coarsening without Twin Formation in FCC Metals with Low Stacking Fault Energy after Processing by High-Pressure Torsion” (査読有)

Tetsuya Ohashi, Rozaliya Barabash, Judy W Pang, Gene E Ice, Oleg M Barabash: Int. J. Plasticity, vol.25, pp920-941, 2009, X-ray Microdiffraction and Strain Gradient Crystal Plasticity Studies of Geometrically Necessary Dislocations Near a Ni Bicrystal Grain Boundary, (査読有).

M. Kato: Materials Science and Engineering A, **516**(2009), pp.276-282.

“Thermally activated dislocation depinning at a grain boundary in nanocrystalline and ultrafine-grained materials”. (査読有)

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) .

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)

Y. Harai, Y.Ito and Z. Horita, Scripta Materialia, 58, 469-482, (2008). “High Pressure Torsion Using Ring Specimens” (査読有)

K. Edalati, T. Fujioka and Z. Horita, Materials Science and Engineering A, 497, 168-173, (2008). “Microstructure and Mechanical Properties of Pure Cu Processed by High Pressure Torsion” (査読有)

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, Y.Murata, I.Nakaya and M.Morinaga, Assessment of Strain Energy by Measuring Dislocation Density in Copper and Aluminium Prepared by ECAP and ARB, Materials Transactions, 49 No. 1 (2008), 20-23. 査読有

香山正憲, 王如志, 田中真悟, 田村友幸, 石橋章司, 計算工学講演会論文集, 13, 559-562, 2008, 「金属中の結晶粒界の機械的性質の第一原理計算:局所エネルギー密度・応力密度を用いた解析」(査読無)

Tetsuya Ohashi, Masato Kawamukai and Hussein Zbib: Int. J. Plasticity, vol.23,

pp897-914, 2007, A Multiscale Approach for Modeling Scale-Dependent Yield Stress in Polycrystalline Metals, (査読有) C.Xu, Z.Horita and T.G.Langdon, Acta Materialia, 55, 203-212, (2007) "The Evolution of Homogeneity in Processing by High-Pressure Torsion"(査読有)

[学会発表](計 20 件)

Z.Horita, Conditions for Grain Refinement Using Severe Plastic Deformation. The International Symposium on Bulk Nanostructured Materials (BNM2009): from Fundamentals to Innovations, 2009, USATU, Ufa, Russia September 21-25, (Keynote speaker)

Z.Horita, Grain Refinement of Pure Metals Using High-Pressure Torsion, International Symposium on Giant Straining Process for Advanced Materials (GSAM-2008), Fukuoka, Japan, 2008, Nov. 21-24

Y. Ito, Y. Harai, T. Fujioka, K. Edalati and Z. Horita, Use of Ring Sample for High-Pressure Torsion and Microstructural Evolution with Equivalent Strain. The 4th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD4), Goslar, Germany, 2008, Aug. 18-22

Z.Horita, Conditions for Grain Refinement Using Severe Plastic Deformation. The International Symposium on Bulk Nanostructured Materials (BNM2007): from Fundamentals to Innovations, 2007, USATU, Ufa, Russia, August 14-18.

大橋鉄也: 巨大ひずみ加工によるナノ組織材料の特性解明のためのマクロ・メゾ・マイクロシミュレーション, 金属学会 2008 年度春季大会シンポジウム「計算科学のフロンティア: 新たな飛躍を目指して」, 東工大大岡山, 2009/3/28, 基調講演

Tetsuya Ohashi, Tomotaka Ogasawara and Mitsutoshi Kuroda: Some Discussions on the Grain Boundary Effects on the Mechanical Properties of Ultrafine Grained Polycrystals, Int. Symp. Giant Straining Process for Advanced Materials GSAM-2008, Fukuoka, 2008/11/21, Keynote talk

Tetsuya Ohashi, Ryota Tsugawa and Tomotaka Ogasawara: Numerical Modeling of Dislocation-Grain Boundary Interaction and Continuum Mechanics Analyses for Mechanical Properties of Fine Grained Metals, The 4th International Conference on Nanomaterials by Severe

Plastic Deformation, Goslar, Germany, 2008/8/18

大橋鉄也: 結晶塑性理論における結晶粒微細化と強度, 金属学会 公募セミナーシンポジウム「構造金属材料の力学的特性を支配する原理原則 - 鉄鋼編 - 」, 武蔵工業大学, 2008/3/27, 依頼講演

大橋鉄也: ミクロ・メゾシミュレーションによる微細粒多結晶体の変形解析, 日本金属学会公募シンポジウム「巨大ひずみ材料の特異なメカニクス」, 千葉工業大学津田沼キャンパス, 2007/3/29

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.

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.

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.

A. Nakatani and Y. Mukudai, A Multiscale Modeling of Grain Boundary Characteristics in Aluminum, International Symposium on Giant Straining Process for Advanced Materials (GSAM-2008), November 21-24, 2008, Fukuoka.

C. Urabe, T. Ogawa, and A. Nakatani, Molecular dynamics study of ductile fracture near crack tip field in nanocrystalline aluminum, International Symposium on Giant Straining Process for Advanced Materials (GSAM-2008), November 21-24, 2008, Fukuoka.

Y. Murata and M. Morinaga, Measurement of Dislocation Density in Copper and Aluminium Prepared by ECAP and ARB Processes by Means of a Conventional X-Ray Profile Analysis, International Symposium on Giant Straining Process for Advanced Materials (GSAM-2008) (2008.11) Fukuoka

(Keynote lecture).

香山正憲, 「金属粒界の界面結合と機械的性質の第一原理計算」, 日本金属学会 2009 年春期大会, 東京工業大学, 009/03/30

M.Kohyama, “First-Principles Study of the Mechanical Properties of Metallic Grain Boundaries using Local Energy Density and Local Stress Density”, Materials Research Society 2008 Fall Meeting, Boston, USA, 2008/12/04

M.Kohyama, “First-Principles Study of the Bonding and Mechanical Properties of Grain Boundaries in Fcc Metals”, International Symposium on Giant Straining Process for Advanced Materials (GSAM2008), 九州大学, 2008/11/23 (招待)

香山正憲, 「金属粒界の強度特性の第一原理解析: Al 粒界と Cu 粒界」, 日本機械学会第 21 回計算力学講演会, 琉球大学, 2008/11/01

M.Kohyama, “First-Principles Study of Configurations and Mechanical Properties of Metallic Grain Boundaries: Comparison Between Aluminum and Copper Grain Boundaries” The Sixth Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing, Jeju, Republic of Korea, 2007/11/06 (招待)

〔図書〕(計 5 件)

「金属材料の加工と組織」森永正彦、古原忠、戸田裕之編, 共立出版 2010 年 3 月

大橋鉄也: 機械の研究, vol. 59, pp823-833, 2007, 単結晶塑性と多結晶塑性

大橋鉄也: 機械の研究, vol. 59, pp949-956, 2007, 単結晶塑性と多結晶塑性

Nanomaterials by Severe Plastic Deformation Edited by Z. Horita, Trans Tech. Publications LTD. Switzerland, (2006)

Ultrafine Grained Materials IV Edited by Y.T. Zhu, T.G. Langdon, Z. Horita, M.J. Zehetbauer, S.L Semiatin, T.C. Lowe, The Mineral, Metals & Materials Society, USA, (2006)

〔産業財産権〕

出願状況 (計 1 件)

名称: ひずみ印加方法及びひずみ印加装置

発明者: 堀田善治

権利者: 堀田善治

番号: 2007-210794

出願年月日: 2007 年 8 月 13 日

国内外の別: 国内

取得状況 (計 0 件)

〔その他〕

ホームページの制作

http://zaiko6.zaiko.kyushu-u.ac.jp/spd/index_e.html



6. 研究組織

(1) 研究代表者

(1) 研究代表者

堀田 善治 (HORITA ZENJI)

九州大学・大学院工学研究院・教授

研究者番号: 20173643

(2) 研究分担者

大橋 鉄也 (OHASHI TETSUYA)

北見工業大学・工学部・教授

研究者番号: 80312445

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

中谷 彰宏 (NAKATANI AKIHIRO)

大阪大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号: 50252606

森永 正彦 (MORINAGA MASAHIKO)

名古屋大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号: 50126950

香山正憲 (KOHYAMA MASANORI)

独立行政法人産業技術総合研究所・ユビキ

タスエネルギー研究部門・上席研究員

研究者番号: 60344157