

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 13 日現在

機関番号：14301

研究種目：基盤研究(A)

研究期間：2012～2014

課題番号：24246114

研究課題名(和文)金属材料における強度と延性の両立への挑戦

研究課題名(英文)Challenge to Managing Both Strength and Ductility in Metallic Materials

研究代表者

辻 伸泰 (TSUJI, Nobuhiro)

京都大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：30263213

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 36,500,000円

研究成果の概要(和文)：金属材料において高強度と十分な延性を獲得するための材料組織制御法に関し、重要な基礎的知見が得られた。多くの場合、材料の延性は塑性不安定により規定されるため、材料の加工硬化能を向上させることが第一に重要である。「微細粒子分散組織」は、特に非鉄合金において強度と延性を両立するために有益な組織であるが、析出強化は第一義的に降伏応力を大きく向上させるため、加工硬化能に限りがあるという問題点も明らかとなった。硬質相と軟質相からなる「二相分散組織」は、加工硬化を向上させ、強度と延性を両立させるために最も有力な組織である。「バイモーダル組織」では、過去に論文で示されている顕著な加工硬化は得られなかった。

研究成果の概要(英文)：Important and fundamental results were acquired for managing both high strength and large ductility in metallic materials. In most cases, the tensile ductility of metals is determined by plastic instability, so that enhancing strain-hardening ability is primarily important. The structures dispersing fine precipitates and particles are effective to manage strength and ductility especially in non-ferrous metals having no phase transformation of matrix. However, the enhancement of strain-hardening by this method is limited, since precipitation hardening firstly increases yield strength. It has been found that dual phase microstructures composed of hard phase and soft phase are quite important for managing both strength and ductility. So-called bi-modal structures did not enhance the strain-hardening capability of the material.

研究分野：金属材料学、材料強度学、材料組織学

キーワード：金属材料 組織制御 強度 延性 韌性 結晶粒 粒界 塑性不安定

1. 研究開始当初の背景

金属は、十分な強度を持ちつつ、展延性と靱性に富むという点に大きな特徴がある。この特徴を生かし、多くの金属・合金は、重量を支えたりものの形を保つといった機能を主たる目的とした、いわゆる構造材料として用いられている。一方、金属材料の強度と延性という2種類の力学特性は、片方を高めようとするともう一方が犠牲になるトレードオフの関係にあることがよく知られている。従来、構造用金属材料の力学特性の向上を目的とした研究の多くは強度と延性の両立を目指してきたが、それを実現するための理論や方策を具体的には持ち合わせていなかった。すなわち、経験知に基づく材料開発の結果、時には強度-延性バランスがよいものがたまたま得られる場合がある、といった程度状況であった。

一方、研究代表者は、平均結晶粒径 $1\ \mu\text{m}$ 以下の超微細結晶粒金属材料 (ultrafine grained (UFG) materials) の研究に携わり、強度と延性の両立を可能とする指導原理の一端をつかんだ。超微細粒金属は、例えば従来粒径材の4倍にも達する高強度を示すが、一方で多くの場合引張延性、特に均一伸び (uniform elongation) に乏しい。研究代表者は、超微細粒材料における均一伸びの低下は、塑性不安定現象の早期発現によるものであることを明らかにした。塑性不安定条件は、例えばひずみ速度依存性のない材料の場合、 $\sigma \geq (d\sigma/d\varepsilon)$ (1) と表すことができる。この理解に基づけば、粒内の加工硬化率 ($d\sigma/d\varepsilon$) を増加させてやれば、十分な均一伸びを得られることが予想されるのである。

2. 研究の目的

本研究では、上記の理解に基づく強度と均一伸びの両立を、鉄系及び非鉄系合金の「微細粒子分散組織」「二相混合組織」「バイモーダル組織」という3種類の組織において、超微細粒に限るのではなく、幅広いマトリクス粒径で系統的に明らかにし、強度・伸び両立のための指導原理を獲得することを目的とする。

3. 研究の方法

研究代表者がこれまでに得てきたプロセス技術を用い、数百 nm から数百 μm の範囲の種々のマトリクス平均粒径を有する(1)微細粒子分散組織、(2)二相混合組織、(3)バイモーダル組織を、鉄系および非鉄系合金において作製した。得られた試料の力学特性を、三次元試験片外形測定システムおよび光学的全視野ひずみ測定法といった解析手法を併用した精密引張試験により明らかにした。定量的組織パラメーターと機械的性質の相関関係を明らかにして、強度と均一伸び、あるいは強度と局部伸びを両立させることのできる材料組織を考察した。

4. 研究成果

3年間の研究により、当初の計画通りの研究が遂行され、金属材料における強度と延性の両立のための有益な知見が得られた。「微細粒子分散組織」は、マトリクスの相変態が生じない Al 合金や Cu 合金などにおいて強度と延性を両立するために有益な組織であることが示されたが、析出強化は第一義的に降伏応力を大きく向上させるため、加工硬化能に限りがあるという問題点も明らかとなった。硬質相と軟質相からなる「二相分散組織」は、加工硬化を向上させ、強度と延性を両立させるために最も有力な組織であることが明らかとなった。Nature 論文により注目された「バイモーダル組織」は、延性の増大に一定の硬化があることが確かめられたが、上記論文で報告されているような大きな加工硬化は得られなかった。また、これら以外に、幾つかの合金において完全再結晶超微細粒組織を得ることに成功し、これらはいずれも大変優れた強度と延性を示した。この結果は、当初期待以上の画期的な成果であると言える。以下では、「二相分散組織」の成果の一つについて詳しく報告する。

軟質なフェライト相と硬質なマルテンサイト相から構成される二相(Dual Phase)鋼は、優れた強度・延性バランスを示す。その機械的性質は組織に強く依存するとされており、例えば、マルテンサイト体積率によって強度の変化を説明できるとの報告が多い。同様にマルテンサイト相の分布や形態も機械的性質に強い影響を及ぼすと予測されるが、それについて系統的に調べられた研究は少ない。本研究では、体積率と分布形態を系統的に変化させたマルテンサイト相を有する DP 組織を異なる熱処理を用いて作製し、それらに対して引張試験、局所変形解析を行うことで、マルテンサイト相の分布状態、体積率が DP 鋼の巨視的な変形挙動に与える影響を微視的な変形挙動の観点から解明することを試みた。

試料は低炭素鋼(0.087C)を用いた。950°Cで均質化処理後、空冷した試料を室温から昇温し、二相域温度にて30分保持し、水冷することでフェライト粒界上にマルテンサイトが網目状に分布したネットワーク組織(Fig.1(a))を作製した。一方、オーステナイト単相域の温度から冷却し、二相域温度にて30分保持し、水冷することでマルテンサイト相が島状に孤立して分布した孤立組織(Fig.1(b))を作製した。Figure 1は二種類の組織のSEM像であるが、図中の黒色の領域がフェライト、白色の領域がマルテンサイトに対応している。また、各熱処理において二相域温度を変化させ、種々のマルテンサイト体積率を有する試料を作製した。作製したそれぞれの組織材に対して引張試験(室温、ひずみ速度 $8.3 \times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$)を実施し、巨視的な変形挙動を調査し

た。また、マルテンサイト体積率が 28%、64% のネットワーク組織材と孤立組織材に対し、画像相関法を用いて局所変形解析を行った。

Figure 2 は引張試験で得られた引張強さを全伸びに対してプロットした図である。図より、同じ引張強さに対する全伸びは、ネットワーク組織材の方が大きく、孤立組織材よりもネットワーク組織材の方が強度・延性バランスに優れていることがわかる。マルテンサイト体積率が 28%、64% の両組織材の局所変形解析を実施した結果、全ての組織においてフェライト相にひずみが集中する傾向、引張ひずみの増加に伴い、フェライト相とマルテンサイト相の担う平均ひずみ量の差が大きくなる傾向がみられた。また、どちらの体積率においても、孤立組織材の方がネットワーク組織材に比べ、フェライト相がより大きな変形を担っている傾向が観察された。このことは、ネットワーク組織材のマルテンサイト相が、孤立組織材より微細に分散している事が原因と考えられる。以上のことから、マルテンサイト相が微細に分散している組織の方が、変形時に各相に導入されるひずみ量の分配の偏りが小さくなる事で、高い加工硬化率が維持され、その結果強度・延性バランスが向上する事が示唆された。

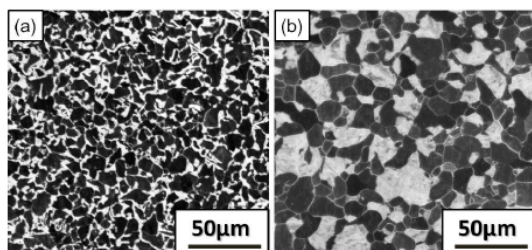


Fig.1 SEM images of the dual phase steels having (a) network martensite and (b) isolated martensite.

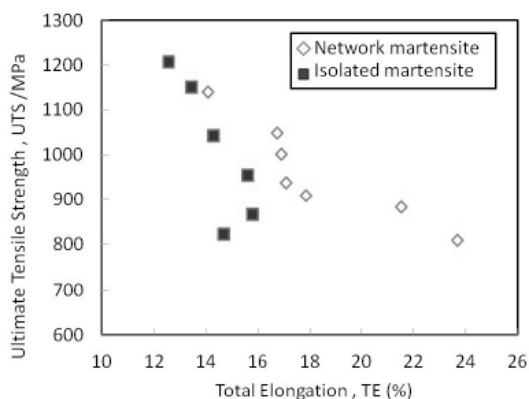


Fig.2 Relationship between UTS and TE of the specimens having various volume fractions of martensite phase.

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 16 件)

- ① Dmitry Orlov, Yoshikazu Todaka, Minoru Umemoto, Yan Beygelzimer and Nobuhiro Tsuji, “Comparative Analysis of Plastic Flow and Grain Refinement in Pure Aluminum Subjected to Simple Shear-Based Severe Plastic Deformation Processing”: Mater. Trans. Vol.53, No.1 (2012), pp.17-25. DOI: 10.2320/matertrans.MD201113
- ② Ken-ichi Hanazaki, Jun-ichiro Tokutomi, Jun Yanagimoto and Nobuhiro Tsuji, “Significant change in mechanical properties of deep drawn ultrafine grained copper wire by additional deformation”: Mater. Sci. Eng. A, Vol.534 (2012), pp.720-723. DOI: 10.1016/j.msea.2011.12.030
- ③ Nokeun Park, Akinobu Shibata, Daisuke Terada and Nobuhiro Tsuji, “Flow Stress Analysis for Determining Critical Condition of Dynamic Ferrite Transformation in 6Ni-0.1C Steel”: Acta Mater., Vol.61, Issue 1 (2013), pp.163-173. DOI: 10.1016/j.actamat.2012.09.043
- ④ Meichuan Chen, Daisuke Terada, Akinobu Shibata and Nobuhiro Tsuji, “Identical Area Observations of Deformation-Induced Martensitic Transformation in SUS304 Austenitic Stainless Steel”: Mater. Trans., Vol.54, No.3 (2013), pp.308-313. DOI: 10.2320/matertrans.MBW201212
- ⑤ Rajib Saha, Rintaro Ueji and Nobuhiro Tsuji, “Fully Recrystallized Nanostructure Fabricated without Severe Plastic Deformation in High-Mn Austenitic Steel”: Scripta Mater., Vol.68, Issue 10 (2013), pp.813-816. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2013.01.038
- ⑥ Rajib Saha, Rintaro Ueji and Nobuhiro Tsuji, “Nanocrystalline Twinning Induced Plasticity Steel with Superior Mechanical Properties Fabricated by Cold Rolling and Annealing”: Mater. Sci. Forum, Vol.753 (2013) pp.518-521. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.753.518
- ⑦ Si Gao, Akinobu Shibata, Meichuan Chen, Nokeun Park and Nobuhiro Tsuji, “Correlation between Continuous/Discontinuous Yielding and Hall-Petch Slope in High Purity Iron”: Mater. Trans., Vol.55, No.1 (2014), pp.69-72. DOI: 10.2320/matertrans.MA201326
- ⑧ Si Gao, Meichuan Chen, Shuai Chen, Naoya Kamikawa, Akinobu Shibata and Nobuhiro Tsuji, “Yielding Behavior and Its

- Effect on Uniform Elongation of IF Steel”: Mater. Trans., Vol.55, No.1 (2014), pp.73-77. DOI: 10.2320/matertrans.MA201317
- ⑨ Yoshitaka Okitsu and Nobuhiro Tsuji, “Effect of Ferrite Grain Size on Dynamic Tensile Properties of Ultrafine Grained Low Carbon Steels with Various Microstructures”: Mater. Trans., Vol.55, No.1 (2014), pp.78-84. DOI: 10.2320/matertrans.MA201323
- ⑩ K.Nakagawa, N.Tsuji, D.Terada, T.Nakano, K.Nizam and T.Kanadani, “Aging Behavior of Ultra-Fine Grained Al-0.5%Si-0.5%Ge Alloy Fabricated by ARB Process”: Mater. Trans., Vol.55, No.2 (2014), pp.249-254. DOI: 10.2320/matertrans.L-M2013842
- ⑪ Shuai Chen, Akinobu Shibata, Si Gao and Nobuhiro Tsuji, “Formation of Fully Annealed Nanocrystalline Austenite in Fe-Ni-C Alloy”: Mater. Trans., Vol.55, No.1 (2014), pp.223-226. DOI: 10.2320/matertrans.M2013324
- ⑫ Daisuke Terada, Yan Zeng and Nobuhiro Tsuji, “Improvement of mechanical properties by two-step aging in ultrafine grained Al-Ag-Sc alloy”: Materials Science Forum Vols. 794-796 (2014) pp 857-863. DOI:10.4028/www.scientific.net/MSF.794-796.857
- ⑬ Tadashige Nagae, Nobuhiro Tsuji and Daisuke Terada, “Mechanical properties and aging behavior of ultrafine grained Al-Ag alloy fabricated by accumulative roll-bonding”: Materials Science Forum Vols. 794-796 (2014) pp 851-856. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.794-796.851
- ⑭ Y.Z. Tian, L.J. Zhao, S. Chen, D. Terada, A. Shibata, N. Tsuji, “Optimizing strength and ductility in Cu-Al alloy with recrystallized nanostructures formed by simple cold rolling and annealing”: J. Mater. Sci., (2014), Vol.49 (2014), pp.6629-6639. DOI: 10.1007/s10853-014-8299-8
- ⑮ Si Gao, Meichuan Chen, Mohit Joshi, Akinobu Shibata, Nobuhiro Tsuji, “Yielding Behavior and Its Effect on Uniform Elongation in IF Steel with Various Grain Sizes”: J. Mater. Sci., (2014), Vol.49 (2014), pp. 6536-6542. DOI: 10.1007/s10853-014-8233-0
- ⑯ Yanzhong Tian, Yu Bai, Meichuan Chen, Akinobu Shibata, Daisuke Terada and Nobuhiro Tsuji, “Enhanced strength and ductility in Fe-22Mn-0.6C austenitic steel with fully recrystallized nanostructure”: Metall Mater. Trans. A, Vol.45, Issue 12 (2014), pp.5300-5304. DOI: 10.1007/s11661-014-2552-2
- [学会発表] (計 15 件)
- ① N.Tsuji, "Fundamental Understanding on Unique Mechanical Properties of Bulk Nanostructured Metals", International Workshop on Bulk Nanostructured Metals, Kyoto, Japan, 2012.6.26-29. (招待講演)
- ② N.Tsuji, "Unique Yielding Behaviors of Ultrafine Grained Metals", International Conference on Strength of Materials 16 (ICSMA16), Bengaluru, India, 2012.8.19-24. (招待講演)
- ③ N.Tsuji, "Possibilities to Manage Both High Strength and Good Ductility in Nanostructured Metals", The 33rd Risø International Symposium on Materials Science, "Nanometals - Status and Perspective", Roskilde, Denmark, 2012.9.4-8. (招待講演)
- ④ N.Tsuji, "Fabrication of Bulk Nanostructured Metals by Severe Plastic Deformation or by Processes without Severe Plastic Deformation", The 15th International Conference on Advances in Materials & Processing Technologies (AMPT 2012), Wollongong, Australia, 2012.9.23-26. (招待講演)
- ⑤ N.Tsuji, "Mechanical Properties of Bulk Nanostructured Metals: towards Managing Both Strength and Ductility", The 2012 International Workshop on Advanced Structural Metals, Chongqing, China, 2012.11.13-14. (招待講演)
- ⑥ N.Tsuji, D.Terada, A.Shibata and N.Park, "Possibilities of Nanostructured Steels", The 5th Baosteel Academic Conference, Shanghai, China, 2013.6.4-6. (招待講演)
- ⑦ N.Tsuji, S.Gao, D.Terada and N.Kamikawa, "Peculiar Hall-Petch Relationship in Nanostructured Metals", Int. Symp. on Strength of Fine Grained Materials -60 Years Anniversary of Hall-Petch Relationship", Tokyo, Japan, 2013.6.16-18. (招待講演)
- ⑧ 吉野公太、寺田大将、花崎健一、堀田善治、辻 伸泰、"ECAPと焼鈍により作成された超微細結晶流アルミニウムが示す巨大バウシガー効果"、日本金属学会秋期講演大会、金沢大学、2013.9.17-19.
- ⑨ 寺田大将、柴田航佑、辻 伸泰、「超微細粒純チタンが示す特異な力学特性」、第 57 回日本学術会議材料工学連合講演大会、京都、2013.11.25-26. (招待講演)
- ⑩ Y.Tian, D.Terada, A.Shibata and N.Tsuji, "Optimizing Strength and Ductility in Cu-Al Alloy with Fine and Homogeneous Recrystallized Structure by Simple Cold Rolling and Annealing", TMS Annual Meeting 2014, San Diego, U.S.A., 2014.2.16-20.

- ⑪ N.Tsuji, "Digital Image Correlation (DIC) Analysis of Ferrite + Martensite Dual Phase Steel Having Different Phase Distributions", International Workshop on Materials Behavior at the Micr- and Nano- Scale, Xi'an, China, 2014.6.23-25. (招待講演)
- ⑫ Mohit Joshi, Yuko Fukuta, Si Gao, Daisuke Terada and Nobuhiro Tsuji, "Fabrication of Fine Grains and Their Mechanical Property in HPT Processed Pure Magnesium", The 6th Int. Conf. on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, Metz, France, 2014.6.29-7.4.
- ⑬ H.Li, D.Terada and N.Tsuji, "Influence of Hardness of Martensite on Mechanical Properties of Ferrite and Martensite Dual Phase Steel", Int. Conf. on Martensitic Transformation (ICOMAT 2014), Bilbao, Spain, 2014.7.6-11.
- ⑭ Y.Z.Tian, S.Chen, L.J.Zhao, D.Terada, A.Shibata and N.Tsuji, "Strain Hardening Behavior of Cu-Al Alloy with a Low Stacking Fault Energy", The 35th Riso Int. Symp. on Mater. Science, "New Frontiers of Nanometals", Roskilde, Denmark, 2014.9.1-5.
- ⑮ N.Tsuji, "Activating different deformation mechanisms for managing both high strength and large ductility in nanostructure metals", The 3rd Int. Workshop of ESISM, Kyoto, Japan, 2015.1.28. (招待講演)

〔図書〕 (計 0 件)

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 0 件)

名称：
 発明者：
 権利者：
 種類：
 番号：
 出願年月日：
 国内外の別：

○取得状況 (計 0 件)

名称：
 発明者：
 権利者：
 種類：
 番号：
 出願年月日：
 取得年月日：
 国内外の別：

〔その他〕

ホームページ等

6. 研究組織

(1)研究代表者

辻 伸泰 (TSUJI, Nobuhiro)

京都大学・大学院工学研究科・教授
 研究者番号：30263213

(2)研究分担者

寺田大将 (TERADA, Daisuke)
 千葉工業大学・大学院工学研究科・准教授
 研究者番号：80432524

柴田暁伸 (SHIBATA, Akinobu)
 京都大学・大学院工学研究科・准教授
 研究者番号：60451994

(3)連携研究者

なし