

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 4 年 8 月 25 日現在

機関番号：11501

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2019～2021

課題番号：19K04066

研究課題名(和文) 超微細組織を有する金属材料の力学挙動の数値モデル化

研究課題名(英文) Modeling of mechanical properties of metals with ultrafine microstructures

研究代表者

黒田 充紀 (Kuroda, Mitsutoshi)

山形大学・大学院理工学研究科・教授

研究者番号：70221950

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,300,000円

研究成果の概要(和文)：本研究は、強ひずみ加工による超微細結晶粒を有する金属材料の力学挙動の解明とそのモデル化を目的とした。本研究期間の範囲内では、工業用純アルミニウムと銅を対象とした。主な結論は以下の通りである。(1)引張り試験中に観察される全応力は非熱的強度と熱的強度に分離できるが、強ひずみ加工のままの材料においては結晶粒微細化による非熱的強度の上昇はない。(2)強ひずみ加工により生成された粒界は転位運動の障壁としての機能はない。(3)焼鈍硬化による高い非熱的強度の発現はアルミニウムのみで観察され、材料によって挙動が大きく異なる。(4)これらの実験結果を表現するための簡易数値モデル(弾粘塑性型)を定式化した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

従来、強ひずみ加工によって作製される超微細結晶粒材料は一律に「高強度材料」として認識されてきた。本研究では、その強度を時間に依存しない永久強度(非熱的強度)と時間依存の熱的強度に実験的に分離した上で、改めて結晶粒径の影響を調べた。その結果、加工まま材場合、非熱的強度は一般に認識されるよりも大幅に低く、結晶粒径は非熱的強度にほとんど寄与していないことを見出した。非熱的強度は、環境に左右されない応力保持能力として構造材料の基盤的性能であり、これを広範に調査して、構造部材並びに構造物全体の安全性向上を目指すことの意義は大きい。

研究成果の概要(英文)：The present study addresses the mechanical behavior of ultra-fine grained metals processed by severe plastic deformation (SPD) and its mathematical modeling. Industrial pure aluminum and copper were used as target materials. The main results are: (1) No augmentation of athermal (permanent) strength by grain refinement attributed to SPD was observed; (2) Grain boundaries produced by SPD might not act as strong barriers to dislocation motion; (3) The phenomenon "hardening by annealing" was observed only for aluminum but not for copper, and thus the strengthening behavior associated with thermal treatment is significantly different depending on the material; (d) A simple material model (elasto-viscoplastic type) that represents the observed material behavior was formulated.

研究分野：弾塑性力学, 金属材料

キーワード：金属材料 強度 粒径 強ひずみ加工

様式 C-19、F-19-1、Z-19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

従来、金属の強度は、標準的なひずみ速度 ($10^{-4} \sim 10^{-2}/s$) での引張り試験において観察された流動応力の大きさをもって評価されてきた。強ひずみ加工によって作製される超微細結晶粒材料は高い流動応力を示すことから、これまで一律に「高強度材料」として扱われてきた(①②など)。ある瞬間に観察される見掛けの強度としての流動応力は非時間依存(非熱的)成分と時間依存(熱的)成分に分離できる。非熱的強度は、いかなる環境(動的・静的負荷、温度変化)下にあっても保証される応力保持能力であり、構造材料の基盤的性能である。これまで、強ひずみ加工によって作製された超微細結晶粒材の非熱的強度が系統的に調べられた例は少なく、熱的強度に対する相対的な大きさについても不明であった。

2. 研究の目的

本研究は、強ひずみ加工によって作製される超微細結晶粒を有する金属材料の力学挙動(観察される強度の構成要素)の解明とそのモデル化を目的とした。具体的には、まず、引張り試験中に観察される流動応力を非熱的強度(永久強度)と熱的強度(瞬間強度)に分離する。次に、永久強度を粒径関連強化分と転位関連強化分に分解して評価する。さらに瞬間強度のひずみ速度依存性を調査して、強度構成の全容を説明できるモデルを構築する。本研究期間の範囲内では、銅(JIS-C1020)と工業用純アルミニウム(JIS-A1070)を対象とした。

3. 研究の方法

(1) 強度評価用の試料

実験には2つの試料群を用意した。一つは、ECAP(equal-channel angular pressing)加工(強ひずみ加工法の一つ)を繰り返し施して結晶粒を段階的に微細化した試料群である。もう一つは、十分にECAP加工で結晶粒を微細化した材料(銅では16パス加工材、アルミニウムでは8パス加工材)を様々な温度で焼きなまして結晶粒を段階的に粗大化した試料群である。以下、前者をRefining approach、後者をCoarsening approachにおける試料群とする。Coarsening approachでは局所的な粒成長を抑制することを狙って、2段階の温度域による焼鈍を一部に採用した。銅における焼鈍条件は以下の通りである(O1:100°C-0.5h, O2:100°C-6h, O3:100°C-6h + 110°C-0.5h, O4:100°C-6h + 125°C-0.5h, O5:100°C-6h + 150°C-0.5h, O6:100°C-6h + 250°C-0.5h)。アルミニウムに関する焼鈍条件は後出の図1中に示した。

(2) 強度構成のモデル化と同定

引張り試験中に観察される引張り応力 σ (流動応力)は、時間非依存(非熱的)の永久強度 σ_i と時間依存(熱的)の瞬間強度 σ^* に次式のように加算分解できると仮定する。

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

永久強度 σ_i はさらに粒径に関連する(粒界効果を含む)強度 σ_{gs} と転位由来の強度 σ_p に分解できるものとする。

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

σ_p には、次式の古典的Taylor則を適用する。

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

ここに、 α は実験により決める係数、 ρ は転位密度、 M は結晶集合組織を無視(ランダム方位分布を仮定)したTaylor係数(=3.06)、 μ はせん断弾性係数、 b はBurgersベクトルの大きさである。瞬間強度 σ^* には、次式のべき乗則を仮定する。

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

ここに、 K は実験で同定される係数、 m はひずみ速度敏感性指数(異なるひずみ速度による引張り試験データから決定する)である。

モデルに現れる各量の測定については以下に示す通りである。引張り試験中に変形を停止して24時間の応力緩和試験を行い、時時刻々記録される σ の値と経過時間の関係を関数近似し、無限時間まで外挿した場合の漸近値を σ_i とした。転位密度 ρ は、X線回折ラインプロファイルよりWilliamson-Hallプロット法を用いて決定した。係数 α はECAP1パス時(粗大結晶粒が生成される)において $\sigma_i \approx \sigma_p$ (つまり粒径強化無し)と仮定することにより求めた。ひずみ速度敏感性指数 m は2種類のひずみ速度($4 \times 10^{-7}, 1 \times 10^{-2}/s$)における引張り試験のデータから決定した。平均粒径 d はEBSD(electron backscattered diffraction pattern)法で測定し、後に示す図中にその値を示す。

4. 研究成果

(1) 流動応力 σ に占める永久強度 σ_i と瞬間強度 σ^* の割合

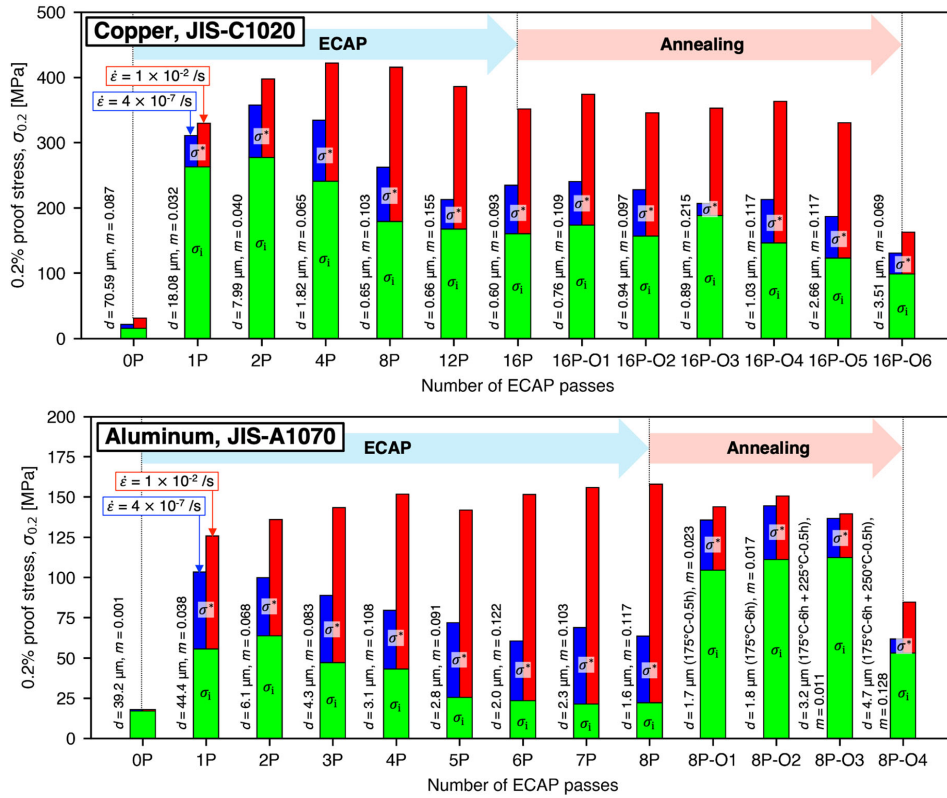


図1 0.2%塑性ひずみ発生時における流動応力 $\sigma_{0.2}$ の永久強度 σ_i と瞬間強度 σ^* への分解。上図：銅；下図：アルミニウム。“4P”などは“4 passes”などの略。

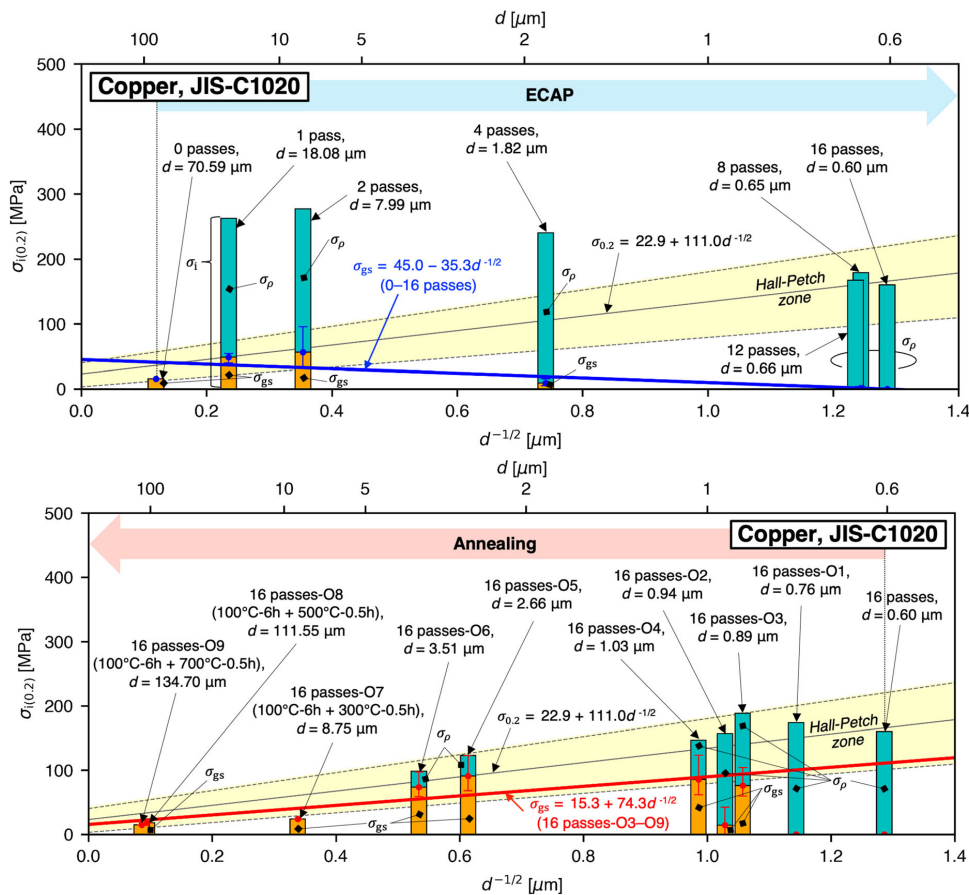


図2 0.2%塑性ひずみ発生時における永久強度 $\sigma_{i(0.2)}$ の粒径強化分 σ_{gs} と転位強化分 σ_p への分解。上図：Refining approach (ECAPによる結晶粒微細化過程)；下図 Coarsening approach (その後の焼鈍による結晶粒粗大化過程)。銅の結果。

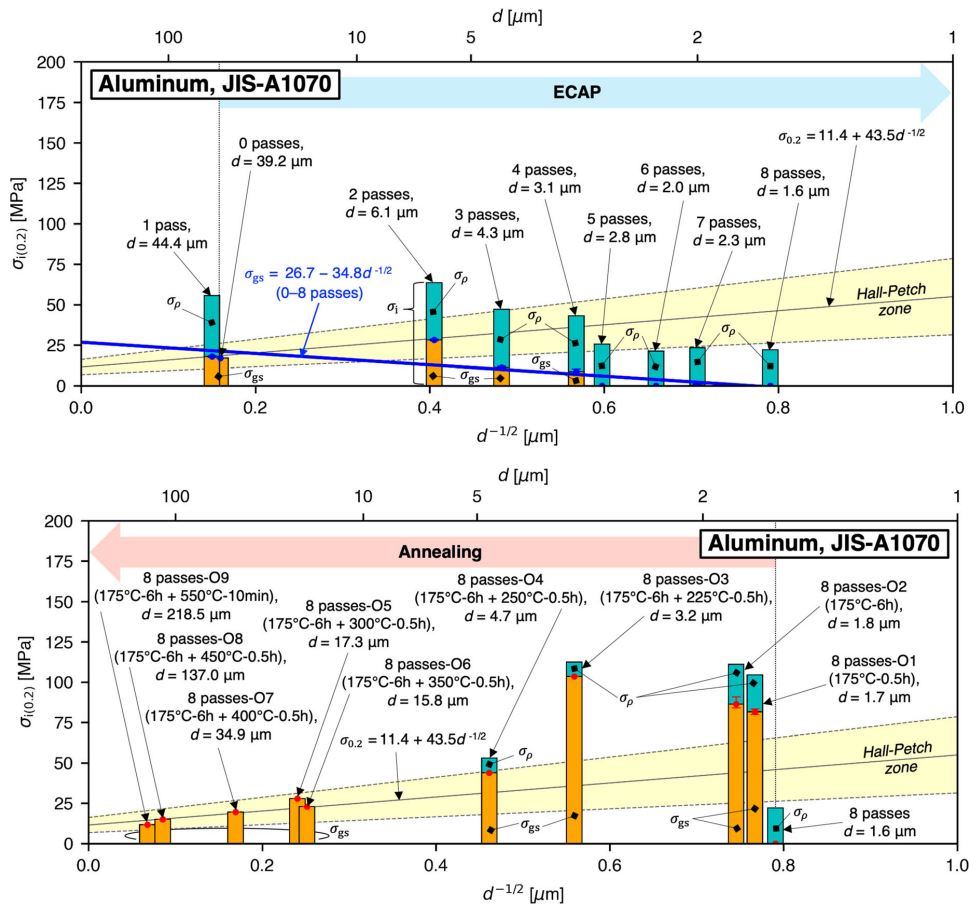


図 3 0.2%塑性ひずみ発生時における永久強度 $\sigma_{i(0.2)}$ の粒径強化分 σ_{gs} と転位密度強化分 σ_p への分解。上図：Refining approach (ECAPによる結晶粒微細化過程)；下図：Coarsening approach (その後の焼鈍による結晶粒粗大化過程)。アルミニウムの結果。

図1に、銅とアルミニウムについて0.2%塑性ひずみ発生時における流動応力 $\sigma_{0.2}$ を永久強度 σ_i と瞬間強度 σ^* へ分解した結果を示す。銅、アルミニウム共にECAP2パス加工時に σ_i は最大となり、その後繰返されるECAP加工に伴い減少していく (ECAP 1パスで1.0の相当ひずみが入る)。アルミニウムのECAP加工まま状態 (5P~8P) の σ_i は極端に小さいが焼鈍で大幅に上昇する(強い焼鈍硬化“hardening by annealing”が生ずる)。銅の場合には焼鈍硬化は全く見られない。材料の粘性 (速度依存性) を表す m 値については、銅の場合には焼鈍後も0.1程度でありECAP加工まま状態から粘性の変化はないと言える。一方で、アルミニウムの場合には、焼鈍後 m 値は急激に減少し、焼鈍は σ_i の上昇のみならず、粘性の低減にも大きく寄与している。

(2) 永久強度 σ_i に占める粒径強化 σ_{gs} と転位密度強化 σ_p の占める割合

銅とアルミニウムの場合の0.2%塑性ひずみ発生時における永久強度 $\sigma_{i(0.2)}$ の粒径強化分 σ_{gs} と転位強化分 σ_p への分解結果をそれぞれ図2と図3に示す。図中の“Hall-Petch zone”は、過去の文献で報告されているHall-Petch関係の範囲を示している。両材料共にRefining approach (ECAPによる結晶粒微細化過程) においては結晶粒の微細化と共に σ_{gs} が減少しており、古典的なHall-Petch関係は成立していない。Coarsening approach (その後の焼鈍による結晶粒粗大化過程) においては、アルミニウムの場合には8 passes-O1~O3材でHall-Petch zoneを大きく超える σ_{gs} が観察された。両材料ともに、十分に粗大化した領域においてはHall-Petch関係に従っている。

(3) 主な結論

本研究で得られた主な結論は以下の通りである。

- (i) 引張り試験で観察される流動応力を時間に依存しない永久強度(非熱的強度)と瞬間強度(熱的強度)に分離した結果、加工まま材においては、永久強度は一般に認識されている値より大幅に低いことがわかった。
- (ii) 永久強度に占める粒径関連強度の比率を調べたところ、加工まま材では転位関連強度が

支配的であり、結晶粒微細化はほとんど強度に寄与しないことがわかった。

- (iii) 上の結論(ii)から、強ひずみ加工により生成された粒界は転位運動の障壁としての機能を持たないことが強く示唆される。
- (iv) 焼鈍硬化による非熱的強度の急激な上昇と大幅な粘性の低減はアルミニウムのみで観察され、銅では見られなかった。このように、材料によって挙動が大きく異なるので、他の材料についても非熱的強度に関する詳細な研究が必要である。

本課題の範囲内では、研究の第一段階として、 σ^* に対して単純な現象論的モデルを用いた。材料の物理により整合したモデルの構築やモデル全体の3次元化は今後の課題である。

上記の研究とは別に、微細結晶粒材料の力学応答に関する研究を国際共同研究にて行った。文献⑤では、微細結晶粒を有するフィルム（厚さ $1\mu\text{m}$ 以下）を CrN/Si 製マイクロピラー試験片の荷重軸に対して 45° 傾けて埋め込み、これを圧縮することによりフィルムの単純せん断試験を行った。フィルム厚を $150\text{ nm} \sim 1000\text{ nm}$ の間で変化させると観察されるせん断応力は著しい寸法依存性を示すことが報告された。本研究では、文献⑥で提案したひずみ勾配塑性理論により、文献⑤の実験結果がほぼ定量的に説明できることを示した。

<引用文献>

- ① N. Tsuji, Y. Ito, Y. Saito, Y. Minamino: Scripta Mater., 2002, vol. 47, pp. 893–99.
- ② X. Huang, N. Hansen, N. Tsuji: Science., 2006, vol. 312, pp. 249–51.
- ③ Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, J. Wang, T.G. Langdon: Scripta Mater., 1996, vol. 35, pp. 143–46.
- ④ G. Williamson, W. Hall: Acta Metall., 1953, vol. 1, pp. 22–31.
- ⑤ Y. Mu, X. Zhang, J.W. Hutchinson, W.J. Meng: MRS Commun. vol. 6, 2016, 289–294.
- ⑥ M. Kuroda, A. Needleman: Extreme Mech. Lett. vol. 33, 2019, 100581.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計3件（うち査読付論文 3件/うち国際共著 1件/うちオープンアクセス 3件）

1. 著者名 Takayuki Koizumi, Anna Kurumatani, Mitsutoshi Kuroda	4. 巻 10
2. 論文標題 Athermal strength of pure aluminum is significantly decreased by severe plastic deformation and it is markedly augmented by subsequent annealing	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Scientific Reports	6. 最初と最後の頁 14090
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1038/s41598-020-70160-5	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

1. 著者名 Mitsutoshi Kuroda, Viggo Tvergaard, Alan Needleman	4. 巻 152
2. 論文標題 Constraint and size effects in confined layer plasticity	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Journal of the Mechanics and Physics of Solids	6. 最初と最後の頁 104328
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.jmps.2021.104328	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 該当する

1. 著者名 Takayuki Koizumi, Kazuki Ogoda, Mitsutoshi Kuroda	4. 巻 53
2. 論文標題 Permanent Strength of Metals: A Case Study on FCC Metals Processed by Severe Plastic Deformation	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Metallurgical and Materials Transactions A	6. 最初と最後の頁 2004-2017
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1007/s11661-022-06641-1	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

〔学会発表〕 計3件（うち招待講演 0件/うち国際学会 0件）

1. 発表者名 大古田和樹・小泉隆行・黒田充紀
2. 発表標題 巨大ひずみ加工を施した純銅の応力緩和挙動
3. 学会等名 日本塑性加工学会 塑性加工連合講演会（2020.11.14～15 WEB講演会）
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 福田嘉紘・黒田充紀
2. 発表標題 強ひずみ加工材の弾粘塑性挙動のモデル化
3. 学会等名 日本塑性加工学会 塑性加工連合講演会 (2020.11.14～15 WEB講演会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 鹿勇太・小泉隆行・黒田充紀
2. 発表標題 小型積層試験片を用いた反転負荷試験法による板材の繰返し塑性変形挙動
3. 学会等名 塑性加工連合講演会(2019.10.12～13 日本大学 生産工学部 津田沼キャンパス)
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

<p>researchgate.net https://www.researchgate.net/publication/348825634_Constraint_and_size_effects_in_confined_layer_plasticity</p>
--

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
研究協力者	小泉 隆行 (Koizumi Takayuki)	東京工業高等専門学校・機械工学科・講師 (52601)	

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			
米国	Texas A&M University			
デンマーク	Technical University of Denmark			