

科学研究費助成事業（学術研究助成基金助成金）研究成果報告書

平成25年 6月 5日現在

機関番号：13904

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2011～2012

課題番号：23656460

研究課題名（和文） 巨大ひずみ加工により導入した高密度格子欠陥を利用した低温固相接合の提案

研究課題名（英文） Solid-Phase Bonding at Low Temperature in Metals with Ultrahigh Density Lattice Defects Formed by Severe Plastic Deformation

研究代表者

戸高 義一 (TODAKA YOSHIKAZU)

豊橋技術科学大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号：50345956

研究成果の概要（和文）： 巨大ひずみ加工の一つである HPT 加工で導入する高密度な格子欠陥を利用して、素材の力学特性を損なわない低温接合の可能性を検証した。HPT 加工した純 Fe の引張強度 TS は 1.4 GPa であり、300°C で熱処理後においても TS 1.0 GPa の高強度を示した。300°C にて接合を行なったところ、HPT 材／無加工材の組合せでは接合されなかったが、HPT 材／HPT 材の組合せでは、接合強度は十分ではないものの、接合が開始されることが分かった。

研究成果の概要（英文）： Solid-phase bonding at low temperature was carried out in pure Fe with ultrahigh density lattice defects formed by HPT (high-pressure torsion) - straining which is one of severe plastic deformation processes. The tensile strength, TS , in the HPT-processed (HPTed) Fe was TS 1.4 GPa, and also kept the high strength of TS 1.0 GPa after annealing at 300 °C. The solid-phase bonding of the HPTed Fe and the HPTed Fe specimens occurred slightly at 300 °C. On the other hand, the HPTed Fe and the non-HPTed Fe specimens could not be bonded at 300 °C.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
交付決定額	3,000,000	900,000	3,900,000

研究分野： 工学

科研費の分科・細目： 材料工学／材料加工・処理

キーワード： 接合・溶接，ナノ組織，格子欠陥，巨大ひずみ加工

1. 研究開始当初の背景

金属材料の高強度化は、一般に、元素添加および組織制御により達成される。そのため、素材作製時の温度や加工の履歴がその特性を決める。しかしながら、温度・加工を制御して作られた優れた力学特性を有する素材も、実際に部品・部材として使われる際に熔融溶接されるため、その特性を十分に発揮できていない。つまり、熔融溶接されるために素材作製時の温度や加工の制御がキャンセルされ、部品・部材の特性が熔融溶接部の特性に律速されることになる。

具体例として、自動車用鋼に使用される高

張力鋼が挙げられる。鉄鋼材料は、炭素量と相変態による組織制御により、強度や延性を比較的容易に制御できる。しかしながら、自動車部品における接合では熔融溶接の一種であるスポット溶接が使われるため、素材作製時の相変態による組織制御が十分に活かされない。また、種々の炭素量の高張力鋼を接合すると、高強度になるにつれ、溶接部の延性が低下することが知られている。つまり、軽量化等の観点から自動車における高張力鋼の適用が望まれているにも関わらず、スポット溶接による延性低下が原因で高張力鋼の使用が制限されている。

それを改善する方法として、英国 TWI (The Welding Institute, 接合・溶接研究所) が開発した固相接合法である FSW (Friction Stir Welding, 摩擦攪拌接合) が注目されている。この方法は接合部を固相状態で攪拌して組織微細化すると同時に接合できるため、接合部を素材よりも強化できる。しかしながら、装置が大掛かりであり、適用箇所も制限される。また、鉄鋼材料への適用は、攪拌工具の強度不足等の観点から十分に進んでいない。

2. 研究の目的

巨大ひずみ加工で導入する高密度な格子欠陥を利用して、素材の力学特性を損なわない、低温での固相拡散接合 または 固相反応接合の可能性を検証する。

3. 研究の方法

固相拡散接合には、代表的な構造材料の一つである純 Fe (Fe - 11 mass ppm C) を主に供試材として用いた。また、純 Fe に比べて融点の低い純 Cu (99.99 mass % Cu) についても実施した。固相反応接合は、純 Fe と純 Al (99.99 mass % Al) の接合を試みた。

高密度格子欠陥の導入のために、形状不変巨大ひずみ加工の一つである HPT (High-Pressure Torsion) 加工を行なった。HPT 加工は、高圧縮応力 (5GPa) 下で円板状試料 (直径 20mm, 厚さ 0.85mm) にねじり加工 (回転速度 0.2rpm) する方法である。

接合実験は、図 1 に示すように、機械研磨後の HPT 材を半円板状 (図 1(a)) にしてネジ止め (図 1(b)) し、種々の温度で接合を行なった。接合後の試料から、図 1(c) に点線で示した引張試験片を切り出し、接合強度を評価した。

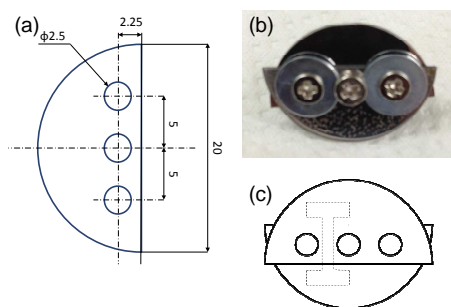


図 1 接合実験に用いた試料の (a) 形状 (単位: mm) と (b) 外観、および、(c) 接合強度の評価に用いた引張試験片形状・切り出し位置。

4. 研究成果

(1) HPT 加工 (ねじり回数 N : 10 回転) ・熱処理 (各温度で 1h 保持, 真空雰囲気) した純 Fe の SEM-EBSD 観察の結果を図 2 に示す。また、各試料における組織因子を表 1 に示す。HPT 加工により、結晶粒径 200nm 程度のサブミクロン結晶粒バルク材料を作製できることが分かった。HPT 材では、転位密度が 10^{15}m^{-2} (X 線回折) と高く、高密度に格子欠陥が導入されていることが分かった。種々の熱処理により、結晶粒界とみなすことのできる結晶方位差 15° 以上の高角粒界の割合が増加し、一方で結晶粒内の方位差を示す局所方位差が減少した。種々の組織因子の変化から 200°C 程度の低温熱処理 ($T_a/T_M = 0.26$: T_a : 熱処理温度 [K], T_M : 融点 [K]) においても、格子欠陥の回復 (消滅) が生じ、結晶粒径も増加 (結晶粒成長) していることが分かった。

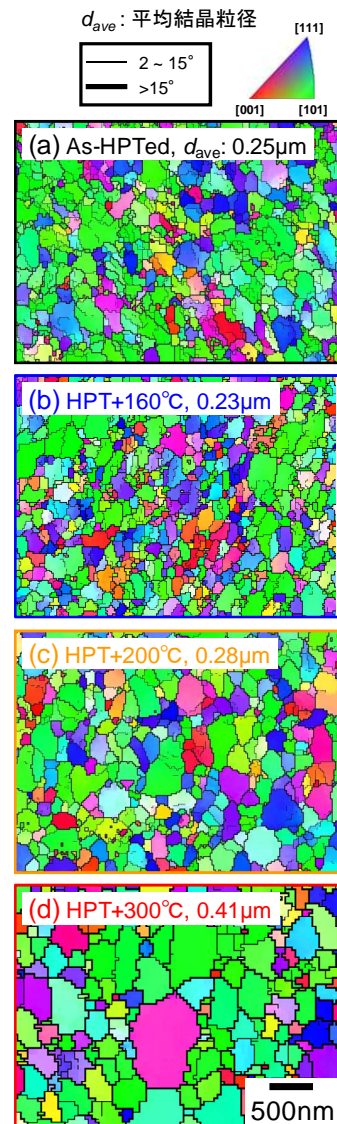


図 2 HPT 加工 (ねじり回数 N : 10 回転) ・熱処理 (各温度で 1h 保持, 真空雰囲気) した純 Fe の SEM-EBSD 観察の結果。

表 1 HPT 加工 (N : 10 回転)・熱処理 (各温度で 1h 保持) した純 Fe の組織因子.

	結晶粒径 [mm]	高角粒界割合 [%]	局所方位差 [deg]	転位密度 [m^{-2}]
(a) As-HPTed	0.25	71	1.92	3.9×10^{15}
(b) HPT+160°C	0.23	74	2.03	1.3×10^{15}
(c) HPT+200°C	0.28	80	1.58	8.1×10^{14}
(d) HPT+300°C	0.41	85	1.58	9.3×10^{14}

(2) 各試料におけるビッカース硬さの分布を図 3 に、また、引張試験の結果を図 4 に示す。HPT 加工による高密度格子欠陥の導入に伴い、ビッカース硬さ HV 3.5GPa, 引張強度 TS 1.4GPa の高硬度・高強度を示した。引張試験において、熱処理により、明瞭な降伏現象が生じることが分かった。200°C 熱処理材 (図 3, 4 (c)) では、図 2, 表 1 に示したように、転位密度の低下と結晶粒成長が認められたことから硬さ・引張強度の低下が予想されたが、HPT 材 (図 3, 4 (a)) に比べて僅かに増加した。これは、引張試験における降伏現象の発現から、格子欠陥の消滅・再配列に伴う強化に起因するものと考えられる。300°C での熱処理後においても TS 1.0 GPa の高い引張強度を示した (図 4(d))。

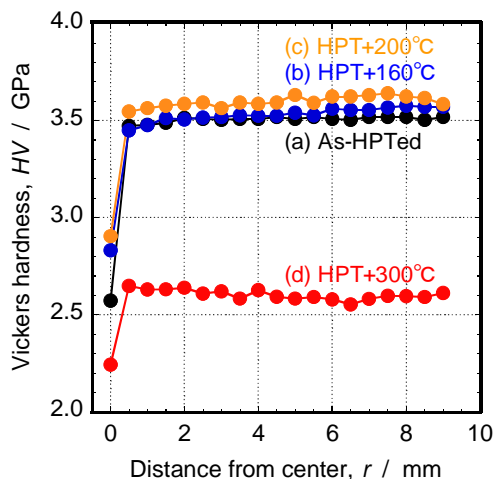


図 3 HPT 加工 (N : 10 回転)・熱処理 (各温度で 1h 保持) した純 Fe のビッカース硬さ分布. 横軸: HPT 加工した円板の中心からの距離.

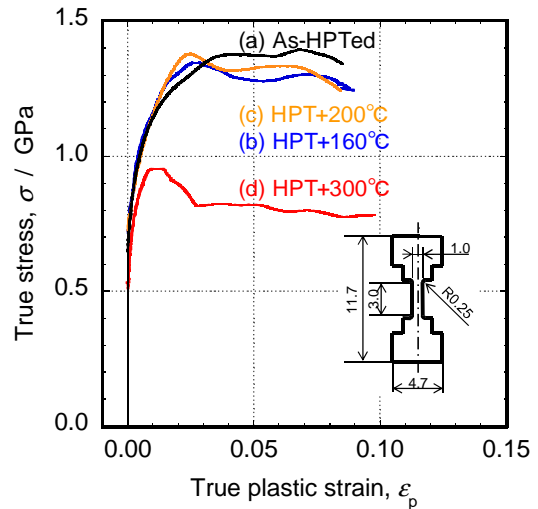


図 4 HPT 加工 (N : 10 回転)・熱処理 (各温度で 1h 保持) した純 Fe の引張特性. 挿入図は引張試験片形状 (単位: mm) を示す. 塑性変形量および断面積は CCD カメラにて測定した.

(3) 純 Fe における固相拡散接合実験を、高強度を維持し、且つ、接合に必要な拡散 (結晶粒成長) が生じた 300°C 以上にて実施した。その結果を表 2 に示す。300°C で接合を行なったところ、HPT 材/無加工材 (1000°C で均質化熱処理した試料) および無加工材/無加工材の組合せでは接合されなかったが、HPT 材/HPT 材の組合せでは、接合強度は十分ではないものの、接合が開始されることが分かった。(200°C の熱処理では接合は認められなかった)。図 5 に、400°C で固相拡散接合した HPT 材/無加工材の接合強度の評価結果を示す。無加工材部分にて破断し、良好な接合強度を有することが分かった。

HPT 材/HPT 材の組合せで 300°C の低温接合 ($T_a/T_m = 0.32$) ができた理由として、HPT 材では高密度格子欠陥の導入により自己拡散の活性化エネルギーが 2/3 程度に低下したことが影響していると考えられる。一方で、無加工材においては 300°C で十分な拡散 (粒界移動) が生じないためであると考えられる。純 Cu においても固相拡散接合実験を実施し、同様の結果が得られた。また、固相反応接合実験を純 Fe (HPT 材) / 純 Al の組合せにて 300°C で試みたが、純 Al 表層に形成する酸化膜の影響により、接合できなかった。

表 2 HPT 加工 ($N: 10$ 回転) した純 Fe の固相拡散接合実験の結果. ○: 接合良好, △: 接合したが接合強度不十分, ×: 接合不良, —: 未実施.

接合試料の 組合せ 接合温度	無加工材 & 無加工材	HPT材 & 無加工材	HPT材 & HPT材
300°C	×	×	△
400°C	○	○	○
500°C	—	○	—

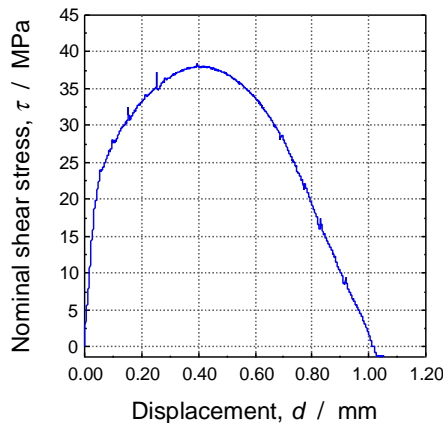


図 5 純 Fe において 400°C で固相拡散接合した HPT 材/無加工材の接合強度の評価結果. 縦軸: 接合面積で引張荷重を除いてせん断応力に換算した値.

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)

[学会発表] (計 6 件)

- ① 戸高義一: 巨大ひずみ加工した高密度格子欠陥鉄鋼材料の水素脆化挙動, 日本鉄鋼協会 材料の組織と特性部会 シンポジウム 『革新的水素侵入抑制表面の構築に向けて』, 2013 年 3 月 27 日, 東京電機大学 (招待講演).
- ② Y. Todaka, K. Morisako, A. Otsuka, R. Ueji, T. Omura, K. Kobayashi, M. Umemoto: Tensile Property of

Hydrogen-Charged Submicrocrystalline Ultra-Low Carbon Steel Produced by High-Pressure Torsion - Straining, The 5th International Symposium on Designing, Processing and Properties of Advanced Engineering Materials (ISAEM-2012), 2012. Nov. 5-8, Japan, Toyohashi.

- ③ 戸高義一, 橋本元仙, 富永尚吾, 梅本実: 高密度格子欠陥を有するサブミクロン結晶粒極低炭素鋼の加工硬化挙動, 日本金属学会 第 151 回秋期講演大会, 2012 年 9 月 17-19 日, 愛媛大学.
- ④ 富永尚吾, 戸高義一: 熱処理によるサブミクロン結晶粒極低炭素鋼の引張特性変化, 日本金属学会・日本鉄鋼協会東海支部主催 第 21 回学生による材料フォーラム, 2011 年 12 月 1 日, 名古屋工業大学.
- ⑤ 橋本元仙, 戸高義一, 森迫和宣, 寄本真久, 大塚晃生, 梅本実: HPT 加工により高密度格子欠陥を導入した極低炭素鋼の加工硬化挙動, 日本鉄鋼協会 第 162 回秋季講演大会, 2011 年 9 月 20-22 日, 大阪大学.
- ⑥ 寄本真久, 戸高義一, 橋本元仙, 森迫和宣, 大塚晃生, 梅本実: HPT 加工による極低炭素鋼の組織変化, 日本鉄鋼協会 第 162 回秋季講演大会, 2011 年 9 月 20-22 日, 大阪大学.

[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・大学院工学研究科・
准教授
研究者番号: 50345956

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

なし