

# 強ひずみ加工により作製したナノ・サブミクロン結晶粒バルク IF 鋼の疲労特性

研究代表者 豊橋技術科学大学 准教授 戸高義一

共同研究者 豊橋技術科学大学 教授 梅本実

## 1. 緒言

結晶粒微細化による力学特性向上は、合金元素添加等の方法に比べてその程度が大きく、環境問題や元素戦略の観点からも重要である。強ひずみ加工 (Severe Plastic Deformation: SPD) は、他の結晶粒微細化法と比べて材料の種類への制約が小さく、簡便で、また、近年 HPT[1], ECAP[1,2], ARB[3]等の形状不変加工が開発されたことで比較的大きなナノ・サブミクロン結晶粒バルク材料を作製することが可能となった。それらの加工方法の中で、HPT(High-Pressure Torsion)は低温で著しく大きな歪量・歪勾配を試料に付与することができるため、結晶粒微細化に有利である[4-6]。ナノ・サブミクロン結晶粒バルク材が作製できるようになったことで、その力学特性が明らかになりつつある。その中の興味深い特性の一つに、高強度と高延性の両立が挙げられる。一般的に金属材料は強度が高いと延性は低下する。しかしながら、強ひずみ加工で作製したナノ・サブミクロン結晶粒材料では、通常材では得られない高強度・高延性を示すことが報告されている[7-10]。また、そのような優れた引張特性を有することから、疲労特性の向上も報告されているが[10,11]、未だ十分に調査されていないのが現状である。

本研究では、HPT加工により作製したサブミクロン結晶粒バルク IF 鋼の引張特性と疲労特性を調査した[12]。

## 2. 実験方法

供試材として、IF 鋼 (11C, <30Si, <30Mn, <20P, <3S, <2B, 8N, 14O, 300Al, <20Ti, <30Cr, <30Cu, mass ppm)を純 Ar 雰囲気中で 1000 °C, 3.6 ks の均質化処理を施して用いた。直径 10 mm, 厚さ 0.85 mm の円板を、Fig. 1 に示すように、直径 10 mm, 深さ 0.25 mm の窪みのある 2 つの治具で挟み、圧縮応力 5 GPa, 回転速度 0.2 rpm, 室温の条件で HPT 加工した。

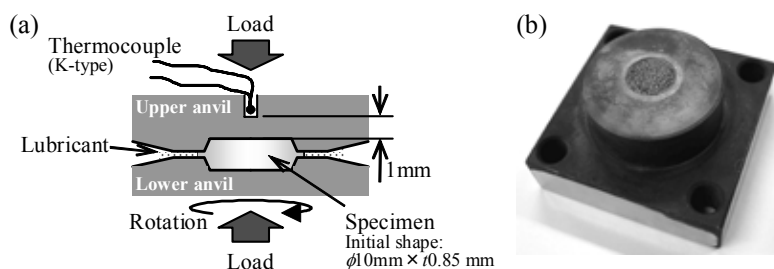


Fig. 1 (a) Schematic illustration of a set up for HPT-straining and (b) overview of anvil.

HPT 加工における相当歪量は次式より求められる。

$$\varepsilon_{eq} = \gamma / \sqrt{3}, \gamma = 2 \pi \cdot N_{HPT} \cdot r / t$$

$\gamma$ : セン断歪,  $N_{HPT}$ : 回転回数,  $r$ : 円板中心からの距離,  $t$ : 試料厚さ(0.6 mm)

円板中心の表面から 1 mm 離れた治具の温度を測定し、試料温度とした。加工発熱により試料温度は上昇するものの、40 °C 程度で飽和した。治具の摩耗を防ぐ目的で、試料まわりの上下の治具接触部に、MoS<sub>2</sub> 潤滑グリースを塗布した。また、試料/治具間のすべりを抑制するため、治具の窪み部表面に凹凸を設けた。加工中にすべりが生じた場合、Fig. 2 に示すように、明らかな試料表面形態の変化が生じる。試料は、加工中上下の治具の間から流れ出るため、厚さは 0.6 mm 程度まで減少した。

比較材として、 $N_{HPT} = 5$  の HPT 加工後 200 °C, 3.6 ks の熱処理を施した試料 ( $N_{HPT} = 5 + A$  材) と、90 % 冷間圧延した試料 (90%CR 材) を用意した。 $N_{HPT} = 5 + A$  材のビッカース硬さは  $N_{HPT} = 5$  材と変わらず  $Hv 3.6$  ks であり、200 °C 以上の温度で熱処理すると著しく軟化した[7]。90%CR 材は、1 パス当たり圧化率 10 ~ 20 % で総圧下率 90 % まで室温で圧延した。

疲労試験における試料表面粗さの影響を調べるため、機械研磨(#4000 エメリー紙)または電解研磨(10 vol% HClO<sub>4</sub> + 90 vol% C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH 溶液)にて最終仕上げした 2 種類の試料を作製した。

加工後の試料について、FESEM-EBSP (JEOL JSM-6500F - OXFORD INCA Crystal, HKL CHANNEL5 software), TEM (HITACHI H-800), 引張・疲労試験 (SHIMADZU EHF-LV020k1), ビッカース硬さ試験 (SHIMADZU HMV-1ADW) を行った。引張試験は、厚さ 0.5 mm のミニチュア試験片 (Fig. 3a) を用いて、初期歪速度  $1 \times 10^3$  s<sup>-1</sup> で行った。歪量  $\varepsilon$  は、試験片肩部の間隔  $L$  (Fig. 3b) を CCD カメラ (KEYENCE CV-200M) で測定した。CCD カメラの分解能は約 2 μm である。疲労試験は、厚さ 0.5 mm のミニチュア試験片 (Fig. 4) を用いて、応力比  $R = 0.1$ , サイン波形, 周波数 20 Hz で部分片振り引張疲労試験を行った。また、疲労試験後の試験片において、破断面から 0.5 mm 離れた領域のビッカース硬さを 0.98 N, 10 s の条件で測定した。

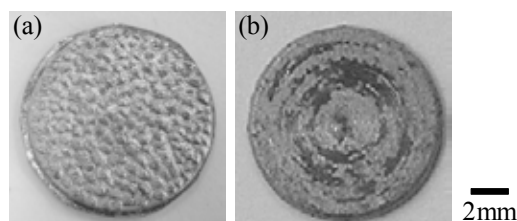


Fig. 2 Surface morphologies of disks (a) without / (b) with slip between disk and anvil during HPT-straining. (a) 1050 Al, HPT condition: 5 GPa, 5 rpm,  $N_{HPT} = 1$ , R.T. and (b) Fe - 3.3 mass%Si steel, 3 GPa, 1 rpm,  $N_{HPT} = 10$ , R.T.

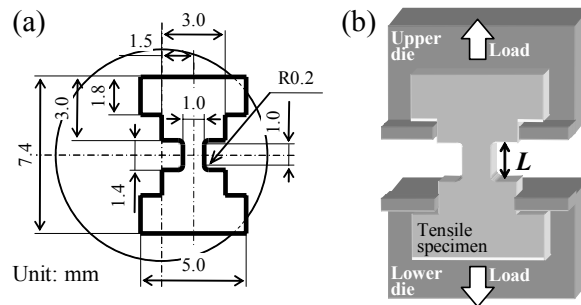


Fig. 3 Schematic illustrations of (a) tensile specimen shape and (b) a set up for tensile test. Miniature tensile specimen was cut from the off-center position of HPT-processed disk.

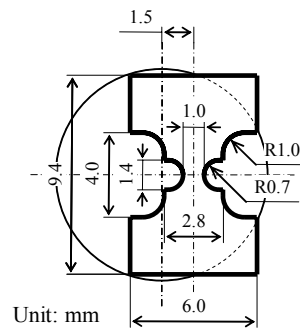


Fig. 4 Schematic illustration of fatigue specimen shape. Miniature fatigue specimen was cut from the off-center position of HPT-processed disk.

### 3. 実験結果および考察

Fig. 5に、 $N_{HPT} = 5$ 材の FESEM-EBSP 解析結果を示す。観察場所は、円板中心から  $r = 1.5\text{mm}$  ( $\epsilon_{eq} = 45$ ) の領域である。結晶方位分布図より、幅 300 nm、長さ 600 nm 程度の伸長粒が形成していることが分かる。また、局所方位差分布より、粒内の転位(幾何学的に必要な転位(GN 転位))の蓄積の程度を知ることができる。Fig. 5 中の結晶粒 A, B は、粒内に方位差が殆どない。このような低転位密度な結晶粒は TEM 観察においても観察された(Fig. 6a)。HPT 加工により連続再結晶が生じたために形成したと考えられる。また、 $N_{HPT} = 5$  材を  $200\text{ }^\circ\text{C}$ 、3.6 ks で熱処理した  $N_{HPT} = 5 + A$  材の TEM 観察結果を Fig. 6b に示す。 $N_{HPT} = 5$  材と比較して転位密度は減少しているが、結晶粒径の大きな変化は認められない。

Fig. 7 に種々の回転回数で HPT 加工した試料の引張特性を示す。回転回数(歪量)の増加に伴って強度が増加し、 $N_{HPT} = 5$  以上の HPT 加工材では、引張強度が 1.9 GPa に達した。引張強度  $TS$  とビッカース硬さ  $H_v$  は概ね  $TS = H_v/3$  の関係が成り立つが、 $N_{HPT} = 5$  材、 $N_{HPT} = 10$  材ではその関係から逸脱する高い引張強度を示す。この理由については未だ明らかになっていない。延性は、 $N_{HPT} = 5$  までの HPT 加工では、強度の増加に伴って従来の加工材と同様に低下した。しかしながら、さらに加工した  $N_{HPT} = 10$  材では、引張強度の低下な

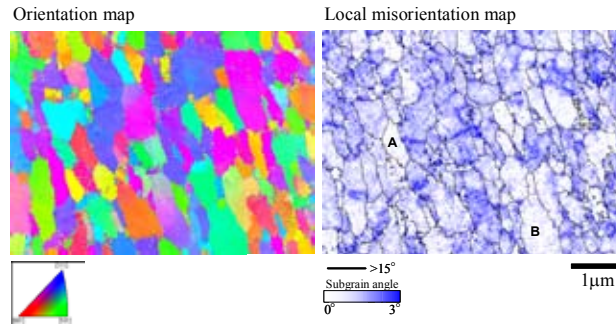


Fig. 5 EBSD maps at the region of  $r = 1.5$  mm after HPT-straining for  $N_{HPT} = 5$  ( $\epsilon_{eq} = 45$ ).

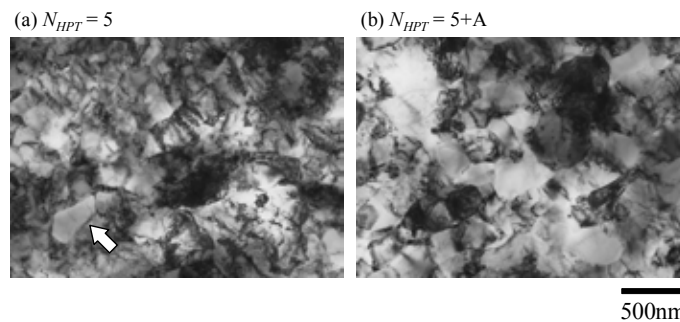


Fig. 6 TEM micrographs at the region of  $r = 3.2$  mm after (a) HPT-straining for  $N_{HPT} = 5$  ( $\epsilon_{eq} = 97$ ) and (b) subsequent annealing at  $200$  °C for 3.6 ks.

く延性が増加した。これは HPT 加工により形成する連続再結晶粒が、応力集中を緩和し、変形を担ったためであると考えられる。熱処理により連続再結晶粒を増加させた  $N_{HPT} = 5+A$  材においても引張強度の低下なく延性の向上が確認できたことから (Fig. 7b)、低転位密度の結晶粒が延性の向上に寄与していることが明らかである。また、転位密度を変化させた  $N_{HPT} = 5$  材,  $N_{HPT} = 10$  材,  $N_{HPT} = 5+A$  材の強度が同程度であったことから、これらの強度は結晶粒微細化に主に起因することが分かる。

$N_{HPT} = 5+A$  材においては降伏現象が認められた (Fig. 7b)。このような降伏現象は強ひずみ加工およびその後熱処理した、一般に降伏現象を示さない、純 Al でも報告されている [13,14]。これは熱処理により結晶粒界が安定化し、転位が発生し難くなったことに起因すると考えられる [14]。一方で強ひずみ加工材では、粒界が高い原子の移動度をもつため、降伏現象は認められない。

不均一変形が大きく生じる試料では、ミニチュア引張試験片を使用すると、延性が通常サイズの試験片による結果に比べてやや大きくなる [15]。  $N_{HPT} = 10$  材の引張強度および伸びは、同形状の試験片を用いたマルエージング鋼の試験において、ほぼ同等の引張特性を示した [16]。強ひずみ加工することで IF 鋼がマルエージング鋼に匹敵する引張特性を示したことは驚きに値する。

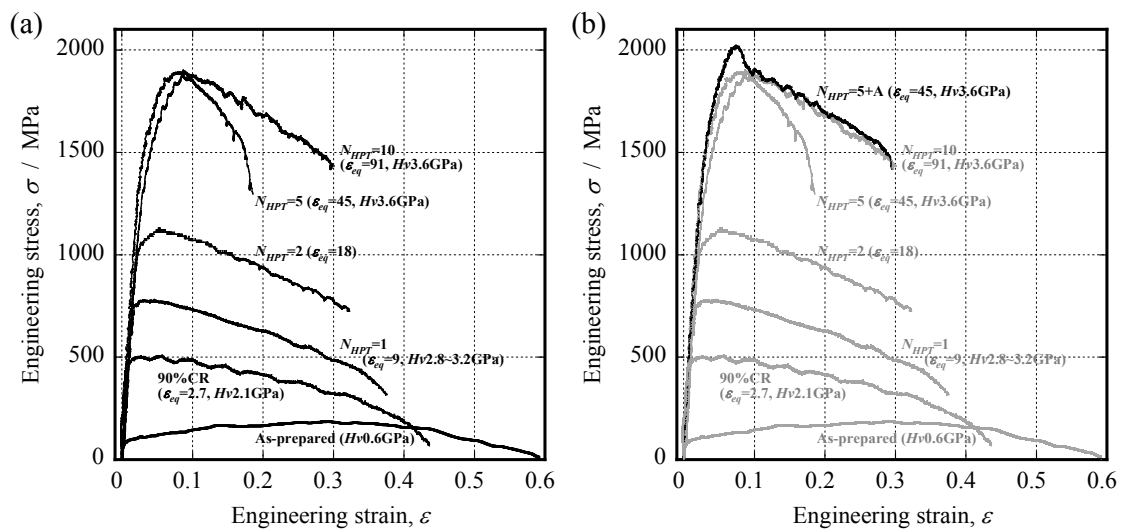


Fig. 7 Engineering tensile stress-strain curves of (a) HPT-processed specimens after various turns and (b) subsequent annealing at 200 °C for 3.6 ks. Vickers microhardness,  $H_v$ , was measured under an applied load of 4.9 N for 10 s.

Fig. 8 に疲労特性に及ぼす表面粗さの影響を示す。90%CR 材は、機械研磨、電解研磨の別によらず、同様な疲労特性を示した。一方、 $N_{HPT} = 5$  材では、電解研磨を施すことで、著しい疲労特性の改善が認められた。

Fig. 9 に、電解研磨にて最終仕上げを施した各種試料の疲労特性を示す。 $N_{HPT} = 5, 10, 5+A$  材の特性は同程度であり、延性の違いによる疲労特性の変化は認められなかった。低サイクル領域では、90%CR 材に比べて他の試料は 2 倍程度の疲労強度の上昇が認められた。しかしながら、高サイクル領域では、いずれの試料の特性も大きな違いは認められなかった。この理由として、強ひずみ加工したサブミクロン結晶粒材料の切欠感受性が高いことが考えられる[11]。また、繰返し変形による軟化の影響も考えられる[17]。しかしながら、 $N_{HPT} = 5, 10, 5+A$  材では疲労試験前後で大きな硬さ変化は認められなかった。これは、引張試験の結果から明らかなように、 $N_{HPT} = 5, 10, 5+A$  材は結晶粒微細化強化が主であり、繰返し変形による転位の消滅(回復)が強度に大きく影響しないためである。一方で、90%CR 材では、疲労試験( $N_f = 1.6 \times 10^5$ )後 81%の硬さまで軟化した。

また、Fig. 9 において、 $N_{HPT} = 10$  材の疲労特性が  $N_{HPT} = 5, 5+A$  に比べてばらついていることが分かる。Fig. 10 に示すように、 $N_{HPT} = 10$  材の最終疲労破面においてへき開面が部分的に観察された。90%CR 材、 $N_{HPT} = 5, 5+A$  材では、延性的な破壊を示すディンプルのみが観察された。 $N_{HPT} = 10$  材では、試料内部に脆性的な領域が存在するために疲労特性がばらついたと考えられる。このようなへき開面の形成は、HPT 加工中の不純物元素の凝集に起因すると考えられる。

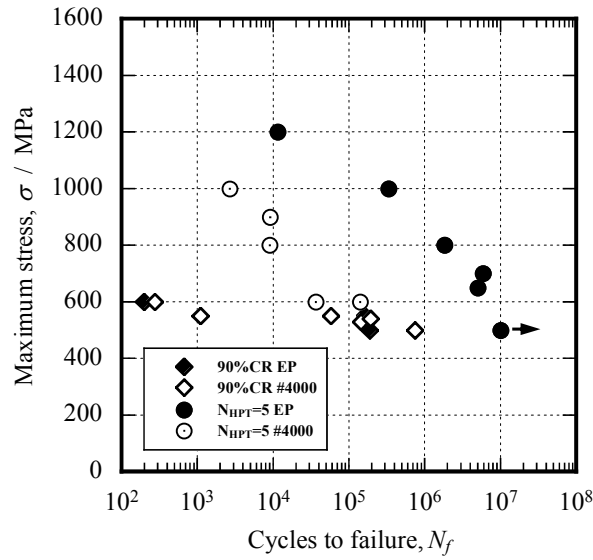


Fig. 8 Effect of surface roughness on the fatigue property in the HPT-processed ( $N_{HPT} = 5$ ) and the cold-rolled (90% reduction) specimens. EP: electrical polishing, #4000: mechanical polishing by using emery paper with #4000.

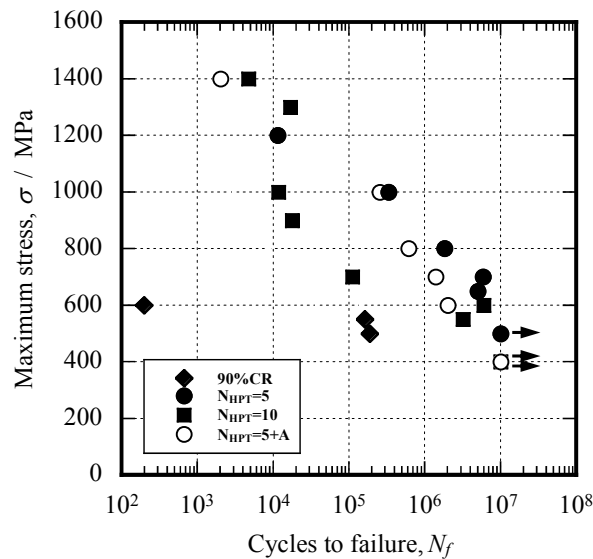


Fig. 9  $S-N$  diagram of the electrical polished specimens after cold-rolling, HPT-straining and annealing. Arrows indicate that no fracture has been observed at a given stress and number of cycles.

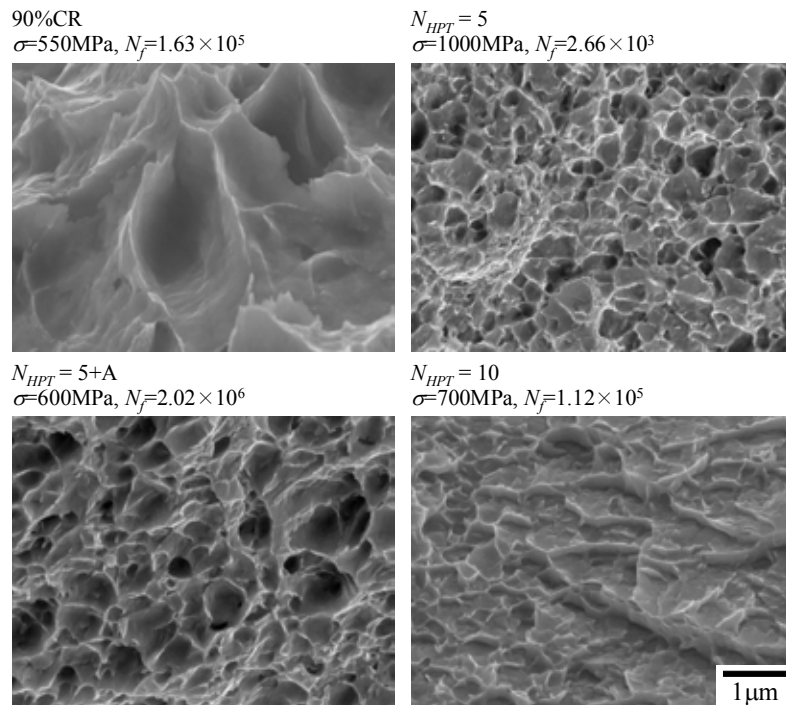


Fig. 10 Morphologies of fracture surface at the final fracture areas after fatigue tests.

#### 4. まとめ

- (1) HPT 加工により、幅 300 nm, 長さ 600 nm 程度の伸長粒からなるサブミクロン結晶粒材料が作製できた。そのビッカース硬さは  $H_v$  3.6 GPa であった。
- (2)  $N_{HPT} = > 5$  ( $\epsilon_{eq} = > 45$ ) の HPT 加工材では、引張強度が 1.9 GPa に達した。 $N_{HPT} = > 5$  ( $\epsilon_{eq} = > 45$ ) の HPT 加工と熱処理により、引張強度の低下なく延性の向上が認められた。それらの値はマルエージング鋼に匹敵する。
- (3) HPT 加工により引張強度の低下なく延性が改善した理由は、HPT 加工または熱処理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、転位の回復が促進され、また、応力集中が緩和されたためであると考えられる。
- (4) 表面粗さの疲労特性への影響は 90%CR 材では殆どなかったが、 $N_{HPT} = 5$  材においては表面粗さの改善により疲労特性が著しく向上した。
- (5) 低サイクル領域では、90%CR 材に比べて  $N_{HPT} = 5, 10, 5+A$  材は 2 倍程度の疲労強度の上昇が認められた。しかしながら、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。これは、強ひずみ加工したサブミクロン結晶粒材料の切欠感受性が高いことが原因と考えられる。

## 謝辞

本研究は、JFE21世紀財団技術研究助成および科学研究費補助金より援助を受けて実施しました。関係各位に深く感謝申し上げます。

## 参考文献

- [1] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov: *Prog. Mater. Sci.* 45 (2000) 103.
- [2] V.M. Segal, V.I. Reznikov, A.E. Drobyshevskiy, V.I. Kopylov: *Russ. Metall.* 1 (1981) 99.
- [3] Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai, R.G. Hong: *Scr. Mater.* 39 (1998) 1221.
- [4] J.G. Sevillano: *Proc. of 25th Riso Int. Symp. on Mater. Sci.*, ed. by C. Gundlach, K. Haldrup, N. Hansen, X. Huang, D.J. Jensen, T. Leffers, Z.J. Li, S.F. Nielsen, W. Pantleon, J.A. Wert and G. Winther, (Riso Natl Lab., Roskilde, Denmark, 2004), 1.
- [5] Y. Todaka, M. Umemoto, Y. Watanabe, A. Yamazaki, C. Wang and K. Tsuchiya: *ISIJ Int.*, 47 (2007) 157.
- [6] Y. Todaka, M. Umemoto, J. Yin, Z. Liu and K. Tsuchiya: *Mater. Sci. Eng. A*, 462 (2007) 264.
- [7] Y. Todaka, M. Yoshii, M. Umemoto, C. Wang, K. Tsuchiya: *Mater. Sci. Forum* 584-586 (2008) 597.
- [8] V.M. Segal: *Mater. Sci. Eng. A* 197 (1995) 157.
- [9] J.T. Wang, C. Xu, Z.Z. Du, G.Z. Qu, T.G. Langdon: *Mater. Sci. Eng. A* 410-411 (2005) 312.
- [10] A. Vinogradov, S. Hashimoto, V.I. Kopylov: *Mater. Sci. Eng. A* 355 (2003) 277.
- [11] W.-J. Kim, C.-Y. Hyun, H.-K. Kim: *Scr. Mater.* 54 (2006) 1745.
- [12] Submitted to *Int. J. Mater. Res.*
- [13] N. Tsuji, Y. Ito, Y. Saito, Y. Minamino: *Scr. Mater.* 47 (2002) 893.
- [14] P.L. Sun, C.Y. Yu, P.W. Kao, C.P. Chang: *Scr. Mater.* 52 (2005) 265.
- [15] Y.H. Zhao, Y.Z. Guo, Q. Wei, A.M. Dangelewicz, C. Xu, Y.T. Zhu, T.G. Langdon, Y.Z. Zhoua, E.J. Lavernia: *Scr. Mater.* 59 (2008) 627.
- [16] 戸高義一, 梅本実, 好井美樹, 熊谷匡明, 土谷浩一: *ふえらむ* 14 (2209) 14.
- [17] H.W. Hoppel, Z.M. Zhou, H. Mughrabi, R.Z. Valiev: *Phil. Mag. A* 82 (2002) 1781.