

平成22年 3月 26日 現在

研究種目：若手研究(B)
 研究期間：2008～2009
 課題番号：20760467
 研究課題名（和文）
 巨大ひずみ加工により組織制御した炭素鋼の優れた力学特性発現メカニズムの解明
 研究課題名（英文）
 High-functionalization of Mechanical Property in Carbon Steels by Giant Straining
 研究代表者
 戸高 義一 (TODAKA YOSHIKAZU)
 豊橋技術科学大学・工学部・准教授
 研究者番号：70378256

研究成果の概要（和文）： 特別な合金元素を含まない極低炭素鋼を試料として、巨大ひずみ加工の一つであるHPT（High-Pressure Torsion）加工により作製したサブミクロン結晶粒バルク材の力学特性を調査した。引張特性において、引張強度 1.9GPa，破断伸び 30%を示した。これは優れた引張特性を示す鉄鋼材料の一つであるマルエージング高合金鋼に匹敵する。また、熱処理と組合せることで、高強度を維持したまま水素脆化を抑制できることが分かった。

研究成果の概要（英文）： In the submicrocrystalline ultra-low carbon steel without special alloy-elements produced by HPT (High-Pressure Torsion) straining which is one of the severe plastic deformation processes, mechanical properties were investigated. In the tensile property, the engineering tensile strength was 1.9 GPa, which is similar to the value of maraging high-alloy steels. The elongation increased with strain, is caused by the reduction of the stress concentration due to the existence of continuously recrystallized grains. Hydrogen embrittlement (HE) occurred in the specimen with the high tensile strength of 1.9 GPa. However, its HE was suppressed via recovery process by annealing at low temperature while maintaining the high strength.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	2,500,000	750,000	3,250,000
2009年度	900,000	270,000	1,170,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,400,000	1,020,000	4,420,000

研究分野： 材料物性，材料組織制御

科研費の分科・細目： 材料工学，構造・機能材料

キーワード： 巨大ひずみ形状不変加工，結晶粒微細化，力学特性，引張特性，疲労特性，水素脆化，格子欠陥，鉄鋼材料

1. 研究開始当初の背景

結晶粒微細化強化は、他の手法（固溶強化、

析出強化等）に比べて強化増分が大きく、材料そのものの性質を最大限に利用する強

化方法である。また、他元素を用いない（特定元素依存の危険性低減）ため、リサイクル性が良い（環境保全）等の優位性をもつ。結晶粒を微細化する方法として、近年、巨大ひずみ加工が注目されている。その理由として、材料の種類に依存しない、他の熱源を必要としないのでプロセスの単純化・環境保全が可能 等の利点が挙げられる。

しかしながら、一般に結晶粒微細化強化による強度の増加は、延性の低下を招くことが知られている。一方で、強ひずみ加工で作製した超微細結晶粒材料では、高強度を保ったまま延性が増加することが報告されている。

2. 研究の目的

本研究では、巨大ひずみ加工の一つであるHPT(High-Pressure Torsion)加工により、サブミクロンサイズまで結晶粒を微細化した極炭素鋼を作製した。HPT加工による結晶粒の微細化過程、および、作製したサブミクロン結晶粒バルク材の優れた力学特性を明らかにすることを目的とした。

3. 研究の方法

HPT加工は、図1に示すように、高圧縮応力下でねじり加工を行う方法である。本研究では、圧縮応力5GPa、回転速度0.2rpmの条件で行なった。HPT加工用の試料は直径10mm、厚さ0.85mmの円板を用いた。加工による形状の変化が無いと、歪を無限に加えることが可能である。歪量（相当歪量の計算方法は図1に示す）や歪勾配（歪勾配の付与は結晶粒の微細化に有効である）を定量的に加えることができる。

供試材として極低炭素鋼(Fe-11ppmC)を用いた。

組織解析のために、TEM、FESEM-EBSD、中性子回折を行なった。また、力学特性の評価は、ビッカース硬さ試験、引張試験、疲労試験、スモールパンチ試験を行なった。

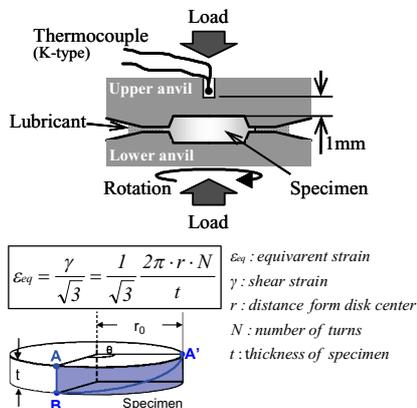


図1 HPT加工の模式図と相当歪量.

4. 研究成果

(1) HPT加工による結晶粒の微細化過程

HPT加工（回転回数 $N=5$ ）した組織をFESEM-EBSDにて観察した結果、相当歪量 $\epsilon_{eq} < 40$ の領域では、HPT加工の剪断方向に結晶粒が伸長しながら粒内にサブグレインが発達し、歪量の増加に伴って高角化する過程が観察された。また、 $\epsilon_{eq} > 40$ の領域では幅200nm、長さ300nm程度のサブミクロン結晶粒組織（図2、図3）となり、伸長した結晶粒を分断するようにサブグレインが発達した。 $\epsilon_{eq} > 40$ では平均結晶粒径に大きな変化はなかった。いずれの歪量においても、アスペクト比（円周（剪断）方向の平均粒径/半径方向の平均粒径）は1.5程度であった。平均結晶粒径に大きな変化が見られなかった $\epsilon_{eq} > 40$ の領域でもアスペクト比が変わらなかった理由として、方位回転による合体と分断が生じていると考えられる。

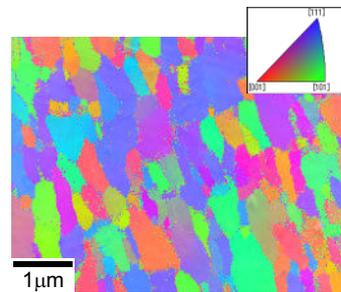


図2 HPT加工 ($N=5$, 円板中心からの距離 $r=1.5$ mm, $\epsilon_{eq}=45$) 後のFESEM-EBSD組織（結晶方位像）.

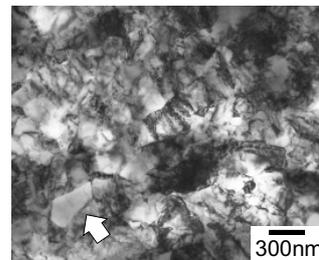


図3 HPT加工 ($N=5$, $r=3.2$ mm, $\epsilon_{eq}=97$) 後のTEM組織. 矢印は低転位密度な連続再結晶粒を示す.

(2) 引張特性

平行部の長さ1mm、幅1mm、厚さ0.5mmをもつミニチュア試験片を用いた引張試験において、 $N=5$ のHPT加工材では、引張強度 $TS=1.9$ GPa、破断伸び $EL=20\sim 30\%$ を示した（図4(a)）。これは、優れた引張特性を示す鉄鋼材料の一つであるマルエージング高合金鋼に匹敵する特性である。

降伏後の著しい加工硬化は、引張試験後の組織観察の結果より、引張試験中に生じる結

晶粒の微細化が一つの要因であると考えられる。

また、一般に「引張強度 $TS \approx$ ピッカース硬度 Hv の $1/3$ 」が成立するが、HPT 加工材 ($\epsilon_{eq} > 45$ ($N=5$)) では、アブノーマルな高強度化が認められた。その理由として、HPT 加工による結晶配向や残留応力の影響が考えられたため、中性子回折を用いて調査した。しかしながら、 $N=1, 5, 10$ 材において結晶配向に大きな差は認められず、また、残留応力も $\pm 200\text{MPa}$ 程度と小さく、アブノーマルな高強度化に寄与しているとは考えにくい。

EL においては、 $N=5$ ($\epsilon_{eq} > 45$) 材に比べて $N=10$ ($\epsilon_{eq} > 91$) 材では、 TS がほぼ等しいにもかかわらず、1.5 倍以上に増加した。この理由として、図 3 に示したように、HPT 加工により連続再結晶粒が形成することが考えられた。そこで、 $N=5$ の HPT 加工後 200°C で熱処理を行ない、著しい粒成長なしに転位のみを回復させた試料を作製した (図 5)。この試料においても、 $N=5$ 材に比べて TS の低下なく、 EL が 1.5 倍以上に増加した (図 4 (b))。これらのことから、 $N=5$ 材に比べて $N=10$ 材で延性が改善した理由は、HPT 加工により連続再結晶が生じ、高角粒界をもつ低転位密度な結晶粒が形成したことで、高角粒界により転位の回復が促進され、また、低転位密度な結晶粒で応力集中が緩和されたためであると考えられる。

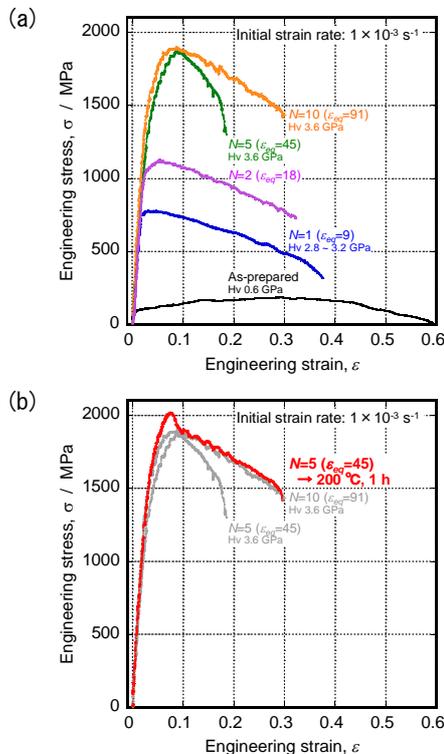


図 4 (a) HPT 加工後および (b) その後 200°C 熱処理を行なった試料の応力-歪曲線 (公称)。

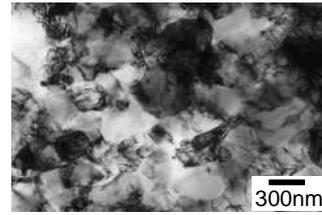


図 5 HPT 加工 ($N=5$, $r=3.2\text{mm}$, $\epsilon_{eq}=97$) 後 200°C , 1h で熱処理した試料の TEM 組織。

(3) 疲労特性

疲労試験においても、図 6 に示す、ミニチュア試験片を用いた。

応力比 $R=0.1$ の部分片振り引張疲労試験において、90%冷間圧延 ($\epsilon_{eq}=2.7$) 材では表面粗さの影響は認められなかったが、 $N=5$ ($\epsilon_{eq} > 45$) 材では表面粗さの改善により疲労特性が著しく向上した (図 6)。

最終仕上げを電解研磨にて行なった疲労試験片では、低サイクル領域では、90%冷間圧延材に比べて $N=5, 10, 5+200^\circ\text{C}$ 熱処理材は 2 倍程度の疲労強度の増加が認められた (図 7)。一方、高サイクル領域では、いずれの試料も大きな違いは認められなかった (図 7)。

以上の結果は、強ひずみ加工したサブミクロン結晶粒材の切欠感受性が高いことが原因と考えられる。

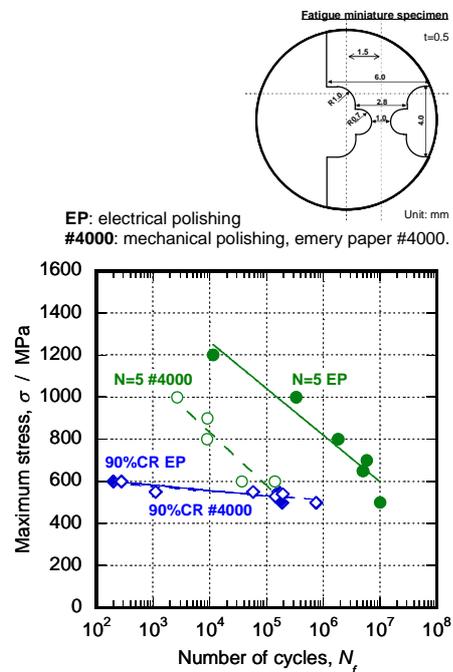


図 6 HPT 加工および 90%冷間圧延後の試料における疲労特性に及ぼす表面粗さの影響。

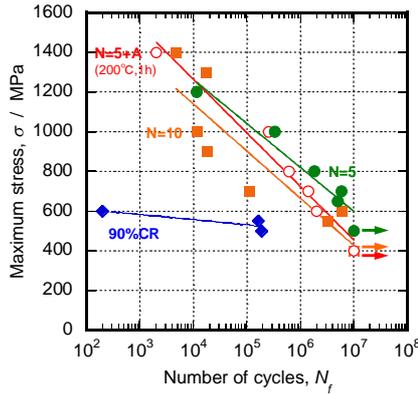


図7 90%冷間圧延, $N=5, 10, 5+200^\circ\text{C}$ 熱処理 材における疲労特性.

(4) 水素脆化挙動

上述のように HPT 加工により高強度・高延性の両立を達成できたが、高強度化に伴う水素脆化が危惧された。そのため、ボールを押し当てて力学特性を評価するスモールパンチ (SP) 試験を水素雰囲気中または真空中にて行なった。得られる荷重-ボール移動量曲線から吸収エネルギー E を求めた。

水素雰囲気中、真空中の SP 試験から得られた E をそれぞれ E_{H_2} , E_{VAC} とすると、水素雰囲気中と真空中の E 比 ($E_{\text{H}_2}/E_{\text{VAC}}$) が $N=1, 5$ 材では小さくなった (図 8)。一方、 $N=5+200^\circ\text{C}$ 熱処理材の E 比は $N=5$ 材に比べて高くなった。図 9 に SP 試験後の破面を示す。 $N=5$ 材 (図 9(a)) では明らかな水素脆化破面が観察されるのに対して、 $N=5+200^\circ\text{C}$ 熱処理材 (図 9(b)) では水素脆化破面と共にディンプルが観察できた。 $N=5$ 材を 200°C で焼鈍すると、図 5 で示したように、サブミクロン結晶粒組織を維持したまま転位密度が減少することから、HPT 加工した極低炭素鋼の水素脆化は低転位密度化により抑制できることが分かった。

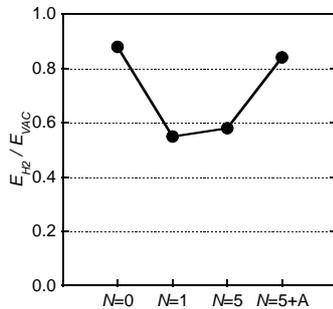


図8 $N=0$ (無加工) $5, 5+A$ (200°C 熱処理) 材における E 比 ($E_{\text{H}_2}/E_{\text{VAC}}$) .

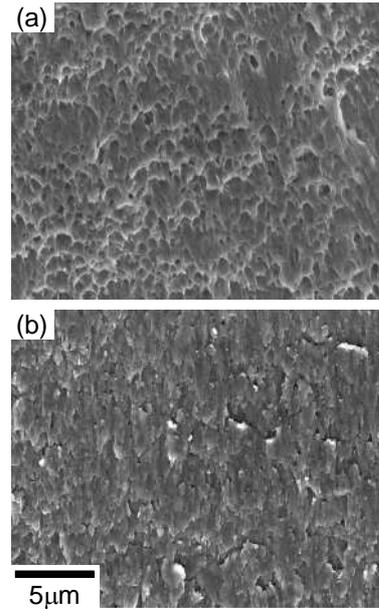


図9 (a) $N=5$ 材, (b) $N=5+200^\circ\text{C}$ 熱処理材の水素雰囲気における SP 試験後の破面.

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 13 件)

- ① Y. Todaka, K. Morisako, M. Kumagai, Y. Matsumoto, M. Umamoto, Hydrogen embrittlement of submicrocrystalline ultra-low carbon steel produced by high-pressure torsion straining, Advanced Materials Research, 査読有, Vols. 89-91, 2010, pp. 763-768.
- ② 戸高義一, 川畑雄士, Jinguo Li, 田中修二, 小栗和幸, 鈴木正, 梅本実, 土谷浩一, マルテンサイト鋼の高速ドリル加工によるドリル穴表層における超微細結晶粒組織形成とその力学特性, 鉄と鋼, 査読有, 96 巻, 2010, pp. 21-28.
- ③ Y. Todaka, H. Nagai, Y. Takubo, M. Yoshii, M. Kumagai, M. Umamoto, Tensile and fatigue properties of sub-microcrystalline ultra-low carbon steel produced by HPT-straining, International Journal of Materials Research, 査読有, Vol. 100, 2009, pp. 775-779.
- ④ Y. Todaka, M. Yoshii, M. Umamoto, C. Wang, K. Tsuchiya, Tensile property of submicrocrystalline pure Fe produced by HPT-straining, Materials Science Forum, 査読有, Vols. 584-586, 2008, pp. 597-602.

[学会発表] (計 36 件)

- ① Y. Todaka, K. Morisako, M. Kumagai, Y. Matsumoto, M. Umemoto, Hydrogen embrittlement of submicrocrystalline ultra-low carbon steel produced by high-pressure torsion straining, The 2nd International Symposium on Steel Science (IS³-2009), 2009, Oct. 21-24, Japan, Kyoto.
- ② Y. Todaka, H. Nagai, Y. Takubo, M. Yoshii, M. Kumagai, M. Umemoto, Mechanical properties of submicrocrystalline IF steel produced by HPT-straining, International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials (THE RMEC' 2009) 【INVITED】, 2009, Aug. 25-29, Germany, Dresden.
- ③ 戸高義一, 梅本実, 大西由城, 東宏昭, 入江建州, 足立望, 上路林太郎, 高压下巨大ひずみ加工による圧力誘起相変態を利用した材質制御, 日本金属学会 公募シンポジウムテーマ【基調講演】, 2009年9月15-17日, 京都大学.
- ④ Y. Todaka, H. Nagai, M. Umemoto, M. Yoshii, M. Kumagai, Fatigue property of submicron-grained ultralowcarbon steel produced by HPT straining, 11th International Symposium on Physics of Materials (ISPMA11), 2008, Aug. 24-28, Prague, Czech Republic.
- ⑤ Y. Todaka, Y. Miki, M. Umemoto, C. Wang, K. Tsuchiya, Tensile property of submicrocrystalline pure Fe produced by HPT-straining, The 4th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD4), 2008, Aug. 18-22, Goslar, Germany.

[図書] (計 1 件)

- ① 森永正彦, 古原忠, 戸田裕之 編, 共立出版, 金属材料の加工と組織, 2010, 総ページ数 232 頁 (pp. 132-140).

[その他]

ホームページ等

<http://martens.me.tut.ac.jp/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

戸高 義一 (TODAKA YOSHIKAZU)

豊橋技術科学大学・工学部・准教授

研究者番号 : 70378256

(2) 研究分担者

()

研究者番号 :

(3) 連携研究者

()

研究者番号 :